



TAM KARIŞIMIN TESPİTİ İÇİN MICROTRACERS (tm)'İN KULLANIMI

PROBLEM

Dünya'nın yıllık yem üretim kapasitesi 300 milyon tonun üzerindedir. Üreticiler tam karışıma ulaşmak için gereğinden fazla sürede karışım yaptıklarında işgücü, enerji ve para israfıyla karşılaşmaktadır. Aşırı karıştırma ayrıca vitamin ve ilaçların değerinin düşmesine yol açabilmektedir.

Karışımın tam olmaması durumunda karıştırılan mikroingredientler yemin bazı bölümlerde çok bazı, bölümlerde gereğinden az bulunur. Bu değişkenlik kullanıcılara büyük ekonomik kayıplar verdirebilir ve yasal oranların üstünde ilaç birikimine yol açabilir.

Bu yüzden periyodik rutin mikser testlerinin yapılması ekonomik ve etik açıdan gereklidir.

KARŞILAŞTIRMALI METODLAR

Yem üreticileri yem içindeki bir veya birden fazla nutrient (vitamin, mineral, vs) veya ilaçları kontrol ederek mikser ekipmanlarını sıklıkla test ederler,. Bunun dışında test için özel olarak ilave edilen "tracer" yardımıyla da bu testler yapılmaktadır. Aslında bir nutrientin test için kullanımıyla, üreticinin karışım kalitesini değerlendirmek amacıyla bu nutrienti bir tracer olarak kullanmaktadır.

Yem üreticileri yem karışımının kalitesini ölçmede çoğunlukla aşağıdakileri test etmektedir.

1. Makronutrients (örneğin protein, nem, yağ)
2. Tuz (örneğin klorit)
3. Elementler (kalsiyum, manganz çinko v.s.)
4. Vitaminler veya ilaçlar
5. Microtracers (tm)

Bütün bunlar arasında ilaç ve Microtracer dışındaki tracer'ların birden fazla kaynaktan temin edilmesi yönünde tartışmalar ve tereddütler yaşanmaktadır. Bir çok yem ingredientleri önemli miktarlarda protein ve tuz ihtiva ettiği için, tam karışım sağlanmamış olsa dahi yem karışımı tamamlanmış gibi gözükülebilmektedir.

Sonuçlar ayrıca uygun olmayan analiz methodlarının kullanılmasıyla (örneğin ilaçlar) da kafa karıştırılabilmektedir. Analiz sonuçları +/-%30'dan daha iyi sonuç vermiyorsa, bununla mükemmel veya iyi karışımın sağlandığı yargısına varmak çok güçtür.

Microtracers karışımın test edilmesi için mükemmel bir mekanizma sunmaktadır Çünkü:

1. Microtracer analizlerinin hataları çok azdır.
2. Sonuçlar tartışmalara ve tereddütlere yol açmamaktadır
3. Analiz maliyetleri çok düşüktür ve bir çok değişik tracer aynı prosedürle test edilmektedir. Böylece bir tek analizle bir çok karıştırma süresi ve mikroingredient ilave yeri değerlendirilebilmektedir.
4. Testler “on-the-spot” olarak yapılır. Bu durum ara sonuç değerlendirmelerine ve aynı gün içinde fazladan test yapılabilmesine imkan sağlar.

BİR MİKSERİN TEST EDİLMESİ

Bir mikser testinde dört problemin açıklığa kavuşturulması gerekmektedir.

1. Tracer ilavesi (nereye, ne zaman, ne kadar tracer ilave edilecek, premiks haline getirmeye ve çoklu tracer ilavesine gereksinim var mıdır ? vs.)
2. Yem karışımından numune alımı (nereden, ne zaman, ne kadar ve kaç adet numune alınacak.)
3. Numunelerin analizi (Analiz metodu, ne kadar numune analiz edilecek, tekrar analizlerine ne zaman ihtiyaç vardır
4. Sonuçların yorumlanması

Microtracer veya başka bir tracer kullanımında yukarıda sıralananlar karışım testinin ortak problemleridir. Bu yazıda bu problemler ve Microtracer kullanımı ele alınacaktır.

TRACER İLAVESİ

Her mikser testinin kendine özgü koşulları vardır ve ortak amaç testteki sorunların üstesinden gelmektir. Microtracer ilavesi ile ilgili genel noktalar aşağıdaki gibidir..

1. Microtracers F (renkli demir parçacıklar) genellikle ton yem başına 50 gram ilave edilir (örneğin 2 tonluk lotlara 100 gr kırmızı tracer ilave edilebilir)
2. Bu tracer yem karışımın ilave edilmeden önce, 1 pound (yaklaşık yarım kilo) dolgu maddesiyle premiks haline getirilmelidir (örneğin: öğütülmüş mısır, tuz vs.)
3. Bu tracer mikserde elle vitamin veya ilaçlarla birlikte aynı zamanda ve aynı yerde ilave edilmelidir. Alternatif olarak tracer vitamin premiksine karıştırılarak bilgisayarlı mikroingredient ilave sistemiyle de ilave edilebilir.
4. İkinci bir tracer test lotuna birinci tracer'dan 1 dakika sonra veya başka bir yerden ilave edilebilir. Bu aynı testte ikinci bir bilgi sersinin alınmasına imkan sağlar

YEM KARIŞIMINDAN NUMUNE ALINMASI

1. İdeal olanı karışım devam ederken veya karışım tamamlandıktan sonra mesafeli aralıklardan numune almaktır.
2. Numune ağırlığı ½-Ib (yaklaşık 250 gr) ve mutlaka mesafeli aralıklardan alınmış olması gerekir ve parçalı olmamalıdır. Parçalı numune karışımın kalitesi ile ilgili olarak bize hiç bir şey söylemez.
3. Eğer mikserden numune alma imkanı yoksa üretim sisteminde mikserde en yakın noktadan numune alınmalıdır. Genellikle dengeleme silosundan sonraki konveyörden numune alınmaktadır.
4. Mikserden numune alımında, ortadan ve her iki uçtan olmak üzere en az 3 numune alınmalıdır. Dengeleme silosundan sonraki konveyörden numune alınması durumunda en az 5, tercihen 10 noktadan numune boşaltma esnasındaki farklı aralıklardan alınmalıdır.
5. Lottan lota tarcer farklılığını anlamak için müteakip lottan da numune alınabilir.

MICROTRACER ANALİZLERİ

Lütfen Microtracer literatüründeki item “L” (Microtracer ile kalite kontrolü), item “N” (Microtracer”Rotary Detector”) ve item “O” (Microtarcer Quantitatif Prosedürü) notlarına bakınız.

Altnumunelerden (genellikle 75 gramlık) Microtracer F (eşbüyükteki renkli demir parçacıklar) “Rotary Detector” adlı magnetik seperatör yardımıyla ayrıştırılır.

Bu partiküller bir tartı kepçesine aktarılır, bulk tape eraser yardımıyla demagnetize edilir (birbirine yapışmış parçacıklar birbirinden ayrılır). Ayrılan parçalar %60'lık etanol çözeltisi ile ıslatılmış olan büyük bir filtre kağıdı üzerine serpilir (örneğin 15-25 cm Whatman #1).

Filtre kağıdı üzerinde taneciklerin boyasının çözünmesiyle noktalar oluşmaya başladıktan sonra, filtre kağıdı önceden ısıtılan bit tavanın ya da fırının üzerine konularak kurutulur.

Kağıt kuruyunca işaretlenir ve oluşan birinci renk noktalar sayılır ve toplamı not edilir ardından ikinci renk noktalar sayılır ve toplamı not edilir.

MICROTRACER SONUÇLARININ YORUMLANMASI

Microtracer mikser testi sonuçları Poission Tablosu ve bununla ilgili Chi-Squard Hesaplaması yardımıyla yorumlanır.

Eğer karışım tamam ya da mükemmel olursa, Microtracer taneciği sayısı Poission İstatiksel Dağılımının değişkenlik karaktersitiğini gösterir. Mikrotacer taneciği sayısı Poission Dağılımına göre beklenenden daha değişken olursa, karışım tamamlanmamış demektir.

(Poission Dağılımı ve Chi-Squard Hesaplamasına uygulanması ile ilgili daha fazla bilgi için lütfen Micro-Tracers Inc. firması ile görüşünüz)

CHI-SQUARD HESAPLAMASININ KULLANIMI

Chi-Squard Hesaplaması Poission Dağılımından çıkartılmıştır ve karışımın tamamlandığını ispat etmek için Microtracer sayısını değerlendirmek için kullanılır.

Belli bir sayıdaki numuneden (n) önce Microtracer noktaları sayılır (x1,x2,x3...), daha sonra ortalaması hesaplanır (mean = aritmetik ortalama).

Ardından her bir sayım (x1) ile aritmetik ortalama arasındaki fark belirlenir ve her bir farkın karesi alınır ve farkların kareleri toplanır.

Chi-Squard değerini bulmak için kare farkları toplamı aritmetik ortalamaya bölünür.

Chi-Squard Olasılık tablosuna başvurulur (Tablo A). farkların kareleri toplamının aritmetik ortalamaya bölümü ile elde edilen değer en üst yatay sütundaki karşılığı saptanır (n-2). Sol dikey sütunda sözkonusu değer karşılığına denk gelen değer bulunur.

