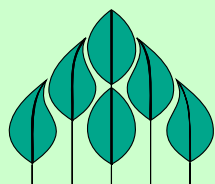


Jaarverslag KDLL 2002

Kwaliteitsreeks nr. 86
Juni 2003

Productschap Diervoeder



Jaarverslag KDLL 2002

Kwaliteitsreeks nr. 86
Juni 2003

Productschap Diervoeder
Stadhoudersplantsoen 12
2517 JL Den Haag
Telefoon 070 – 370 85 03
pdv@hpa.agro.nl
www.pdv.nl

Oplage: 100

INHOUDSOPGAVE

1	INLEIDING	2
2	ORGANISATIE	3
3	ACTIVITEITEN KDLL	4
3.1	Deelnemers	4
3.2	Financiën	5
3.3	Ringonderzoeken	5
3.4	Sterlab-accreditatie	9
4	RESULTATEN RINGONDERZOEKEN	10
4.1	Algemeen	10
4.2	Ringonderzoeken	10
4.2.1	Aflatoxinen en ochratoxine	10
4.2.2	Aminozuren	11
4.2.3	Antinutritieele factoren	11
4.2.4	Chloorpesticiden en PCB's	12
4.2.5	Dierbehandelingsmiddelen - chemische methoden	12
4.2.6	Dierbehandelingsmiddelen - microbiologische methoden	13
4.2.7	DON	13
4.2.8	Fytase-activiteit	14
4.2.9	Mest	14
4.2.10	Microbiologische analyse	14
4.2.11	Microscopisch onderzoek	16
4.2.12	Mineralen en spoorelementen	16
4.2.13	Minerale olie	17
4.2.14	Poly Aromatische Koolwaterstoffen (PAK's)	17
4.2.15	Water- en vetoplosbare vitaminen	18
4.2.16	Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder	18
4.2.17	Weender-analyse	18
4.2.18	Weipoeder in magere melkpoeder	19
4.2.19	Vetkwaliteit	20
5	IN 2002 VERSCHENEN RAPPORTEN VAN DE KDLL	21

1 INLEIDING

Dit jaarverslag biedt een samenvattend overzicht van de activiteiten van de Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria (KDLL) en de "Werkgroep KDLL", over het jaar 2002.

De Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria, door het Productschap Diervoeder ingesteld, is sinds 1988 operationeel.

Hoofdtak van de KDLL is het bevorderen van de kwaliteit van de analytische werkzaamheden op het terrein van de agrarische hulp- en grondstoffen binnen Nederland. Aan deze taak wordt gestalte gegeven door het organiseren van ringonderzoeken en het bevorderen van het gebruik van uniforme testprocedures. Voorts worden desgevraagd laboratoria geadviseerd bepaalde procedures te gebruiken voor het op peil brengen en/of houden van de kwaliteit van hun analytische werkzaamheden.

In 1992 heeft het bestuur van het Productschap Diervoeder besloten tot uitbreiding van de taakstelling van de KDLL met dienstverlening op kostprijsbasis ten behoeve van het valideren van analysemethoden in het kader van normalisatiewerkzaamheden, onder meer door het verzorgen van ringonderzoeken.

2 ORGANISATIE

De praktische uitvoering van de werkzaamheden van de KDLL zijn door het Productschap Diervoeder ondergebracht bij TNO Voeding te Zeist. De begeleiding van de werkzaamheden van de KDLL is in formele zin opgedragen aan de "Commissie Kwaliteitsaangelegenheden Diervoedersector" (CKD). Deze commissie heeft de behartiging van alle analytische aangelegenheden ondergebracht bij de Stuurgroep Analyseaangelegenheden Diervoedersector (SAD), die tevens een samenwerkingsverband met het Nederlands Normalisatie-instituut (NNI) betreffende de normalisatie heeft. Deze stuurgroep heeft een zeer brede taakstelling op het terrein van laboratoriumonderzoek in de diervoedersector. De SAD heeft de begeleiding van de werkzaamheden van de KDLL ondergebracht in een specifieke Werkgroep KDLL. De samenstelling van de Werkgroep KDLL, was per 31 december 2002 als volgt:

Leden	Namens
Dr. L. Vellenga (voorzitter) K.J. van Schalm Dr. R. Margry M. Hoveling Drs. L.H. de Jonge	Productschap Diervoeder Masterlab B.V. CCL-B.V. Labco B.V.
Drs. P.H.U. de Vries	Instituut voor Dierhouderij en Diergezondheid (ID-Lelystad)
Dr. G.H.M. Counotte Drs. J.P. Koorn	Rijkswaardheidsinstituut voor Land- en Tuinbouwproducten (RIKILT) Stichting Gezondheidsdienst voor Dieren Stichting Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek (Blgg-Oosterbeek)
Adviserende leden	Namens
Vacature Ir. M.W.H. den Reijer (secretaris) W. van Leeuwen	Nederlands Normalisatie Instituut TNO Voeding Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria (KDLL)

In het verslagjaar werd afscheid genomen van de heer Kraijema van Labco B.V. Zijn plaats werd ingenomen door de heer Hoveling.

De Werkgroep KDLL kwam in het verslagjaar drie keer in plenaire vergadering bijeen. Daarnaast was er frequent en intensief telefonisch en schriftelijk overleg tussen de leden van de Werkgroep KDLL en de KDLL over de lopende zaken.

De Werkgroep KDLL hield zich in het verslagjaar bezig met de volgende onderwerpen:

- selectie ringonderzoekpakketten;
- selectie monsternormaal voor de ringonderzoeken;
- organisatie en planning van bijeenkomsten van KDLL-deelnemers;
- opstellen en vaststellen begroting en werkplan KDLL 2003;
- accreditatie van het KDLL-ringonderzoek organochloorpesticiden.

3 ACTIVITEITEN KDLL

3.1 Deelnemers

Het aantal deelnemende laboratoria bedroeg in het verslagjaar 94, een toename van 1 ten opzichte van 2001. Het aantal ringonderzoeken waaraan deze laboratoria deelnamen bedroeg 348, een toename van 17 in vergelijking met 2001.