Yatay ve dikey sütunların kesişme noktası olasılığı verir. (.999' dan ***'a kadar olasılık .0005'den azdır). Test sonucunda Chi-Squard'da bulunan bu olasılık değeri mükemmel karışım olasılığını işaret eder

100 testte 5 den fazla mükemmel karışım olasılığı verisi elde edilirse (olasılık 0.05'in üzerindedir), bu mükemmel karışım verisi olarak kabul edilir.

Eğer 100 testte 1 ila 5 arasında mükemmel karışım olasılığı verisi elde edilirse (olasılık 0.05' ile 0.01 arasındadır), bunun mükemmel karışımdan “önemli bir ölçüde sapma olasılığı” değişkenliğini gösterir. verisi olarak kabul edilir.

Eğer 100 testte 1 den daha az mükemmel karışım olasılığı verisi elde edilirse (olasılık 0.01'den düşüktür), bunun mükemmel karışımdan “önemli bir ölçüde sapma olasılığı” değişkenliğini gösterir. verisi olarak kabul edilir. Bu durumda yemin tam olarak karışmadığını gösterir.

Chi-Squard uygulamalarının değişik uygulamaları için lütfen tablo B'ye bakınız.

“BULUNAN” VE “TEORİK” DEĞİŞİM KATSAYISI

Poission dağılımının anahtar niteliği, eğer karışım mükemmel ise sayım serisinin standart sapması aritmetik ortalamanın kareköküne eşit olmalıdır.

Mikser testi sonucunda aritmetik ortalama 100 çıkarsa, sayım serisinin standart sapması 10 ve verilerin değişim katsayısı %10 olmalıdır. (Değişim katsayısı standart sapmanın aritmetik ortalamaya bölümüdür.)

Eğer Microtracer mikser testinin tamamlanması isteniyorsa bulunan değişim katsayısının mükemmel karışım için beklenen teorik değişim kasayısı ile karşılaştırılması gerekir. Bulunan değer teorik değerden büyükse, bu tamamlanmamış karışımdan kaynakalanan bir takım ekonomik kayıplara yol açacak demektir. Örneğin bulunan değişim katsayısı teorik olarak %10 beklenirken, %20 gerçekleşmişse mikroingredientlerin değeri tamamlanmamış (aşırı) karışımdan dolayı düşer.

Micro-tracers Inc. Chi-Squard değerlerinin, standard sapmaların bulunan ve fiili değişim katsayılarının hesaplanması ve sonuçlarının yorumlanması için bir IBM-PC software programı hazırlamıştır. Bu program için lütfen Micro-Tracer Inc'ye başvurunuz.

TABLO B

AÇIKLAYICI CHI-SQUARD HESAPLAMALARI

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
1	85	100	15	225
2	105	100	5	25
3	95	100	5	25
4	115	100	15	225
5	100	100	0	0
Ortalama		100	Toplam	500

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squard'daki karşılığı bulunur.

$$500 / 100 = 5$$

Mükemmel karışım ihtimali 5'in üzerindeki Chi Squard değerini verir Tablo A'dan $n=5-2=3 = 0,172$

Sonuç: Bu testin sonucu tipik bir mükemmel karışımı gösterir.

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
1	85	100	15	225
2	65	100	35	1.225
3	115	100	15	225
4	135	100	35	1.225
5	100	100	0	0
Ortalama		100	Toplam	2.9

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squard'daki karşılığı bulunur.

$$2.900 / 100 = 29$$

Mükemmel karışım ihtimali 29'un üzerindeki Chi Squard değerini verir Tablo A'dan $n=5-2=3 = **$

Sonuç: Bu testin sonucu tipik bir tamamlanmamış karışımı gösterir.

TABLO B

FİİLİ YEM FABRİKASI TESTLERİNDEN AÇIKLAYICI VERİLER

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
kuzey	50-kırmızı	95	45	2.025
orta	96	95	1	1
güney	139	95	44	1.936
Ortalama		95	Toplam	3.062

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squard'daki karşılığı bulunur.= 40,8
Mükemmel karışım ihtimali 20'nin üzerindeki Chi Squard değerini verir Tablo A'dan
 $n=3-2=1 = **$ (0,0005'den daha az)

Sonuç: Bu karışım tamamlanmamıştır. İlâveten güney tarafın sonuna ilâve edilen kırmızı tracer'in karşı taraftaki sayısının çok az olması karışımın tamamlanmadığını gösterir.

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
kuzey	201-Mavi	133	68	4.624
orta	132	133	1	1
güney	65	133	68	4.624
Ortalama		133	Toplam	9.229

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squard'daki karşılığı bulunur.= 69,8
Mükemmel karışım ihtimali 35'in üzerindeki Chi Squard değerini verir Tablo A'dan
 $n=3-2=1 = **$ (0,0005'den daha az)

Sonuç: Bu karışım tamamlanmamıştır. İlâveten güney tarafın sonuna ilâve edilen mavi tracer'in karşı taraftaki sayısının çok az olması karışımın tamamlanmadığını gösterir.

10 Mayıs 1990

Jones Equipment Company
1313-Maple Street
Jones, Iowa 50505

TO: Mr. John Jones

RE: Microracer (tm) mikser testi için gönderilen ve 5-A dan 5-H'ye kadar işaretlenen sekiz (8) numune 7 Mayıs 1990'da elimize geçmiştir.

Kırmızı tracer sayımları soldan sağa ardışık olarak şu şekildedir.

200 279 182 103 268 340 186 118

Mavi/y tracer sayımları soldan sağa ardışık olarak şu şekildedir.

20 13 148 290 36 68 263 343

	Kırmızı	Mavi/y
Veri sayısı	8	8
Serbestlik	6	6
Ortalama=	209,50	147,63
Standart Sapma = +/-	81,41	133,61
Değişim Katsayısı, % = +/-	38,86	90,51
Değişim Katsayısı (Poisson), % = +/-	6,91	8,23
Chi-Square=221,46846,51	221,46	846,51
Olasılık, %=	0,00	0,00

Her iki tracer'in verdiği sonuçlar karışımın tamamlanmadığını gösterir.

MICRO-TRACER, INC

David A. Eisenberg, Vice President

Smith Foods
#1 Main Street
Webfoot, Oregon 97979

TO: Mr. Willem Smith

RE: Microracer (tm) mikser testi - 13 Ekim 1989 tarihli mektubunuz ve 40 yem numunesi (biri analizde kayboldu) 20 ekim 1989'da elimize ulaşmıştır.

Mavi tracer sayımları soldan sağa ardışık olarak şu şekildedir.

117	121	139	130	116	105	117	122	113	131
121	112	113	126	120	148	111	128	134	130
133	138	120	134	125	128	135	139	140	126
133	137	101	128	120	139	123	153	154	

Kırmızı tracer sayımları soldan sağa ardışık olarak şu şekildedir.

130	120	120	106	131	117	143	114	118	134
125	131	121	134	140	140	114	111	149	131
122	147	115	132	105	121	109	118	116	132
129	116	107	136	130	130	124	129	122	

	Mavi	Kırmızı
Veri sayısı	39	39
Serbestlik	37	37
Ortalama=	127,18	124,85
Standart Sapma = +/-	12,09	11,16
Değişim Katsayısı, % = +/-	9,51	8,94
Değişim Katsayısı (Poission), % = +/-	8,87	8,95
Chi-Square=221,46846,51	43,70	37,91
Olasılık, %=	20,82	42,76

Her iki tracer'in verdiği sonuçlar karışımın tipik bir mükemmel karışım olduğunu gösterir. 54 gramdan 89 grama kadar tartılan numunelerin verileri sabit 75 gramın verilerine uyarlanmıştır. Tracer geri kazanımı mavide ortalama % 107 ve kırmızıda %104'tür. Buradan her iki tracerinde ton başına 50 gr ilave edildiğini göstermektedir.

MICRO-TRACER, INC

David A. Eisenberg, Vice President

1 Kasım 1989

Smith Foods
#1 Main Street
Webfoot, Oregon 97979

TO: Mr. Willem Smith

RE: Microracer (tm) mikser testi - 13 Ekim 1989 tarihli mektubunuz ve 40 yem numunesi (biri analizde kayboldu) 20 ekim 1989'da elimize ulaşmıştır.

Oranj tracer sayımları soldan sağa ardışık olarak şu şekildedir.

100	73	82	91	98	96	81	117	103	88
94	85	92	91	106	122	107	105	103	90
104	95	89	98	84	93	95	77	93	86
109	86	80	78	86	90	89	85	92	

Veri sayısı	Orange
Serbestlik	39
	37
Ortalama=	93,15
Standart Sapma = +/-	10,73
Değişim Katsayısı, % = +/-	11,52
Değişim Katsayısı (Poisson), % = +/-	10,36
Chi-Square=221,46846,51	46,97
Olasılık, %=	12,63

Oranj tracer'in sonuçları kırmızı ve maviye oranla daha değişkendir. Buna rağmen tipik bir mükemmel karışım olarak kabul edilir

MICRO-TRACER, INC

David A. Eisenberg, Vice President
1 Kasım 1989

ITEM "L"

MICROTRACERS F İLE KALİTE GÜVENCE

PRENSİP

Microtracer F (renkli uniform demir parçacıkları) hayvan ve kanatlı yemlerinin karıştırma kalitesinden emin olmak için kullanılan ve kolayca tanınabilen zararsız markalayıcılardır. Bitmiş yem hem kodlanmış mikroingredients (örneğin vitamin) hem de Microtracer ihtiva eder. Sadece alkol ve su gibi reaktan kullanılarak, premiks ya da yem numunesi 2 dakikada kalitatif, 5 dakikada ise kantitatif olarak analiz edilebilir. Elde edilen Microtracer sonuçları kodlanmış mikroingredient'lerin mükemmel bir belirteci olarak kullanılabilir. Kantitatif tayin yapıldığında, Microtracer F karıştırma işleminin etkinliğini ölçmek ve dokümanete etmenin yanı sıra hem mikserin hem de diğer yem üretim araçlarının şarjdan şarja temizliğinin yeterliliğinin bir göstergesidir. Microtracer F yem numunesinden manyetik kapaklı mason kavanozu ya da Microtracer Rotary Dedektörü kullanılarak ayrılır. Rotary dedektör ile 500 gramlık numune rutin olarak analiz edilebilir.

SPESİFİKASYON

Microtracer F sodyumkarbonat ile stabilize edilmiş doğal ya da yapay yiyecek renklendiricileri ile kaplanmış demir parçacıklarıdır. (% 95'i 35 mesh elekten geçer. % 95'i de 120 mesh elek üstünde kalır). Renkler kırmızı, mavi, turuncu, yeşil ya da değişik kombinasyonları olabilir. Her tracer diğerinden kolaylıkla ayırt edilebilir özelliktedir. Yeme katılan doğal bitki pigmentleri ve renklendiriciler Microtracer analizlerinde karışıklığa yol açmazlar çünkü bunlar genellikle manyetik değildirler. Microtracer F peletleme işlemine de dayanıklıdır ve bitmiş ürün ya da pelet haline getirilmiş yemlerde 6 ay veya daha fazla süre stabilitesini korur. Microtracer yüksek konsantrasyonda propilen glikol, choline hidroklorür veya serbest su içeren premikslerde stabil değildir. Microtracer özel premikslerin stabilitesini tayin etmek amacıyla ön teste tabi tutulmalıdır. Microtracer F 1 gramda 25.000 adet içerir. Pratikte tracer miktarı 1 gramda 22.000'den 32.000 parçacığa kadar değişebilir. Microtracer F yem değirmenindeki manyetik separatörde oluşabilecek kaybı bu tür manyetlerde % 10 - 15 kayıp olabilmesine rağmen azaltacak şekilde dizayn edilmiştir. Yemden tracer geri kazanım oranı ortalama olarak doğrudan ekleme yapılan mikserlerde % 100, yem değirmeni çıkışından ekleme yapıldığında % 80, pelet haline getirilmiş yem çıkışından ekleme yapıldığında ise % 65'tir.

UYGULAMA KULLANIM MİKTARI

I. YEMLERDE RUTİN PREMİKS TANINMASI :

Premiks 1 ton 'luk yemde 5 gram tracer bulunacak ölçüde tracer ihtiva etmelidir. Eğer yemin tonuna 450 gram premiks konuyorsa o zaman premiksın her 450 gramı için 5 gram tracer eklenmelidir.

Bu teorik olarak 65 gram yemde 9 adet tracer parçacığı olacağı anlamına gelir (25.000 parça 5 gram ile çarpılır önce 2000'e sonra da 65/455'e bölünür). 65 gram, manyetik kapaklı mason kavanozu kullanılarak yapılan teste kullanılması gereken asgari miktardır. Eğer tracer geri kazanımı pelet haline getirilmiş yemde % 65 ise o zaman ortalama bir ölçümde 6 parça olması gerekir. Eğer yem iyi bir şekilde karışmış ise ve 6 adet tracer parçacığı bulunacağı düşünüldüğünde, Poisson istatistik yöntemine baz edilmemiş arzu edilmeyen sonucun 100 teste 1'den fazla olmaması zaruridir.

Daha yüksek güvenilirlik ve Microtracer F eklenmiş premiksın taşınmasını ölçmek için Rotary (döner) dedektör kullanılmalıdır. Bu, tracer'ın tamamen geri kazanılmasına ve daha fazla numunenin analizine (örneğin 500 gr) izin verir. Yanlış sonuç elde etme şansı (premikse belirlenen miktarda tracer konulduğu halde hiç tracer bulunmaması hali) yoktur. Premiksın % 10 taşınımı gerçekleşirse, en azından tesadüfen tracer parçacığı bulma şansı % 95'ten daha iyi olacaktır.

II- MİKSER VERİMİ

Karıştırmanın tamamlanıp tamamlanmadığını tayin için, 1 ton yeme ya da premikse 50 gram Microtracer F eklenir. Bir şarja iki ya da üç farklı renk bile değişik yerlerden ve değişik zamanlarda ilave edilebilir.

Böylece bir test yapmakla 2 ya da 3 ayrı veri elde edilebilir ve bir numuneden 2 ya da 3 defa karıştırma verimi ölçülebilir.

Kantitatif bilgi elde etmek için Rotary Dedektör kullanılır. Genellikle her bir renkten 100 parçacık saymak için 75 gram yem analiz edilmelidir. Mükemmel bir şekilde karıştırılmış yemden yapılan bir sayımda yaklaşık % 10'luk bir değişim katsayısı (CV) elde edilir. Bir şarjdan 10 numune alınmış ve % 20 değişim katsayısı bulunmuş ise, tamamlanmış karışımdan sapmanın istatistiksel belirteci (işareti)nin ispatıdır. Item P'ye bakınız. (Karma yem ve premikslerde karıştırma veriminin tayini için Microtracer kullanımı).

III- ÜRÜN TANIMI

Yemin bir kontrolü olarak, Microtracer F 1 tona 5 gram olarak katılmalıdır. Bu patent ya da dağıtım haklarının korunmasında yardımcı olur, ayrıca uygun olmayan ürün iddiaları veya özel madde içeren yem kullanımının kontrolü ve hizmetler için gelecek istekler konusunda da faydalıdır.

AYIRMA (DETECTION) PROSEDÜRÜ MASON KAVANOZU TEMİNİ

A- MALZEME

1. 65 gramlık bir ölçü kabı (yem için). Böyle bir kap yok ise mason kavanozu bu iş için kullanılabilir. Kavanozun yarısı yaklaşık 65 gramdır.
2. Whatman No.1 filtre kağıdı (7 cm çapında)
3. Kahve değirmeni ya da osterizer (pelet halindeki yemler için).
4. Damlalık
5. Su (100 ml'sine 1 damla amonyak konulmuş ya da % 60 etanol su çözeltisi). Testi yapılacak tracer'a bağlı olarak su ya da % 60 etanol - su çözeltisi kullanımına karar verilir.
6. Özel manyetik kapak (Microtracer tarafından verilir).

B- METOD

1. Pelet halindeki yemi değirmende öğütülerek toz haline getirilir.
2. 65 gram yem Mason kavanozuna alınır.
3. 1 adet filtre kağıdı manyetik kapağa yerleştirildikten sonra manyetik kapak kavanoza vidalanır.
4. 1 dakika süre ile bütün yemin manyetik kapağa temasını sağlamak için kavanoz sallanır.
5. Manyetik kapak sökülür, ters çevrilerek filtre kağıdının tamamının tracer ile teması sağlanır.
6. Filtre kağıdının üzerine, merkezine, 5-10 damla developer (su ya da su/alkol) damlatılır. Böylece filtre kağıdının üzerinde demir parçacıklardan oluşan halkaların arasına developer yayılır. Renk oluşmaya başladığında ya da 1 dakika sonra filtre kağıdı ısıtıcı plaka üzerine konur ve kurutulur.
Bazı pelet haline getirilmiş yemlerde ısıtıcı plaka üzerinde filtre kağıdındaki tracer parçacıklarından boyayı çözmek için buhar verilmesi gerekebilir.
Toplam harcanan zaman = 2 dakikadan daha azdır.

AYIRMA PROSEDÜRÜ - ROTARY DEDEKTÖRÜN TEKNİĞİ

A- MALZEME

(Mason Kavanoz testinde istenen malzemelere ilave olarak aşağıdaki malzemeler gereklidir).