Net als in 2001 bleek de belangstelling voor het ringonderzoek “dierbehandelingsmiddelen-microbiologische methoden” gering. Ondanks deze geringe belangstelling werden twee ringonderzoeken georganiseerd.

Voor het nieuwe ringonderzoek “minerale olie” bleken 9 laboratoria geïnteresseerd. In het verslagjaar werden daarom op advies van de werkgroep KDLL 2 ringonderzoeken georganiseerd.

Bezien over alle ringonderzoeken blijft de deelname redelijk constant. Uitschieters naar boven zijn de ringonderzoeken microbiologische analyse (+4), mineralen en spoorelementen (+5) en PAK's (van 5 naar 8 deelnemers).

De deelnemersaantallen per ringonderzoek waren voor het verslagjaar als volgt:

	Aantal 2001	Mutaties	Aantal 2002
Deelnemers	93	+1	94
Ringonderzoeken	331	+17	348
- Aflatoxinen	22	-2	20
- Amino-zuren	12	-1	11
- Antinutritionele factoren	7	+2	9
- Chloorpesticiden en PCB's	21	0	21
- Dierbehandelingsmiddelen-chemisch	13	0	13
- Dierbehandelingsmiddelen-microbiologisch	4	+1	5
- DON	17	-1	16
- Fytase-activiteit	7	-1	6
- Mest	14	-1	13
- Microbiologische analyse	39	+4	43
- Microscopisch onderzoek	10	+1	11
- Mineralen en spoorelementen	42	+5	47
- Minerale olie	-	+9	9
- PAK's	5	+3	8
- Water- en vetoplosbare vitaminen	11	+1	12
- Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder	14	-1	13
- Weender-analyse	60	-2	58
- Weipoeder in mageremelkpoeder	12	+1	13
- Vetkwaliteit	21	-1	20

3.2 Financiën

Het door de deelnemers gedragen aandeel in de kosten is in vergelijking met 2001 licht gestegen.

De kosten voor de deelnemers bedroegen € 626,-- voor het inschrijfgeld. Voor de ringonderzoeken Weender-analyse, mineralen en spoorelementen, aflatoxinen, mestcomponenten en vetkwaliteit werd € 549,-- in rekening gebracht. De kosten voor de ringonderzoeken aminozuren, chloorpesticiden en pcb's, dierbehandelingsmiddelen (chemisch), microbiologische analyse en vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder bedroegen € 334,--. Voor de overige ringonderzoeken werd € 218,-- in rekening gebracht. Bij deelname aan meer dan een ringonderzoek werd, afhankelijk van het totaal aantal ringonderzoeken waarvoor werd ingeschreven, 10 – 20% korting gegeven.

Voorts werd een belangrijk deel ($\pm 30\%$) bijgedragen uit de algemene middelen van het Productschap Diervoeder.

3.3 Ringonderzoeken

De hoofdtaak van de KDLL in het verslagjaar betrof wederom de organisatie van ringonderzoeken.

Conform de beslissing van de Werkgroep KDLL, de ringonderzoeken te plaatsen in de actuele statistische kaders, is voor een opzet gekozen volgens het zogenaamde "split level" model zoals beschreven in de ISO-norm ISO 5725 (1986) en de AOAC guideline (1975). Dit model is gebaseerd op de gelijktijdige analyse van telkens twee, in geringe mate in samenstelling verschillende, gelijksoortige monsters. Dit model heeft als voordeel dat tegelijkertijd zowel de spreiding binnen de laboratoria (herhaalbaarheid) als de spreiding tussen de laboratoria (reproduceerbaarheid) berekend kan worden.

De doelstelling luidde tot 1994: "De landbouwkundige laboratoria in staat te stellen de kwaliteit van hun analytische werkzaamheden te toetsen, op peil te brengen en/of te houden". Met ingang van 1995 luidt de doelstelling: "Toetsing of een landbouwkundig laboratorium voldoende presteert in vergelijking met vakgenoten".

Dit houdt in feite in dat de KDLL voor een aantal analyses met ingang van 1995 een rol is gaan spelen bij de invoering van "proficiency testing".

Een gevolg is ook dat de opzet van de ringonderzoeken wat is gewijzigd. Voor de desbetreffende analyses wordt, indien mogelijk, voorgeschreven volgens welke methode zij moeten worden uitgevoerd. Voor de statistische verwerking van de resultaten worden vervolgens alleen de analyseresultaten gebruikt die volgens die voorgeschreven methode zijn verkregen. De overige resultaten worden wel in de rapportage opgenomen, voorzien van een code waaruit kan worden opgemaakt waarom zij niet in de berekeningen zijn opgenomen.

In het verslagjaar werden 45 ringonderzoeken georganiseerd. De gegevens worden in onderstaand schema's samengevat:

Ringonderzoek	Maand	Onderzochte producten
Aflatoxinen	2, 8	Rundveebrok, kokos- en grondnotenschroot
Aminozuren	2, 8	Mageremelkpoeder, premix, sojaschroot
Antinutritionele factoren	3, 9	Getoaste en rauwe sojabonen, raapzaad- en sojaschroot
Chloorpesticiden en pcb's	2, 10	Frituur- en destructieviet, soja- en visolie, standaardoplossing
Dierbehandelingsmiddelen (chemisch)	2, 8	Premix, konijnen-, varkens- en kalkoenvoer
Dierbehandelingsmiddelen (microbiologisch)	4, 10	Premix, varkensvoer en biggenopfokkorrel
DON	5, 11	Maïsmeeel, tarwe
Fytase-activiteit	4, 10	Concentraat, premix, slachtkuiken- en varkensvoer, voormengsel
Mest	2, 6, 10	Varkens-, runder-, kalver- en zeugenmest
Microbiologische analyse	3, 9	Petfood, vis- en legmeel, sojabonen, Salmonella capsules
Microscopisch onderzoek	5, 11	Vleesstierenbrok + diermeel, vismeel + diermeel, vleesstierenbrok + vismeel + diermeel, zeugenbrokdracht + vismeel + diermeel, zeugenbrokdracht en vleesstierenbrok voor labelcontrole
Mineralen en spoorelementen	2, 6, 10	Grassilage, leghennen- en hondenvoer, premix, biggenopfokkorrel, mageremelkpoeder
Minerale olie	6, 12	Soja- en zonnebloemolie, vetzurenmengsel
PAK's	5, 11	Frituur- en destructieviet, zonnebloem- en sojaolie
Water- en vetoplosbare vitaminen	4, 9	Kattenvoer, premix, kalvermelk
Vocht, vet, eiwit in magere-melkpoeder	1, 3, 5, 7, 9, 11	Mageremelkpoeder
Weender-analyse	3, 7, 11	Maïssilage, rundveebrok, zonnebloemzaaden en sojaschroot, slachtkuiken-, honden- en varkensvoer, vleesmeel, bietenpulp en mageremelkpoeder
Weipoeder in magere-melkpoeder	4, 10	Mageremelk- en karnemelkpoeder
Vetkwaliteit	3, 9	Deconstructieviet, raapolie, slachtkuiken- en varkensvoer