1. Rotary Dedektör (manyetik ayırıcı)
2. Tracer parçacıklarının manyetikliğini gidermek için demanyetizer "Bulk Tape Eraser"
3. 30 ml analitik ölçek
4. Bir adet geniş açılı fırça ya da muadili
5. 15 veya 24 cm çevre uzunluğuna sahip whatman No.1 filtre kağıdı ya da eşdeğeri
6. Geniş ısıtıcı plaka ya da fırın

B- METOD

1. Pelet halindeki yemlerin analizi için öğütülerek toz halinde hazırlanır.
 2. Rotary Dedektörün ana gövdesi besleme bunkerinden ayrılır.
 3. Rotary Dedektörün ana gövdesinin üst merkezinde bulunan manyetin üzerine 7.0 cm filtre kağıdı yerleştirilir.
 4. Besleme hunisi Rotary Dedektörün ana gövdesine yerleştirilir.
 5. Elektrik düğmesi açılır. Rotary Dedektör, merkezindeki manyet ünite sallanıncaya kadar hız kazanarak dönmelidir. Ünite çalışmaz ise, üstteki besleme hunisi çıkarılır ve manyet saat yönünde hız kazanıncaya kadar döndürülerek motora yardım edilir. Eğer ünite kullanılmamış ise 220 Volt gerilimle enerjilendirilen ünite motoru sıkışmış olabilir.
 6. Yem numunesi (50 gram kadar) Rotary Dedektörün üstündeki besleme hunisine dökülür. Besleme hunisi tıkanırca fırça ile yem hunide karıştırılır.
 7. Besleme hunisindeki yem bittiğinde filtre kağıdının yakalanmamış demir parçacıkları ile karşılaştırmak için huni çıkarılır.
 8. Kalitatif sonuçlar için 5-10 damla developeri (geliştirici) (su ya da su/alkol) filtre kağıdının ortasına damlatılır ve besleme hunisi olmadan Rotary Dedektör çalıştırılır. Manyet dönecek ve çözücü filtre kağıdında tracer parçacıkları üzerindeki boyayı ekstrakte ederek dağılacaktır. Enerji kapatılır. 30 saniye ya da 1 dakika sonra filtre kağıdı uzaklaştırılır , ısıtıcı plakaya konur ve kurutulur.
 9. Kantitatif sonuçlar için Item "O" ya bakınız.
- Toplam harcanan zaman = 2 dakikadan daha azdır.

ITEM "N"

MICROTRACER ROTARY DEDEKTÖR

Fonksiyonu :

Rotary Dedektör büyükbaş hayvan yemi, tavuk yemi, premiks ya da diğer kum granül ve toz ürünlerde bulunan Microtracer F'nin cihazdan numuneyi 1 ya da 2 defa geçirerek ayrılması için tasarlanmıştır. Bu cihazla premikslerde Microtracer RF - Se - 2% ve RF - Se - 4%'yi de ayırmak mümkündür.

AÇIKLAMA

Microtracer firması iki benzer fakat ayrı tipte Rotary Dedektör üretmektedir. Cihazlardan birisi özellikle paslanmaz çelikten imal edilmiş olup, çok sağlam bir 220 V, 60 Hz elektrik motoruna sahiptir. İkincisi ise plastik malzemeden yapılmış parçalara sahip olmasının yanında hem 110 V hem de 220 V akım ya da pille çalışabilir. Her iki tip te uçak koltuğu altında taşınabilecek büyüklükte plastik çantada ambalajlanmıştır.

Her cihaz motorun üzerinde tekerlek şeklinde monte edilmiş manyeti bulunan alt kabine sahiptir.

Filtre kağıdı manyet üzerine kolaylıkla takılabilir. Filtre kağıdının deliği, manyet üzerinde bulunan ve sabitlemeye yarayan pime uygun şekilde tasarlanmıştır. Yükleme bunkerini alt kabin üzerine kolayca monte edilebilir.

OPERASYON

Filtre kağıdı sabitlendikten sonra manyet tam hızda dönerken, bunkerin altındaki huniyi yemin geldiği gözlenerek analiz için yem numunesi yavaşça beslenir (dökülür). Huni tıkanırsa bir fırça ile dürtülerek huni temizlenerek akış sağlanır.

Gerekirse besleme hunisinin yanlarına vurularak ta akış sağlanması desteklenir.

Üst bunkerin hunisi yemi doğrudan alt kabinin döner manyeti üzerine gönderir.

Microtracer'lar manyet tarafından tutulur ve çember şeklinde filtre kağıdı üzerinde diğer demir parçacıklarında olduğu gibi tutulur.

Yem manyetten geçtikten sonra santrifüj kuvvet yardımıyla çıkışa gelir oradan da alt kabinin toplama bölgesine düşer.

Yem, cihazdan birinci geçişinde Microtracer RF - Se - 2 ve RF - Se - 4%'nin % 90'ı, ikinci geçişte ise tamamı geri kazanılır. Microtracer F'nin ise % 98'ten fazlası birinci geçişte tutulur.

GERİ KAZANILAN DEMİR PARÇACIKLARININ MUAYENESİ

1. Renklendirilmiş Microtracer F

a) Kalitatif Test

Manyetik malzemeyi yemden ayırdıktan sonra, alt kabinin üstündeki besleme hunisini çıkarın. Manyetik malzeme manyet üzerindeki filtre kağıdı üzerinde gri parçacıklar halkası olarak görülür.

Cihazı çalıştırın ve böylece manyet tam hızında çalışacaktır. Göz damlalığı ile 5-10 damla developeri filtre kağıdının merkezine damlatın.

Cihazı kapatın. Döner manyet durduğunda, tracerdaki boya çözücü tarafından çözülüp filtre kağıdını boyayacağı için renk genellikle görülecektir. 30 saniye sonra filtre kağıdını, ısıtıcı plaka ya da fırına koyun ve kurutun. Tracerdan gelen boya kağıtta sabitlenecek ve böylece noktalar sayılabilecektir. Kağıt kurumamış ise tracerdan gelen renkler birbirine karışacak, renk güvenle sayılamayacak ölçüde belirsizleşecektir.

Bazı yağ ilaveli pelet hale getirilmiş yemlerde filtre kağıdı 300 ° F'a kadar ısıtılmadıkça renk tracer partiküllerinden ayrılmaz. Bu işlem (ısıtma) tracer partiküllerini kapsayan yağın çözülmesi için gerekebilir. Yağ çözülmedikçe tracer developeri tracer partiküllerindeki boyaya erişemez ve sonuçlarda negatif hata oluşur.

Bazı durumlarda, geçerli bir analiz sonucu elde etmek için yağı çözümede DMSO (dimetil sülfoksit) ya da DMSO % 50 + % 50 etanol çözeltisini developer olarak kullanmak gerekir.

b) Kantitatif Test

Döner manyet üzerindeki filtre kağıdı üzerinde manyetik malzeme (Microtracer F dahil) ayrıldıktan sonra manyet üzerindeki tracer parçacıklarına developer eklenmez ancak manyetik malzeme bir ölçü kabına transfer edilir ve demanyetize edilir. Demanyetize edilen parçalar developer çözeltisi ile ıslatılmış 15 veya 24 cm çapında filtre kağıdına püskürtülür. Noktalar kağıt üzerinde belirginleşmeye başlayınca filtre kağıdı kurutulur ve noktalar işaretlenip sayılır.

Microtracer F'nin kolorimetrik ölçümü için ;

Döner manyet üzerindeki filtre kağıdında tracer parçacıklarına çözelti ile muamele edilmez fakat parçacıklar küçük bir test tüpüne aktarılır. Test tüpüne 10 ml su ya da alkol - su karışımı eklenir sonra tüp tracer'daki boyanın çözülmesi için çalkalanır. Sıvı filtreden geçirildikten sonra spektrofotometrede renk yoğunluğu tayin edilir.

Daha fazla bilgi için literatür item "O" ve "M" ye.bakınız.

c) Yem premikslerinde Microtracer RF - Se - 2 % ve RF - Se - 4 %

Bir premiks % 1 Microtracer içerecek şekilde formüle edilmiş ise bunun anlamı premikse 1000 ppm tracer demir parçacığı ilave edilmiş demektir.

Yemlerde demir parçacıklarının "noise" seviyesi ortalama 20-150 ppm'dir. Böylesi bir premiks için demir parçacıkları premiks numunesinde ayrılır. Ve premikse eklenen selenyumun tam (doğru) bir ölçüsünü elde etmek üzere tartılır.

Premiks numunesi Rotary dedektörden 2 defa geçirilir, manyetik malzeme döner manyet üzerindeki filtre kağıdında tutulur. Bu malzeme 30 ml'lik ölçü kabına aktarılır. Ölçü kabı geniş düz bir manyet üzerinde sıkıca tutulur ve ölçü kabına doğru hafifçe üflenir. Manyetik malzeme tartılır ve selenyum içeriği hesaplanır.

Daha fazla bilgi için Literatür item "D" ve "DD"ye bakınız.

Eğer premiks numunesi taze ise RF - Se - 2 % ve RF - Se - 4 % kimyasal olarak ta analiz edilebilir.

ITEM "O"

MICROTRACERS F'NİN KANTİTATİF TAYİNİ (DEMANYETİZE PARÇACIKLARIN SAYIMI)

GİRİŞ

Microtracer F (renkli uniform demir parçacıkları) hayvan ve kanatlı yemlerinde vitaminler, mineraller ve ilaçların varlığını belirleme amacıyla kullanılan, kolayca geri kazanılabilir zararsız maddelerdir. Ayrıca yemin karışımının kalitesini ölçmeye ve yem üretim ekipmanlarında yem taşınması olup olmadığını ve miktarını da belirlemek amacıyla kullanılır. Microtracer literatüründe" item L "de tanımlanmışlardır.

Çoğu zaman müşteri Microtracer ile kalitatif bilgiye ihtiyaç duyar. Kantitatif bilgi özellikle karıştırmayı değerlendirmek için gereklidir. Burada Microtracer F analizlerinden iyi bir kantitatif bilgi elde edilmesi anlatılmaktadır.

YÖNTEM

A- Gerekli Malzemeler

1. Microtracer Rotary Dedektör
2. Demanyetizer (bulk tape eraser)
3. Elektrikli ısıtıcı ya da fırın
4. Yem peletlerini öğütmek için kahve değirmeni
5. 30 ml. analitik ölçek
6. Alüminyum folyo
7. Küçük bir fırça ya da eşdeğeri
8. 7 cm çapında merkezinde 1/8" delik bulunan filtre kağıdı ve yine 15 ya da 24 cm çapında benzer filtre kağıdı (Wattmen No.1)
9. Kağıt havlu
10. 500 ml. beher ve damlalık
11. Su ve butanol, bazı yemler ve tracer için DMSO (Dimetil sülfoksit)

PROSEDÜR

1. Tartılmış yem numunesi Rotary Dedektör'ün üzerine dökülür. Tracerin tamamen geri kazanılmasını sağlamak için numune cihazdan iki kez geçirilebilir. Yaklaşık olarak tracerin %98'i ilk geçirme sırasında geri kazanılacaktır, ikinci geçirmede ise geri kazanım hemen hemen % 100'e ulaşır. Analiz edilecek numunenin ağırlığı arzu edilen tracer parçacık numunesini elde etmek için tayin edilir. Eğer Microtracer parçacıklarının % 100'ü bulunmak isteniyorsa ve 1 ton yeme 50 gr tracer kullanılmış ise 75 gr yemin analiz edilmesi gerekir.(1 gr tracer'daki 25.000 parçacık 50gr ile çarpılır, 2000'e bölünür ve yine 75/455 grama bölünür. Sonuç= 103). Analizin başlangıcında peletler mutlaka öğütülmelidir. (Rotary dedektörün uygun çalıştırılması için item N'ye bakınız).

2. Rotary dedektör yardımıyla yem numunesinden ayrılmış manyetik malzeme alınır ve 30 ml'lik analitik kaba konur. Tracerlar Rotary dedektöre konmaz.
3. Analitik ölçeği direk bulk tape eraserin üzerinde tutarak demir parçacıkları demanyetize edilir, bulk tape eraser açık pozisyona getirilir. Analitik ölçek yavaş bir şekilde eraser'dan 60 ya da 90 cm. uzaklığa kaldırılır, eraser kapatılır. Şimdi Rotary dedektörde ayrılan manyetik malzeme demanyetize olmuştur ve kolayca akar.
4. 15-24 cm çapında Wattmen No1 filtre kağıdı arzu edilen tracer geliştirme çözeltisi ile ıslatılır. Çoğu yem için bu çözelti % 60'lık etanol çözeltisidir. Öğütülmüş yemler için filtre kağıdı uniform olarak ıslatılmalıdır ancak çok fazla ıslatılmamalıdır. Kesinlikle su damlacıkları olmamalıdır. Pelet halindeki yemler için filtre kağıdı öğütülmüş yemlere göre daha fazla ıslak olmalıdır ancak filtre üzerinde yine su damlacıkları bulunmamalıdır.
5. ıslatılmış kağıdın üzerine analitik ölçekteki manyetik malzeme püskürtülmelidir. Böylece malzeme kağıt üzerinde dağıtılmış olur. **BU İŞLEM ANALİZİN EN ZOR BÖLÜMÜDÜR.** Filtre kağıdının üzerinde analitik ölçeği dairesel olarak hareket ettirerek malzemenin iyi bir dağılımı elde edilebilir, dairesel hareket yapılırken analitik ölçeğin burun açısı analitik ölçekten kağıdın üzerine tracer düşmeye devam ettikçe yavaşça artırılır. Analitik ölçeğe parmakla hafif dokunmak da yardımcı olur. Bu dokunma analitik ölçekten kağıda manyetik malzemenin dökülmesine yardım eder.
6. Renk görünür görünmez 150 °C'ye kadar önceden ısıtılmış plaka yada fırına filtre kağıdı transfer edilir. Kağıt kurutulur. Eğer filtre kağıdı çok ıslaksa tracer tanecikleri dağılarak birbirine karışır ve doğru sayım imkansız hale gelir. Bu örnekte 75 gr diğer bir alt numune alınır tracer tayini tekrarlanır. Filtre kağıdı yeterince ıslak değilse veya filtre kağıdı üzerinde bir yere çok fazla tracer damlamışsa başlangıçtaki sonuçlar ihmal edilir ve analiz tekrarlanır.
7. Kağıt kuru ise tanımlama için işaretlenir. Zaman uygun olduğunda bütün renkli tanecikler daire içerisine alınarak sayılır. İkinci rengin bütün taneciklerinin yanına işaret konularak sayılır. Sıklıkla en iyi sayma yöntemi kağıdın tek bir tarafında iki rengin sayılması, üçüncü rengin ise arka yüzünden sayılmasıdır.
8. Testin sonuçlarını yorumlamak için Poisson istatistiği ve Chi - squared hesaplaması kullanılır. Microtracer Literatürü item P'ye bakınız.

PROBLEM

Dünyanın yıllık yem üretim kapasitesi 300 milyon tonun üzerindedir. Yem üreticileri, ideal karışımı elde edebilmek için karıştırmanın süresini gereğinden fazla uzatabilmektedir. Bu durum da işgücü, enerji ve ekonomik kayıplara neden olmaktadır. Ayrıca aşırı karıştırma vitamin ve ilaçların aktivitelerinin düşmesine de neden olabilir.

Karıştırma işleminin tam olmaması durumunda, karışımın içerisindeki mikroingredientler bazı bölümlerde gereğinden az ya da çok bulunabilir. Bu değişkenlik de kullanıcılara büyük ekonomik kayıplar verdirebilir ve yasal oranların üzerinde ilaç birikimine yol açabilir.

Bu yüzden mikser içeriğinin periyodik olarak test edilmesi ekonomik ve etik açılarından gereklidir.

KARŞILAŞTIRMALI YÖNTEMLER

Yem üreticileri sıklıkla karıştırma ekipmanlarının (mikser) içeriğini normalde yemlerinde bulunan bir ya da daha fazla besin (nutrient) veya ilaç analizi yaparak kontrol ederler. Ya da bu kontrolü özellikle test için ilave edilmiş **Microtracers** kullanarak yaparlar. Gerçekte bir besin testi yapıldığında, üretici bu besini karıştırma kalitesinin değerlendirildiği bir iz amacıyla kullanır.

Yem üreticileri genellikle aşağıdaki testleri yaparlar :

1. Fazla miktarda kullanılan besinler (yani protein, nem, yağ)
2. Tuz
3. Elementler (Kalsiyum, Mangan, Çinko vb)
4. Vitaminler ya da ilaçlar
5. Microtracers

Bu testler içinde ilaç ve **Microtracers** yüzde tayini haricinde diğerlerinin sonuçları, yeme katılan besinlerin birden çok kaynaktan temin edilmesi nedeniyle oluşan karmaşanın sonucu olarak karıştırılabilir.

Eğer çoğu yem katkısı, belirli seviyede protein (ya da tuz) içeriyorsa o zaman yem için iyi bir karışma olmamasına karşın karışmış gibi görünebilir.

Analiz sonuçları belki yetersiz analitik yöntem nedeniyle daha çok karıştırılabilir.(Örneğin ilaç yüzdesinde olduğu gibi). Bir analiz yöntemi \pm % 30'dan daha güvenilir bir sonuç vermezse, bu yöntemi mükemmel bir karıştırmanın ince ayarı olarak kullanmak oldukça zordur.

Bu olumsuzluklara karşın **Microtracers**, karıştırma testi yapmak için mükemmel bir mekanizma (yöntem) önermektedir. **Microtracers** testi aşağıdaki avantajları sağlar :

1. **Microtracers** analizlerinde çok küçük analitik hata payı vardır.
2. Besleyici temini nedeniyle oluşan karmaşa sonuçları etkilemez.
3. Analiz maliyeti çok düşüktür ve çok farklı tracer aynı yöntemle test edilebilir. Bu ise hem değişik karıştırma zamanı hem de az miktarda yeme katılan maddelerin nereden katılacağı konusunun değerlendirilmesine izin verir.
4. Test spot bazda yapılabilir. Sonuçların hızlı değerlendirilme imkanı sonucu aynı günde daha fazla test yapılması mümkündür.

MİKSER İÇERİĞİNİN TEST EDİLMESİ

Herhangi bir mikser testinde cevaplandırılması gereken 4 problem mevcuttur :

1. Tracer eklenmesi (nerede, ne zaman, ne kadar, ön karıştırma gerekip gerekmediği, daha fazla sayıda tracer kullanımı vs)
2. Karışımından numune alınması (nereden, ne zaman, ne kadar, kaç numune)
3. Numunenin analizi (analiz metodu, ne kadar, analiz tekrar zamanı)
4. Sonuçların değerlendirilmesi.