Ringonderzoek	Onderzochte parameters
Aflatoxinen	Aflatoxine, ochratoxine
Aminozuren	Aminozuurpatroon, vocht en stikstof
Antinutritionele factoren	Urease- en trypsineremmersactiviteit, totaal glycosinolaten en eiwitoplosbaarheidsindex
Chloorpesticiden en pcb's	7 pcb's, 9 organochloorpesticiden
Dierbehandelingsmiddelen (chemisch)	Robenidine, salinomycine, maduramycine
Dierbehandelingsmiddelen (microbiologisch)	Flavofosfolipol, avilamycine
DON	DON
Fytase-activiteit	Fytase-activiteit
Mest	Droge stof, organische stof, stikstof, fosfor, kalium
Microbiologische analyse	Kiemgetal, gisten en schimmel, Entero's, Salmonella
Microscopisch onderzoek	Diermeel, vismeel, labelcontrole
Mineralen en spoorelementen	Ca, P, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn, Mn, Cl, Cd, Co, Pb, Se
Minerale olie	Minerale olie
PAK's	12 PAK's, totaal PAK's, totaal BAPEQ
Water- en vetoplosbare vitaminen	Vitamine A, B ₁ , B ₂ , C, E
Vocht, vet, eiwit in magere-melkpoeder	Vocht, vet, eiwit
Weender-analyse	Vocht, eiwit, celstof, vet, as, as HCl-onoplosbaar, suiker, zetmeel NDF, ADF, pepsine eiwitverteerbaarheid
Weipoeder in magere-melkpoeder	Weipoeder
Vetkwaliteit	Vetzuurpatroon, water, polymere triglyceriden, % onverzeeptbaar, vuil

Elk jaar wordt, indien noodzakelijk, de dienstverlening aangevuld met pakketten die voortvloeien uit o.a. nieuwe ontwikkelingen in het kwaliteitsbeleid in de diervoedersector. In 2002 is hierdoor ringonderzoek "minerale olie in veevoedervetten" gestart.

Het voor de ringonderzoeken benodigde materiaal werd in de meeste gevallen ter beschikking gesteld door leden van de Werkgroep KDLL. Voor een aantal speciale producten werd de hulp ingeroepen van enkele deelnemende bedrijven.

De voorbereiding van de monsters, zoals malen, homogeniseren, verdelen en distributie, wordt uitgevoerd door de KDLL.

De resultaten van de ringonderzoeken zijn vastgelegd in rapporten, die in tweevoud aan de deelnemers werden toegezonden (zie par. 5). De leden van de werkgroep KDLL en de voorzitters van de gebruikersgroepen ontvingen ook een exemplaar. Behalve de resultaten werd in elk rapport een historisch overzicht opgenomen met hierin de resultaten van, indien beschikbaar, voorgaande ringonderzoeken.

De resultaten werden met de deelnemers besproken op afzonderlijk voor ieder ringonderzoek georganiseerde gebruikersbijeenkomsten:

Datum	Gebruikersgroep	Voorzitter
08-04	Weipoeder in mageremelkpoeder	Dhr. R. Frankhuizen, RIKILT
16-04	PAK's	Dhr. W. van Leeuwen, KDLL ¹⁾
24-04	Water- en vetoplosbare vitaminen	Dhr. K.J. van Schalm, Masterlab
08-05	Chloorpesticiden en pcb's	Mw. A. Rooseboom, TNO Voeding
22-05	Microscopisch onderzoek	Dhr. V. Pinckaers, RIKILT
10-07	Antinutritieele factoren	Dhr. T. Verwijs, Nutrilab
2-12	Aflatoxine	Dhr. A. Roos, RIKILT
2-12	DON	Dhr. A. Roos RIKILT
16-12	Fytase-activiteit	Dhr. P. de Bot, CCL-B.V. ²⁾

1) bij afwezigheid van dhr. Schouten van TNO Voeding

2) op 13/12 afmelding ontvangen van alle deelnemers

Dhr. W. van Leeuwen was namens de KDLL aanwezig bij alle vergaderingen en trad zondig op als voorzitter.

Mede door het organiseren van deze bijeenkomsten werd gestalte gegeven aan de adviserende taak van de KDLL. Daarnaast werden in een aantal gevallen ook meer individueel gerichte adviezen gegeven via door de KDLL aangezochte deskundigen.

Bij de realisatie van het beoogde doel - optimalisatie van het kwaliteitsniveau van de analyses en met name verbetering van de vergelijkbaarheid van de resultaten - staat de Werkgroep KDLL een gefaseerde, voorzichtige aanpak voor ogen. Mede door het verband methode - resultaat zichtbaar te maken, wordt getracht aan te tonen dat eventuele discrepanties te wijten zijn aan verschillen in methoden, dan wel aan toevallige of systematische fouten in de uitvoering.

Het instrument van methodeadviesing werd tot nu toe voorzichtig gehanteerd. Uitgangspunt was, dat alle methoden, waaronder ook "huismethoden", toepasbaar moesten kunnen blijven mits deze qua resultaten vergelijkbaar waren met referentiemethoden.

Uit de resultaten van de ringonderzoeken alsmede de resultaten van de discussies die werden gevoerd tijdens de gebruikersbijeenkomsten kan worden geconcludeerd dat deze aanpak tot resultaten heeft geleid. Het toepassen van uniforme methoden is ook bevorderd door de Labcoderegeling van het Productschap Diervoeder. In dat verband zijn de erkende laboratoria gehouden de in de VVR-bundel "Onderzoekmethoden Diervoeder" opgenomen methoden, of gelijkwaardige methoden, toe te passen.

In het kader van een herinrichting van de ringonderzoeken tot een systeem van "proficiency testing", waartoe de Werkgroep KDLL heeft besloten, is met ingang van 1995 ook wat nadrukkelijker uitgegaan van de aan de hand van de officiële methoden (opgenomen in de VVR-bundel "Onderzoekmethoden diervoeder") verkregen resultaten als vergelijkingsbasis.

Een en ander houdt in dat de aard van de rapportage is veranderd: Tot 1995 werd veel aandacht besteed aan de diverse door de laboratoria toegepaste methoden voor opwerking en analyse, en de eventuele invloed daarvan op de analyseresultaten. Onder proficiency testing is de aandacht meer gericht op de resultaten van de laboratoria die de officiële methoden uit de VVR-bundel toepassen. De resultaten van de laboratoria die een andere methode (huismethode) toepassen worden weliswaar in de rapportage opgenomen, echter zonder veel extra aandacht of commentaar.

3.4 Sterlab-accreditatie

Nadat door TNO Voeding in 1999 een begin werd gemaakt om voor de organisatie van ringonderzoeken een accreditatie te verwerven op basis van document ILAC G13:2000 "ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes" werd deze accreditatie in de eerste helft van 2001 verstrekt. Op basis van deze accreditatie zal de KDLL zich bij het organiseren van deze ringonderzoeken strikt moeten houden aan de speciaal hiervoor beschreven procedures (Standard Operating Procedures). Bovendien moet monstermateriaal, alvorens dit te versturen, worden getest op homogeniteit en moet de stabiliteit van het monstermateriaal gedurende de looptijd van het ringonderzoek worden vastgesteld. De chemische analyses die hiervoor nodig zijn werden uitgevoerd door TNO Voeding te Zeist. Inmiddels is er accreditatie verkregen voor de ringonderzoeken "mest", "mineralen en spoorelementen", "Weender-analyse", "aflatoxinen" en "vetkwaliteit". Voor het ringonderzoek "chloorpesticiden en pcb's" werd de accreditatie nog niet verkregen omdat er onvoldoende data beschikbaar waren waarmee de stabiliteit van de ringonderzoekmonsters over een periode van enkele maanden kon worden aangetoond. De verwachting is dat deze gegevens in de eerste helft van 2003 beschikbaar zullen zijn, waarna de accreditatie alsnog kan worden verkregen.

4 RESULTATEN RINGONDERZOEKEN

4.1 Algemeen

Voor ieder ringonderzoek werden de ingezonden analyseresultaten statistisch verwerkt en, na verwijdering van de uitbijters, weergegeven in XY-diagrammen. Indien er minder dan 5 resultaten resteerden voor een parameter dan werden alleen het gemiddelde en de standaarddeviatie uitgerekend.

De analyseresultaten werden bewerkt volgens ISO 5725 met behulp van het programma "Ringreport". Uitbijters voor wat betreft de verschillen in resultaten tussen monsters I en II (toevallige fouten) of verschillen ten opzichte van het totaal gemiddelde (systematische meetfouten) werden gedetecteerd met behulp van de "Grubbs-toets" op uitbijters, zoals beschreven in ISO 5725. De berekeningen werden vervolgens herhaald zonder de uitbijters, terwijl ook de XY-diagrammen alle zijn weergegeven zonder deze uitbijters.

Bij de meeste ringonderzoeken werd door middel van een vragenlijst geïnformeerd of de aangegeven methoden van opwerking en analyse waren gevolgd en zo niet op welk(e) punt(en) van deze methoden was afgeweken.

4.2 Ringonderzoeken

4.2.1 Aflatoxinen en ochratoxine

Voor het eerste ringonderzoek werd een monster kokosschroot en een monster rundveebrok naar de deelnemende laboratoria gezonden. Het gehalte aan aflatoxine B₁ bedroeg respectievelijk ca. 16 en 7 µg/kg en het gehalte aan ochratoxine bedroeg respectievelijk ca. 3 en 28 µg/kg.

Voor het tweede ringonderzoek werden wederom een monster kokosschroot én een monster grondnotenschroot verzonden. Het monster kokosschroot bevatte ca. 15 µg/kg aflatoxine B₁ en 3 µg/kg ochratoxine. Het monster grondnotenschroot bevatte alleen ochratoxine in een concentratie van ca. 30 µg/kg.

Voor aflatoxine B₁ konden de resultaten worden gebruikt bij proficiency testing van de deelnemende laboratoria. Voor de berekening van de statistische kengetallen werden alleen die waarden gebruikt die waren verkregen met de methode zoals omschreven in EEG-richtlijn 92/95/EEG van 9 november 1992. Deze methode is opgenomen in de VVR-bundel "Onderzoekmethoden diervoeder".

Om te worden opgenomen in de statistische berekeningen gold nog dat de recovery moest liggen tussen 80 – 100 % en dat de chromatogrammen aan minimumeisen, met name voor wat betreft de signaal/ruis verhouding, moesten voldoen.

Van de deelnemende laboratoria voldeed ongeveer 25 % aan al deze voorwaarden. Ongeveer 30 % van de deelnemers gebruikt een methode waarbij voor de clean-up van de monsters immunoaffiniteitpatronen worden gebruikt. Deze resultaten waren ca. 15 % lager dan de resultaten die werden verkregen met de voorgeschreven EEG-methode.