Bu problemler bir mikser analizinde genellikle ortaya çıkar. Bu problemlerin çözümünde **Microtracers** ya da bazı diğer prosedürleri kullanabilir. Bu yazının sonraki bölümlerinde bu problemler, özellikle **Microtracers** kullanımı konusu tartışılacaktır.

TRACER İLAVESİ

Her mikser testinin kendine özgü koşulları vardır. Esas amaç testteki sorunların üstesinden gelmektir. Tracer'ın nasıl ilave edileceği aşağıda belirtilmektedir :

1. **Microtracers F** (Renklendirilmiş demir tozu parçacıkları) genellikle 1 ton karışıma 50 gr. ilave edilebilir.
2. Bu tracer öncelikle 1/2 kg'lık bir kapta ön karışıma tabi tutulmalıdır. (Örneğin öğütülmüş mısır, tuz vs kullanılabilir).
3. Tracer karışıma vitamin veya ilaçların elle ilave edildiği yerde aynı zamanda ve birlikte ilave edilebilir. Alternatif olarak, tracer vitamin premiksi içerisinde bilgisayar destekli besleme sistemi ile de yeme karıştırılabilir.
4. İlk tracer'dan 1 dakika sonra ikinci tracer test edilecek şarja aynı yerden ya da ikinci bir yerden de ilave edilebilir. Bu işlem aynı testten ikinci bir bilgi alma imkanı verecektir.

YEM ŞARJINDAN NUMUNE ALINMASI

1. İdeal olan, karıştırma esnasında belirli aralıklarla anlık ya da karıştırmanın tamamlanmasından sonra numune alınmasıdır.
2. Numune miktarı minimum 250 gr. olmalıdır. Numune anlık olmalı kompozit numune alınmamalıdır. Kompozit numune karıştırma hakkında hiç bir bilgi vermez.
3. Eğer mikserden numune alınamaz ise, o zaman üretim sisteminde numuneyi mikserde en yakın noktadan almak gerekir. En uygun yer vidalı konveyördür.
4. Mikserden numune alınabiliyorsa numune her iki uç ve orta olmak üzere mikserin 3 noktasından alınmalıdır. Eğer numune boşaltma noktasındaki konveyörden alınıyorsa en az 5, tercihen 10 belirli aralıktan alınmalıdır.
5. Bir sonraki yem şarjından, şarjdan şarja tracer taşınmasının tayin edilmesi amacıyla numune almak düşünülebilir.

MICROTRACERS ANALİZİ

Microtracers dokümanları "L" (Microtracers F ile kalite güvence), "N"(Microtracers döner dedektör) ve "O" (Microtracers F kantitatif prosedür) olarak isimlendirilmiştir.

Microtracers F, (renklendirilmiş, uniform olarak ölçülendirilmiş demir parçacıkları) şarjdan manyetik separatör (Rotary dedektör) kullanılarak alınan her numuneden (yaklaşık 75 gram) ayrılan alt numunedir. Bu tanecikler bir tartı kabına alınır, kaba (bulk tape eraser) bant silgi kullanılarak manyetiği bozulur ve sonra % 60 etanol çözeltisi ile ıslatılmış geniş filtre kağıdına (örneğin 15-24 cm) püskürtülür. Parçacıklar gelişmeye başladığında filtre kağıdı ön ısıtmaya tabi tutulmuş sıcak bir levha üzerine, sonra da fırına konur ve kurutulur. Filtre kağıdı kuruduğunda, tanımlama için işaretleme yapılır. Toplam sayı not edilmek suretiyle bir rengin parçacıkları sayılır ve sonra yine toplam not edilerek eğer kullanılmışsa ikinci renk parçacıkları da sayılır.

MICROTRACERS SONUÇLARININ YORUMLANMASI

Microtracers mikser testinin sonuçları Chi-squared hesap yöntemi ve tablosu ile ilişkilendirilmiş Poisson istatistik yöntemi kullanılarak değerlendirilebilir. Eğer karışım "tamam" ya da "mükemmel" ise **Microtracers** sayımı Poisson istatistik dağılımının değişik karakteristiklerini sergileyebilir. Eğer Microtracers sayımı Poisson dağılımından beklenenden farklı ise, karıştırma tamamlanmamıştır.

CHI-SQUARED HESABININ KULLANIMI

Chi - squared hesaplanması poisson dağılımından türetilmiştir ve **Microtracers** sayımını karışımın iyi yapılıp yapılmadığının ispatı anlamında değerlendirmek için kullanılır.

Microtracers sayımı ($X_1, X_2, X_3...$) Yem numunesi (n) numarasından tayin edilir. Ortalama sayı hesaplanır (X).

Her sayım (X_1) ve ortalama (X) arasındaki fark alınır, her farkın karesi bulunur ve bütün farkların karesinin toplamını elde etmek için farkların karesi toplanır.

Farkların karelerinin toplamı Chi-squared değerini elde etmek için ortalama değer (X)'e bölünür. Sonra Chi-squared olasılık tablosuna (tablo A) bakılır. Bağımsız eleman numarası yerleştirilir (üst yatay kolon) ve karşılık gelen chi-squared değeri (sol yandaki dikey kolon) bulunur.

Yatay ve dikey kolonun kesişmesi olasılığı (probability) verir. Bu değer tesadüfen mükemmel bir Poisson karışımının üst değeri olarak testte bulunabilecek Chi-squared değerinin ihtimalidir.

Eğer mükemmel bir karışım testinden elde edilen veri tesadüfen 100 testte 5'ten fazla bulunursa (ihtimal 0.05'ten fazla) bu veri mükemmel bir karışımın tipik bir değeridir.

Eğer mükemmel bir karışım testinden elde edilen veri tesadüfen 100 testte 1-5 arasında ise (ihtimal 0.05 - 0.01 arasında) bu verinin mükemmel karışımdan "muhtemel belirgin sapma" değişkeni sergilediği kabul edilir.

Eğer mükemmel bir karışımdan yapılan testte elde edilen veri tesadüfen 100 testte 1'den az ise (ihtimal 0.01'den az) yemin karıştırılma işlemi tamamlanmamış demektir.

Tablo B çok sayıda yapılmış mikser testinden elde edilen değerleri göstermektedir.

TABLO B

AÇIKLAYICI CHI-SQUARED HESAPLAMALARI

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
1	85	100	15	225
2	105	100	5	25
3	95	100	5	25
4	115	100	15	225
5	100	100	0	0
Ortalama		100	Toplam	500

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squared'daki karşılığı bulunur.

$$500 / 100 = 5$$

Mükemmel karışım ihtimali 5'in üzerindeki Chi Squared değerini verir.

$$\text{Tablo A'ya göre } n=5-2=3 = 0,172$$

Sonuç: Bu testin sonucu tipik bir mükemmel karışımı gösterir.

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
1	85	100	15	225
2	65	100	35	1225
3	115	100	15	225
4	135	100	35	1225
5	100	100	0	0
Ortalama		100	Toplam	2900

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squared'daki karşılığı bulunur.

$$2.900 / 100 = 29$$

Mükemmel karışım ihtimali 29'un üzerindeki Chi Squared değerini verir.

$$\text{Tablo A'dan } n=5-2=3 = **$$

Sonuç: Bu testin sonucu tipik bir tamamlanmamış karışımı gösterir.

FİİLİ YEM FABRİKASI TESTLERİNDEN AÇIKLAYICI VERİLER

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
kuzey	50-kırmızı	95	45	2025
orta	96	95	1	1
güney	139	95	44	1936
Ortalama		95	Toplam	3062

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squared'daki karşılığı bulunur.= 32,23
Mükemmel karışım ihtimali 20'nin üzerindeki Chi Squared değerini verir.

Tablo A'dan $n=3-2=1 = **$ (0,0005'den daha az)

Sonuç: Bu karışım tamamlanmamıştır. İlaveten güney tarafın sonuna ilave edilen kırmızı tracer'in karşı taraftaki sayısının çok az olması karışımın tamamlanmadığını gösterir.

Numune	Bulunan Sayım	Sayılan Ortalama	Fark	Farkın Karesi
kuzey	201-Mavi	133	68	4624
orta	132	133	1	1
güney	65	133	68	4624
Ortalama		133	Toplam	9229

Farkın karesi toplamı ortalamaya bölünür Chi-Squared'daki karşılığı bulunur.= 69,8
Mükemmel karışım ihtimali 35'in üzerindeki Chi Squared değerini verir.

Tablo A'dan $n=3-2=1 = **$ (0,0005'den daha az)

Sonuç: Bu karışım tamamlanmamıştır. İlaveten güney tarafın sonuna ilave edilen mavi tracer'in karşı taraftaki sayısının çok az olması karışımın tamamlanmadığını gösterir.

DEĞİŞİMİN TEORİK KATSAYISI İLE BULUNAN DEĞERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

Poısson dağılımının anahtar sonucu, bir karışımın mükemmel sayma serilerinin standart sapmasının ortalama sayımın kareköküne eşit olduğu durumdur.

Şayet bir mikser testinde ortalama sayma 100 ise, sayma serilerinin standart sapması 10 olmalı ve verinin değişim katsayısı % 10 olmalıdır (değişimin katsayısı standart sapmanın ortalamaya bölünmesi ile elde edilir).