Voor de bepaling van ochratoxine was geen methode voorgeschreven. De bepaling werd uitgevoerd door 10 van de 20 deelnemende laboratoria.

4.2.2 Aminoszuren

In 2002 zijn voor het eerste ringonderzoek monsters magere melkpoeder en premix onderzocht en bij het tweede ringonderzoek magere melkpoeder en sojaschroot. De resultaten voor beide ringonderzoeken konden, indien de methode volgens de PDV-bundel "Onderzoeksmethoden diervoeder" deel 3 (Bepaling van aminoszuren, methode B-1 en bepaling van tryptofaan, methode B-2) was toegepast, worden gebruikt voor proficiency testing. Van de 11 deelnemende laboratoria volgt ca. 70 % de voorgeschreven methode voor aminoszuren. De bepaling van tryptofaan wordt maar door 5 deelnemers uitgevoerd. Van deze 5 deelnemers volgen er slechts 3 de methode volgens de PDV-bundel.

De relatieve reproduceerbaarheid (verschil tussen laboratoria) voor aminoszuren ligt in de meeste matrices rond de 10 – 15 %. In de methode volgens de PDV-bundel "Onderzoeksmethoden diervoeder" deel 3 zijn voor de aminoszuren geen normen opgenomen voor de herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid. Voor tryptofaan zijn wel normen beschikbaar maar werden de resultaten nooit statistisch verwerkt omdat er maar 3 resultaten beschikbaar waren.

De resultaten voor beide ringonderzoeken waren vergelijkbaar.

4.2.3 Antinutritionele factoren

In het verslagjaar werd raapzaadschroot onderzocht op het gehalte aan totaal glucosinolaten. Daarnaast werden monsters sojaschroot, getoaste en rauwe sojabonen onderzocht op de parameters eiwitoplosbaarheidsindex, ureaseactiviteit en trypsineremmersactiviteit. De resultaten voor eiwitoplosbaarheidsindex, ureaseactiviteit en trypsineremmersactiviteit konden worden gebruikt voor proficiency testing van de deelnemers. Als voorgeschreven methode fungeerde voor alle drie de parameters de meest recente versie van een concept NEN-norm of een ISO-standaardmethode. Doordat het aantal laboratoria dat zich had ingeschreven voor dit ringonderzoek (negen) gering is en niet elke deelnemer alle parameters onderzocht, bleek statistische verwerking van de resultaten (bij vijf of meer resultaten) slechts mogelijk voor trypsineremmersactiviteit in getoaste en rauwe sojabonen (vijf resultaten).

4.2.4 Chloorpesticiden en pcb's

Voor het ringonderzoek chloorpesticiden en pcb's werden monsters destructievet, frituurvet, sojaolie, visolie en een standaardoplossing verzonden. Aan de monsters vet/olie waren chloorpesticiden en pcb's toegevoegd: zeven "marker-pcb's" op een niveau (soms van alle pcb's) van 150 - 250 µg/kg en 9 chloorpesticiden op een niveau (individuele chloorpesticide) van 10 - 100 µg/kg. Hoewel in de PDV-bundel "Onderzoeksmethoden diervoeder" deel 2 een (verzamel)methode is opgenomen voor de bepaling van chloorpesticiden en pcb's werden de resultaten van dit ringonderzoek niet gebruikt voor proficiency testing van de deelnemers. Het gebruik van de verschillende analysemethoden lijkt tot uitdrukking te komen in de resultaten voor de tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid. Deze bedroeg ruwweg 40 - 90 % met uitschieters tot bijna 200 %. De herhaalbaarheid (spreiding binnen een laboratorium) bedroeg 10 - 30 %. De standaardoplossing werd verzonden om in kaart te kunnen brengen wat de invloed is van de monstervorbewerking op de tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid. Uit de resultaten bleek dat de herhaalbaarheid door het ontbreken van de monstervorbewerking sterk afnam: 1,7 - 11,6 %. Hieruit bleek dat de monstervorbewerking een belangrijke bijdrage levert aan de spreiding van de analysemethoden. Omdat een aantal standaardoplossingen hadden gelekt kon aan de resultaten voor de tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid, die ook voor de standaardoplossing 30 - 100 % bleken te zijn, geen conclusie worden verbonden. Dit experiment zal in 2003 worden herhaald.

4.2.5 Dierbehandelingsmiddelen - chemische methoden

In de twee ringonderzoeken van 2002 werden de dierbehandelingsmiddelen robenidine (premix en konijnenvoer), salinomycine (premix en varkensvoer) en maduramycine (premix en kalkoenenvoer) onderzocht. De resultaten konden worden gebruikt voor proficiency testing van de laboratoria.

Voor het eerste ringonderzoek konden de statistische kengetallen worden berekend voor robenidine in premix (n = 6) en konijnenvoer op additiefniveau (60 mg/kg). Voor het verslepingsniveau waren slechts vier resultaten beschikbaar. De gemiddelde gehalten die werden gevonden voor de premix en het voer kwamen overeen met de gehalten die werden verwacht op basis van de gedeclareerde gehalten van de premixen en de hoeveelheid premix die werd toegevoegd aan de diervoeders. De herhaalbaarheid voor de matrix voer was met 5,4 % beter dan de norm van 12 % die wordt aangegeven in de VVR-bundel. De reproduceerbaarheid lag met 32,6 % echter op een hoger niveau (= minder goed) dan de norm van 18 %.

Voor salinomycine konden de kengetallen worden berekend voor alle matrices. De gemiddelde gehalten die werden gevonden voor de premix en het voer op niveau 24 mg/kg en 5 mg/kg kwamen overeen, of waren in geringe mate lager, met de gehalten die werden verwacht op basis van de gedeclareerde gehalten van de premixen en de hoeveelheid premix die werd toegevoegd aan de diervoeders. De herhaalbaarheid voor de matrix voer was met 9,1 % minder goed dan de norm van 4 % die wordt aangegeven in de VVR-bundel. Voor de reproduceerbaarheid is geen norm beschikbaar, maar het resultaat was met ca. 30 % in overeenstemming met voorgaande ringonderzoeken.

Voor het tweede ringonderzoek waren er voor zowel robenidine als maduramycine slechts drie resultaten beschikbaar voor statistische verwerking. De berekening van de statistische kengetallen is hierdoor niet uitgevoerd. De gemiddelde gehalten die werden gevonden voor maduramycine waren in overeenstemming met de gehalten die werden verwacht op basis van de gedeclareerde gehalten van de premixen en de hoeveelheid premix die werd toegevoegd aan de diervoeders. Voor robenidine gold dit ook voor de premix. Voor robenidine in konijnenvoer waren de gevonden gehalten enigszins lager dan de verwachte gehalten: ca. 80 % voor het additiefniveau van 60 mg/kg en ca. 50 % voor het verslepniveau van 6 mg/kg.

4.2.6 Dierbehandelingsmiddelen – microbiologische methoden

In 2002 bleken 5 deelnemers geïnteresseerd in het ringonderzoek “dierbehandelingsmiddelen – microbiologische methoden”. Deze deelnemers ontvingen de volgende producten:

- avilamycine in premix en biggenopfokkorrel
- flavofosfolipol in premix en varkensvoer

Van de voeders werd altijd “blanco” en verrijkt voeder verzonden. Omdat er slechts respectievelijk 3 en 4 resultaten werden ingezonden zijn de gegevens niet statistisch verwerkt. De resultaten voor de diergeneesmiddelen in de voeders kwamen overigens goed overeen met de verwachte gehalten. Alle deelnemers gebruikten dezelfde methoden.

4.2.7 DON

In het verslagjaar werden monsters maïsmeel en tarwe verzonden. Voor dit ringonderzoek waren vooraf geen eisen gesteld aan de te gebruiken methode(n). De resultaten voor de genoemde matrices waren, net als in 2001, zeer uiteenlopend. Dit komt tot uitdrukking in de berekende tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid die werd berekend over alle methoden. Deze was ca. 60 – 100 %. Uit de resultaten voor het tweede ringonderzoek blijkt dat de gemiddelde resultaten met de analysetechniek “HPLC” voor zowel maïsmeel als tarwe ca. 75 % bedragen ten opzichte van resultaten die worden verkregen met behulp van de analysetechniek “ELISA”. De berekende tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid die apart werd berekend voor “HPLC” en “ELISA” bedroeg ca. 40 – 80 %. In de gebruikersbijeenkomsten zijn inmiddels initiatieven besproken die uiteindelijk moeten leiden tot betere resultaten.

4.2.8 Fytase-activiteit

In het verslagjaar werden, verdeeld over twee ringonderzoeken, varkensvoer, slachtkuikenvoer, drie concentraten, een voormengsel en twee premixen onderzocht. De voorgeschreven methoden zijn ontwikkeld door DSM Food Specialties. Nieuwe versies van deze methoden worden door DSM Food Specialties via de KDLL aan de deelnemers ter beschikking gesteld.

Omdat niet alle deelnemende laboratoria deze voorgeschreven methoden volgden of omdat onvoldoende resultaten werden ingezonden konden de statistische kengetallen voor deze methoden in geen enkel geval worden berekend.

4.2.9 Mest

In het verslagjaar werden drie ringonderzoeken georganiseerd. Voor elk ringonderzoek werden twee verschillende mestsoorten verstuurd. De deelnemers werd gevraagd om in de matrices varkens-, runder-, kalver- en zeugenmest het gehalte aan droge stof, as, organische stof, stikstof, fosfor en kalium te bepalen.

De berekende relatieve herhaalbaarheden zijn voor stikstof en fosfor altijd kleiner (= beter) dan de normen van 6 % voor stikstof en 8 % voor fosfor die worden beschreven in "Accreditatieprogramma Dierlijke Mest; Samenstelling, april 1998". Voor de tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid zijn geen normen beschikbaar. Voor stikstof werden voor 6 monsters de volgende waarden berekend: 13,3 – 7,9 – 8,4 – 7,2 – 8,4 en 4,8 %. De spreiding tussen de laboratoria is voor fosfor iets groter: 17,8 – 8,7 – 16,5 – 11,9 – 12,4 en 16,5 %.

4.2.10 Microbiologische analyse

In het verslagjaar bestond het programma uit:

- de bepaling van het totaal kiemgetal, gisten en schimmels en Enterobacteriaceae in monsters vismeel, petfood grondstoffenmengsel, legmeel en sojaschroot;
- het aantonen van de aanwezigheid van Salmonella in positieve en negatieve referentiecapsules, vismeel, petfood grondstoffenmengsel, legmeel en sojabonen.

In 2001 werden door de voorzitter van de gebruikersgroep opgestelde voorschriften aan de deelnemers toegezonden. Deze voorschriften werden in 2002 door vrijwel alle deelnemende laboratoria gevolgd. De resultaten voor de diverse parameters waren als volgt:

Kiemgetal

Monster	aantal deelnemers	I-gem (log kve/g)	II-gem (log kve/g)	r *	R *
Vismeel	31	6,299	6,316	1,9	18,4
Petfood grondstoffenmengsel	32	4,619	4,647	5,2	30,8
Legmeel	35	4,857	4,884	4,6	11,9
Sojaschroot	34	4,748	4,722	3,7	19,9

Gisten en schimmels

Monster	aantal deelnemers	I-gem (log kve/g)	II-gem (log kve/g)	r *	R *
Vismeel	31	5,757	5,775	1,6	12,4
Petfood grondstoffenmengsel	30	4,373	4,380	3,8	15,9
Legmeel	37	3,965	3,944	2,5	25,0
Sojaschroot	34	4,424	4,367	3,0	9,1

Enterobacteriaceae

Monster	aantal deelnemers	I-gem (log kve/g)	II-gem (log kve/g)	r *	R *
Vismeel	27	2,690	2,742	3,8	6,0
Petfood grondstoffenmengsel	16	2,697	2,673	15,7	16,2
Legmeel	38	3,259	3,319	9,8	25,1
Sojaschroot	36	2,854	2,841	7,2	18,1

Salmonella

Uit gegevens van het RIVM is komen vast te staan dat bij referentiecapsules in circa 3% van de "positieve" capsules toch geen Salmonella wordt gevonden. Dit betekent dat voor deze ringonderzoeken, in het ideale geval, 97% van de Salmonellacapsules die door de laboratoria onderzocht zijn een positief resultaat zouden moeten geven. In 2002 werden 116 van de 128 "positieve" capsules als positief aangemerkt. Van de 164 negatieve capsules werden er 3 als (vals)positief aangemerkt.