Microtracers mikser testi tamamlandığında bulunan (ölçülen) değişim katsayısı tayin edilebilir ve bu değer mükemmel bir karışımından elde edilen teorik değer ile kıyaslanabilir. Ölçülen değer teorik değerden büyükse, bu tamamlanmamış karışımın ekonomik kaybının miktarının bir ölçüsünü verir. Örneğin ölçülen değişim katsayısı % 20 ise, teorik değer % 10 olmalıdır. Bu durumda tamamlanmamış karışım nedeniyle mikroingredientlerin kayıp değerinin % 10 olduğu tartışılabilir.

YEM VE PREMİKS FABRİKALARINDA, İLAÇ KATKILI YEMLERİN ÇAPRAZ KİRLENMESİNİN BELİRLENMESİNDE, MICROTRACER F RENKLİ DEMİR TOZLARI KULLANIMI

Avrupa Birliği, yem fabrikalarından, yemlerine ilaç amaçlı madde karıştırıp karıştırmadıklarını fabrikanın faaliyet gösterdiği ülkenin yetkili makamlarına onaylatmasını istemektedir. Ayrıca, yem ve premiks fabrikalarında kirlenmenin kontrolüne ve karıştırma operasyonlarının yeterliliğinin geçerli olduğuna dair belge istemektedir.

İlaç katkı olmayan yemlerin ilaç katkı olanlar ile kirlenmesi konusu yenidir. 1976 yılında US-FDA, hem Hayvan Sağlığı Enstitüsünden (AHI) hem de Amerikan Yem Endüstrisi Birliğinden (AFIA) (daha sonra Amerikan Yem Üreticileri birliği oldu) yem endüstrisi açısından kabul edilebilir bir etki seviyesi önermesini istemiştir. Bu seviye, ilaç katkı olmayan yem ve premikslerde kabul edilebilecek maksimum bir düzey ya da alternatif olarak FDA'yi harekete geçirecek minimum değer olabilirdi. AHI ve AFIA uyulacak birtakım önerilerde bulundu ancak konu ile ilgili olarak FDA'nın yetkili olmasına karşı çıktı. Bu karşı çıkışın nedeni muhtemel olarak konuların karmaşık olmasıydı. 25 yıldan daha uzun bir süredir bir kirlenme etki seviyesi bulunmuyordu ve muhtemelen bir süre daha olmayacaktı.

İlaç katkı olmayan yemlere ilaçların çapraz bulaşmasını en aza indirmek neden önemlidir? Bu tür kalıntılar yüksek seviyelerde (yani formülde bulunan seviyenin % 20'si) zehirli olabilir. Örneğin Nicarbasin damızlık yemlerinde, Salinomycin yetişkin hindi yemlerinde, Monensin at yemlerinde gibi. Düşük seviyelerdeki bu tür kalıntılar tedavi edilmiş hayvanların, kanatlıların ve deniz ürünlerinin hücrelerinde ilaçların yasal olmayan kalıntı düzeyine yükselmesine neden olur. Geçmişte domuzlarda Sulfamethazine ile yaşanan problem ve günümüzde Chloroamphenicol problemi buna örnek olabilir. Buna ilişkin bir endişe de geniş getiren hayvan kökenli yemlerden dolayı BSE (deli dana hastalığı) hastalığına yol açma konusu olacaktır.

Yem endüstrisinde çapraz bulaşmanın en aza indirilmesi konusunda tasarlanan üretim prosedürlerini teyit ve kontrol için testler nasıl yapılmaktadır? Bazı üreticiler yemlerinde özel ilaçların testlerini yapmaktadırlar ve bu sonuçları yem fabrikasında kullanılan tüm ilaçlara uygulanacak prosedürleri düzenlemede kullanmaktadırlar.

Çoğu ilaç tahlili kırmızı ette ve kanatlı etlerinde kalıntının tayininde doğru ve kesin sonuç verir, bunlar çalışmak için göreceli olarak basit Matrices'lerdir Formüllü yemler, çok düşük seviyelerdeki ilaçların analizini güçleştiren hatta bazı durumlarda imkansız kılacak şekilde etkisi olan birçok yem katkısı içermektedir. İlaç katkısı olmayan yemlerde ilaçların çapraz bulaşması analizini yapmak, ilaç katkı yemlerde yada daha doğrusu premikslerde yüksek düzeyde ilaç formülde yer aldığı ve bağıl olarak düşük düzeylerde iyi bir tahlil olduğu zaman mümkündür.

Diğer bir test yaklaşımı da, ilaç katkı yem yada premikse tespiti kolay sıklıkta, renklendirilmiş demir tozu parçacıkları(Microtracer F) karıştırmaktır. Bu parçacıkların tayini ilaçtan daha kolaydır. Halihazırda, bu yaklaşım özellikle Avrupa'da Hollanda Araştırma Enstitüsü (TNO), Fransız Araştırma Enstitüsü (Tecaliman) ve diğerleri tarafından aktif olarak araştırılmaktadır.

Micro-Tracer sistemiyle bir yem-premiks tesisinde %2,5 Coccior içeren Amprolium premiksini çapraz bulaşma çalışması ve sonuçları şöyledir :

İlaç katkılı premikse Microtracer F demir tozu parçacığı formülasyonu:

Bir gramında 25.000 adet parçacık içeren biri kırmızı renkli (partikül çapı 150-300 mikron) diğeri mavi renkli (partikül çapı 50-150 mikron) iki tür demir parçacığı (tracer) 2 tonluk %2,5 Coccicor içeren Amprolium premiksine 1 tona 1 kg olacak şekilde karıştırılır.

Numune alma:

İlaç katkılı ve Microtracer F eklenmiş premiksten, daha sonra da takip eden ve Microtracer F demir tozu parçacığı ile ilaç katkısı içermediği düşünölen premikslerin (peletlenmiş) 3 şarjından ayrı ayrı numune alınır.

% 2,5 Coccicor içeren Amprolium premiksinden; mikserden, konveyörden, elevatörden, soğutucudan ve paketlemeden olmak üzere toplam 5 noktadan numune alınır.

Takip eden 3 şarj premiksten; mikserden, konveyörden, elevatörden olmak üzere 3 farklı noktadan olmak üzere beşer numune alınır. (Toplam 45 numune).

Ayrıca soğutucu ve paketleme noktalarından da beşer numune alınır.(Toplam 10 numune)

5 adedi %2,5 cocicor içeren Amprilium premiksi ve kalanı (55) takip eden ve ilaç katkılı olmayan premiksler şarjlarından olmak üzere toplam 60 numune toplanmalıdır.

Numunelerin Analiz Edilmesi :

Tüm numuneler hem kırmızı renkli hemde mavi renkli Microtracer F demir tozu parçacıkları açısından analiz edilir. Demir tozu parçacıkları (tracer) özel döner bir manyeti bulunan Rotary Dedector'den geçirilerek premiksten ayrılır.

Bu işlemden sonra kırmızı renkli demir tozu parçacıkları demanyetize edilerek geniş ve %50 etanol-%50 amonyumhidroksit karışımı ile ıslatılmış bir filtre kağıdı üzerine serpilir; kağıt kurutulur ve kırmızı renkli noktalar sayılır. Mavi noktalar dağıldığı için sayılamaz. İkinci numune de ayrıca analiz edilir. Rotary Dedector yardımıyla premiksten ayrılan manyetize demir tozu parçacıkları filtre kağıdına serpilip renk vermek yerine, % 1' lik sodyumkarbonat çözeltisi içeren bir santrifüj tüpüne alınır. 10 dakika boyunca tüp bir otomatik sallayıcıda sallanır ve iki renk spektrofotometrede okunur.

Demir tozu parçacıkları metodunun hassasiyetini maksimum yapabilmek için, 4 gram % 2,5 Coccicor içeren Amprilium premiksi, 200 gramlık ilaç katkısı olmayan premiks numunesi ile birlikte analiz edilir.

Sekiz numunede kimyasal olarak Amprilium analizi yapılır. Bu numuneler tracer analizi yapıldıktan sonra seçilir. Numuneler rastgele seçilmezler ancak ilginç sonuçlar ortaya çıkabilir. (Tablo 1)

TABLO 1

TRACER SONUÇLARI

NUMUNE	ANALİZ EDİLEN MİKTAR (gr)	KIRMIZI RENK ABSORBANSI		MAVİ RENK ABSORANSI
Coccicor Mikser Numunesi	4	121	0,280	0,415
Coccicor mikser, konve yör,elevatör, pellet soğu tucu ve pellet paketleme den gelen numunelerin ortalaması	4	100	0,229	0,305
Şarj 1				
Mikser, 5 numunenin ortalaması	200	21	0,062	0,091
Mikser numune 1	200	20	0,075	0,0110
Konveyör 5 numunenin ortalaması	200	395	0,59	0,675
Konveyör numune 1	200	985	2,67**	1,8**
Elevatör 5 numunenin ortalaması	200	144	0,381	0,380
Elevatör numune 1	200	173	0,468	0,450
Şarj 2				
Mikser, 5 numunenin ortalaması	200	0,4	Eser	Eser
Mikser numune 1	200	1	Eser	0,005
Konveyör 5 numunenin ortalaması	200	47,4	0,105	0,143
Konveyör numune 1	200	104	0,212	0,255
Elevatör 5 numunenin ortalaması	200	37	0,083	0,081
Elevatör numune 1	200	24	0,090	0,120
Şarj 3				
Mikser, 5 numunenin ortalaması	200	1,2	Eser	0,008
Mikser numune 1	200	0	Eser	Eser
Konveyör 5 numunenin ortalaması	200	19,4	0,037	0,058
Konveyör numune 1	200	59	0,122	0,220
Elevatör 5 numunenin ortalaması	200	5,8	Eser	0,009
Elevatör numune 1	200	7	Eser	0,008
Birleştirilmiş 1,2 ve 3'üncü lotlar (peletler)				
Soğutucu 5 numunenin ortalaması	200	36,6	0,065	0,045
Soğutucu numune 1	200	35	0,060	0,031
Paketleme 5 numunenin ortalaması	200	50,8	0,059	0,045
Paketleme numune 1	200	105	0,100	0,058

% 2,5 Coccicor içeren Amprilium premiksinden alınan numunelerden tracer geri kazanımı saf tracer analizi ile karşılaştırıldığında aşağıdaki gibidir.

	Kırmızı parçacık	Sayılan parçacık	Mavi parçacık
Mikser	% 110	% 90	% 109
Konveyör	% 93	% 68	% 84
Elevatör	% 77	% 45	% 65
Soğutucu (pelet)	% 89	% 90	% 69
Paketleme (pelet)	% 84	% 76	% 73

İlaç katkılı premiks mikser numunesi analiz edildiğinde % 2,02 Coccicor bulunmuştur. İlacın geri kazanım oranı analizle % 80'dir. Paketleme numunesinde bulunan sonuçlar ise sırasıyla % 1,79 ve % 72' dir. % 2,5 Coccicor içeren Amprilium premiksini çapraz bulaşması aşağıdaki şekildedir.

		Kırmızı parçacık sayısı	Kırmızı parçacık renk analizi	Mavi parçacık renk analizi
Şarj 1	Mikser	% 0,38	% 0,40	% 0,48
	Konveyör	% 7,2	% 3,8	%3,6
	Konveyör numune1	%17,9	% 17,2	% 9,5
	Elevatör	% 2,6	% 2,5	% 2,0
Şarj 2	Mikser	% 0,01	Eser	Eser
	Konveyör	% 0,86	% 0,68	% 0,75
	Konveyör numune1	% 1,89	% 1,37	% 1,34
	Elevatör	% 0,67	%0,53	%0,43
Şarj 3	Mikser	% 0,02	Eser	Eser
	Konveyör	% 0,35	% 0,24	% 0,3
	Elevatör	% 0,11	% Eser	Eser
Birleştirilmiş numune 1,2 ve 3	Soğutucu	% 0,67	% 0,42	% 0,24
	Soğutucu numune 1	% 0,64	% 0,38	% 0,24
	Paketleme	% 0,92	% 0,38	% 0,24
	Paketleme numune 1	% 1,9	% 0,65	% 0,30

Yaratılan kimyasal analiz verileri bugün itibarıyla oldukça sınırlıdır ve bu numuneler için tracer tahmini aşağıdaki şekildedir.

NUMUNE	Kimyasal Analizi (ppm)	Kırmızı Tracer (ppm)		Mavi Tracer (ppm)
COCCICOR		Sayı	Renk	Renk
Mikser Numunesi (25.000 ppm)	20,200	27,500	22,500	27,300
COCCICOR-Paketleme Pelet	17,900	20,900	22,500	17,000
Şarj 1				
1. Mikser numunesi	370	90	120	140
1. Konveyör numunesi	4,170	4,470	4,380	2,360
1. Elevatör numunesi	730	790	760	590
Şarj 2				
1. Mikser numunesi	150	Eser	Eser	Eser
1. Konveyör numunesi	660	470	340	340
2. Konveyör numunesi	170	130	160	290

Numune Hesaplamaları :

1. Kırmızı Renkli Microtracer F Demir Tozu Parçacıkları: Tanecik sayısı :

Tracer şartnamesinde 1 gram demir tozu parçacığı 25,000 adet içermektedir. Her bir 2 tonluk % 2,5 Coccicor içeren Amprolium premiks şarjın 2000 lbs'si başına 1 kg tracer uygulanmıştır. Premiksin 2000 Lbs'si başına eklenen demir parçacık sayısı:

$$25,000 * 1,000 \text{ gram} = 25,000,000 \text{ adet.}$$

$$4 \text{ gram premiks numunesinde bulunan parçacık sayısı: } 25,000,000 * 4 / (2000 * 454 \text{ gram}) = 110 \text{ parçacık.}$$

Mikserden alınan 4 gram numunede sayılan parçacık sayısı: 121 adet

Tahmin edilen tracer kazancı: formüle konulanın % 110' udur.

Tahmin edilen Amprolium: % 110*25,000 ppm, premiks spesifikasyonu = 27,500 ppm.
(Tracer tahmini daha çok numunede daha çok partikül sayarak daha doğru yapılabilir.)

2. Tanecikli kırmızı Microtracer F demir tozu parçacıkları :

Renk okuma :

15 ml % 1 lik sodyumkarbonat çözeltisiyle seyreltilen 0.0044 gram tracerin(4 gram Coccicor premiksine eklenen tracer miktarı) absorbanı=00,309

Coccicor premiksini 4 gramlık mikser numunesi absorbanı: 0,280

Tahmini tracer geri kazanımı:% 90,3

Tahmini Amprolium: % 90,3*25,000ppm = 22,500 ppm

200 gramlık 1.şarj 1. Konveyör numunesinden geri kazanılan tracer (100 ml % 7'lik sodyumkarbonat çözeltisinde çözünen)absorbansı =0,400.

Bu absorbans 15 ml.lik seyreltmeye ayarlandığında = $(0,400*6,67*4)/200 = 0,54$

Tahmini tracer kazancı: % 17,5

Tahmini Amprolium : $25,000pp*%17,5= 4,830 ppm.$

Bu sınırlı verilerle elde edilen doğrusal denklem ve korelasyon katsayıları aşağıdaki gibidir.

Kırmızı parçacık sayımı ile kimyasal Amprolium tayini: $Y = 332,7 + 0,767X$; korelasyon katsayısı: 0,996

Kırmızı renke okuma ile kimyasal amprolium tayini: $Y = 229,4 + 0,838X$; korelasyon katsayısı:0,997

Mavi renk okuma ile amprolium tayini: $Y = 754,5 + 0,798X$; korelasyon katsayısı: 0,978

SONUÇ :

1. Bu üç tracer prosedürü, kırmızı parçacık sayımı, kırmızı ve mavi renk okuma, en azından oldukça pahalı kimyasal analizi yapılacak numuneleri elemek amacıyla kullanılabileceğini göstererek, kodlanmış ilaç katkılarının varlığını yansıtan verilere ulaştırdı.
2. Çıkışta son ürünün ortalama tracer sonuçlarına baz edilen ilaç katkılı olmayan yemlere çapraz ilaç bulaşmasının % 1 veya daha az olarak korunduğunu gösterdi. Bu düşük sonuçlar birbirini takip eden üç şarjın karıştırılmasıyla elde edildi. Eğer ilaç katkılı yemi ilk takip eden şarj ayrı olarak alınsaydı paketlenmiş üründe çapraz bulaşma muhtemelen % 2 - 3,5 aralığında olabilecekti.
3. Yem ve premiks fabrikalarında çapraz bulaşmanın test edilmesi fabrikalarda malzeme akışını anlamak açısından önemlidir. Bu durum çapraz bulaşmanın nerede ve ne zaman olduğu gibi anlamlı bilgilere ulaşılmasını ve bu bilgilerle uygun mühendislik çözümlere ulaşılmasını sağlar.
- 4.Çalışılmakta olan ilaç katkılı premikslerin fiziksel özelliklerini bilmek ,örneğin toz halinde olanların granül olanlara göre daha kolay kirleneceği gibi, ayrıca önem taşımaktadır. Bu çalışmada fiziksel özellikler dikkate alınmamıştır.
5. Kirlenme genellikle üretimi takip eden ilk numunede oluşmaktadır. Bu ayrıca üretim tesisinde üretim akış hızını da artırabilecektir ki böylece en yüksek kirlenme konveyörü terk eden numuneler alınması durumunda olacaktır.
6. Sürpriz bir şekilde kırmızı parçacıklı tracer peletlenmiş yemde bile kabul edilebilir kolorimetrik sonuçlar vermiştir.
7. Verilerin birbirini etkilemesi tutarlılık gerektirir. Çapraz bulaşma belirlenmiş bir ilaç seviyesi yada ilaç katkılı şarjda kimyasal olarak bulunan miktar ile karşılaştırılmalıdır.
8. 180 tracer sonucu elde etmek için yaklaşık olarak 20 saat süren bu laboratuvar çalışmasının maliyeti 100 USD'den azdır.Çapraz kirlenme prosedürünün yem fabrikasında uygulanmasının maliyeti denemeye değer ; problemleri çözmede kullanılabilecek mühendislik maliyeti açısından ise oldukça düşük görülmektedir.