In het verslagjaar werden tevens monsters voer rondgestuurd voor controle op aanwezigheid van Salmonella. Van de monsters vismeel werden er 72 van de 76 als positief beoordeeld. Voor de monsters petfood en sojabonen was dit respectievelijk 73 van de 80 en 82 van de 90. Van de monsters legmeel werden er 87 van de 90 als negatief beoordeeld.

** waarden voor herhaalbaarheid r en reproduceerbaarheid R geven het maximaal te verwachten quotiënt aan van twee analyseresultaten, verkregen voor een zelfde monster, na analyse door één laboratorium, respectievelijk twee laboratoria.*

4.2.11 Microscopisch onderzoek

Voor de beide ringonderzoeken werden in totaal acht producten onderzocht:

- vleesstierenbrok zonder toevoeging van dierlijk materiaal
- 12,5 % diermeel in vismeel
- 0,375 % diermeel en 2,625 % vismeel in vleesstierenbrok
- zeugenbrokdracht voor labelcontrole
- 15 % vleesmeel in vismeel
- 1,5 % vleesmeel en 8,5 % vismeel in zeugenbrokdracht
- 0,6 % vleesmeel en 3,4 % vismeel in zeugenbrokdracht
- vleesstierenbrok voor labelcontrole

Voor de bepaling van dierlijke bestanddelen in diervoer is een methode opgenomen in de PDV-bundel. Voor de bepaling van de samenstelling waren door de voorzitter van de gebruikersgroep instructies voor de microscopische observaties ten behoeve van het ringonderzoek opgesteld, grotendeels gebaseerd op een "IAG-voorschrift". Microscopisch onderzoek is vooral een kwalitatief onderzoek. Daarnaast bestaat de mogelijkheid om langs gravimetrische weg een (semi-)kwantitatieve bepaling in het onderzochte product uit te voeren.

Alle deelnemers bleken in staat om de aanwezigheid van dierlijke eiwitten in verrijkte monsters aan te tonen. Volgens een van de zeven laboratorium was het monster zeugenbrokdracht voorzien van een onjuist label om dat dierlijk eiwit en maïsmeel aanwezig zou zijn. Het label behorende bij het monster vleesstierenbrok werd door alle deelnemers als onjuist aangemerkt. De aanwezigheid van een tarwe-/gerstemeel bleek niet gedeclareerd op het label.

4.2.12 Mineralen en spoorelementen

Voor dit ringonderzoek werden 3 x 2 monsters verzonden, te weten: grassilage en leghennenvoer, hondenvoer en premix en biggenopfokkorrel en magere melkpoeder. De resultaten van de ringonderzoeken waren te gebruiken bij de proficiency testing van de deelnemende laboratoria. Dit gold niet voor de zware metalen cadmium, kobalt, lood en seleen. Voor deze metalen werden door de deelnemers verschillende methoden toegepast. De resultaten voor deze metalen werden derhalve op de klassieke wijze verwerkt en gerapporteerd.

De methoden, zoals die voor de ringonderzoeken werden aangegeven waren als volgt:

Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn:

Droge verassing of natte destructie, gevolgd door atoomabsorptie of ICP.

Standaarden/blanco's doorlopen de gehele procedure of in ieder geval de procedure na ontsluiting. De bepalingen worden uitgevoerd in duplo. De resultaten verkregen met ICP en AAS worden gezamenlijk statisch verwerkt.

Na, K:

Droge verassing of natte destructie, gevolgd door atoomabsorptie of vlamemissie. Standaarden/blanco's doorlopen de gehele procedure of in ieder geval de procedure na ontsluiting. De bepalingen worden uitgevoerd in duplo.

P:

Droge verassing of natte destructie, gevolgd door spectrofotometrie of ICP. Standaarden/blanco's doorlopen de gehele procedure of in ieder geval de procedure na ontsluiting. De bepalingen worden uitgevoerd in duplo.

Cl:

Extractie, gevolgd door complexometrische of elektrochemische titratie. Standaarden/blanco's doorlopen de gehele procedure of in ieder geval de procedure na ontsluiting. De bepalingen worden uitgevoerd in duplo.

4.2.13 Minerale olie

In 2002 werd voor de eerste maal het ringonderzoek minerale olie georganiseerd. Hiertoe werden op twee verschillende tijdstippen monsters soja- en zonnebloemolie, met of zonder toevoeging van dieselolie, en een monster vetzurenmengsel zonder toevoeging verzonden aan negen deelnemende laboratoria. Beide malen werd door zeven laboratoria daadwerkelijk meegedaan. Hoewel voor dit ringonderzoek geen methode was voorgeschreven gebruikt het merendeel van de deelnemers de methode die wordt beschreven in de VVR-bundel onderzoeksmethoden diervoeder deel II, OSP-15.

De gemiddelde gehalten die worden berekend voor de verrijkte monsters olie komen redelijk overeen met de toegevoegde hoeveelheden. De tussenlaboratoriumreproduceerbaarheid R, gezien over beide ringonderzoeken, bedroeg ca. 45 – 90 %.

De resultaten voor de monsters vetzurenmengsel liepen sterk uiteen met een berekende waarde voor R van meer dan 300%! In de gebruikersbijeenkomst zullen initiatieven worden genomen die moeten leiden tot betere overeenstemming tussen de resultaten van de diverse laboratoria.

4.2.14 Poly Aromatische Koolwaterstoffen (PAK's)

Nadat in 2001 werd gestart met het ringonderzoek PAK's voor vijf deelnemers, bleken in 2002 acht laboratoria geïnteresseerd. Zij ontvingen monsters sojaolie, destructievet, zonnebloemolie en frituurvet. Van deze monsters werd zowel een "blanco" exemplaar als een exemplaar dat was verrijkt met 12 verschillende PAK's verzonden. De deelnemers werd verzocht om naast de concentratie van elke PAK in µg/kg ook de belangrijkste somparameter "µg BAPEQ/kg" te bepalen. De keuze voor de betreffende PAK's en de toegepaste concentraties zijn gebaseerd op het RIKILT rapport 2002.006 "Polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK's) in diervoeders, dierlijke vetten, plantaardige oliën/vetten, vetzuren en dergelijke".

De concentraties die werden toegevoegd lagen ongeveer op het niveau van de normen die in het rapport worden genoemd: een actiegrens van 15 µg BAPEQ/kg en een afkeurgrens van 50 µg BAPEQ/kg.

Hoewel acht deelnemers monstermateriaal ontvingen werden voor het eerste ringonderzoek slechts door drie deelnemers resultaten ingezonden, die hierdoor niet statistisch konden worden verwerkt. De gemiddelde gehalten BAPEQ benaderden, na correctie voor het gehalte in de "blanco" monsters, de verwachte gehalten.

Voor het tweede ringonderzoek werden door zes deelnemers resultaten ingezonden. In een enkel geval resteerden er voldoende gegevens (≥ 5) om de herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid te kunnen berekenen. De herhaalbaarheid voor totaal BAPEQ/kg bedroeg voor de verrijkte monsters 7,2 en 15,7 %. De reproduceerbaarheid was ca. 50 – 80 %.

4.2.15 Water- en vetoplosbare vitaminen

Voor het ringonderzoek water- en vetoplosbare vitaminen werden de matrices kattenvoer, premix (2x) en kalvermelk onderzocht op de vitaminen A, B₁, B₂, C (niet in kattenvoer) en E.

Hoewel in de bundel "Onderzoekmethoden Diervoeder" , deel 1 methoden zijn opgenomen voor de bepaling van vitamine A en E, werden de resultaten van deze ringonderzoeken niet gebruikt voor proficiency testing van de deelnemende laboratoria.

4.2.16 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder

Binnen de melkpoeder verwerkende industrie werd, net als in 2001, gewerkt aan de implementatie van een bedrijfs zelfcontrole systeem. Om binnen dit systeem derdelijns controle van analysemethoden mogelijk te maken heeft de KDLL in het verslagjaar zes ringonderzoeken georganiseerd. Het monstermateriaal was altijd magere melkpoeder. Omdat voor dit ringonderzoek geen methoden zijn voorgeschreven werden de resultaten verkregen met zowel "klassieke" methoden volgens IDF en NEN als met nabij Infrarood spectrometrie. De resultaten die werden berekend voor de herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid benaderden, of waren tot ca. 2x hoger dan de normen volgens IDF 26A:1993 (vocht), IDF 9C:1987 (vet) en NEN 3198 (eiwit).

4.2.17 Weender-analyse

In het verslagjaar werden de volgende monsters onderzocht: maïssilage, rundveebrok, zonnebloemzaad- en sojaschroot, slachtkuiken-, honden- en varkensvoer, vleesmeel, bietenpulp en mageremelkpoeder. De resultaten voor de parameters vocht, ruw eiwit, ruwe celstof, ruw vet, ruwe as, as - zoutzuur onoplosbaar, suikers en zetmeel werden gebruikt voor proficiency testing van de deelnemende laboratoria.

Als criteria voor opname in de statistische verwerking werden de onderstaande, vrij ruime, omschrijvingen van de toe te passen methoden gehanteerd. Deze omschrijvingen zijn gebaseerd op de voorschriften, zoals die staan vermeld in de PDV-bundel "Onderzoeksmethoden diervoeder".

Vocht:

Gravimetrische bepaling na verhitting in een droogstoof of een vacuüm droogstoof.

Ruw eiwit:

- Bepaling volgens de Kjeldahlmethode met gebruik van de metalen koper en/of seleen en/of titanium als katalysator.
- Bepaling volgens de methode Dumas.

Ruwe celstof:

Toepassing van de lange of de verkorte methode, al dan niet handmatig, na al dan niet voorontvetten.

Ruw vet:

- Directe extractie met petroleumether.
- Zure hydrolyse, gevolgd door extractie met petroleumether voor dierlijke producten en glutenproducten.

Ruwe as:

Gravimetrische bepaling na gloeien op 500 – 600 °C.

As - zoutzuur onoplosbaar:

Gravimetrische bepaling na gloeien op 500 – 600 °C. Behandeling met zoutzuur vóór of na verassen.

Suikers:

Luff-Schoorl na extractie met ethanol/water en na zwakke inversie.

Zetmeel:

- Polarimetrische bepaling
- Enzymatische bepaling

Voor de parameters ADF, NDF en pepsine-eiwitverteerbaarheid is het gebruik van eigen methoden toegestaan. De resultaten voor deze parameters werden derhalve op klassieke wijze verwerkt en gerapporteerd.

4.2.18 Weipoeder in magere melkpoeder

Voor beide ringonderzoeken werd magere melkpoeder (2x) en karnemelkpoeder (2x) onderzocht op het gehalte aan weipoeder. Bovendien werden referentiemonsters, bevattende "0" en 5,5 % wei, door de KDLL ter beschikking gesteld aan de veertien deelnemende laboratoria.

De resultaten werden gebruikt bij proficiency testing van de deelnemers. Dit hield in dat voor de berekening van de statistische kengetallen alleen de resultaten werden gebruikt die waren verkregen met de EEG-methode (L228/10, 1990).

De EEG-methode bestaat uit twee onderdelen:

- Een screeningsmethode met behulp van gelpermeatie.
- Een bevestiging van “verdachte” monsters met behulp van een HPLC-methode (reversed phase methode).

De resultaten voor de herhaalbaarheid, waarvoor in de EEG-methode een eis is opgenomen van 0,2 % absoluut, zijn, ook gelet op voorgaande ringonderzoeken, in overeenstemming met genoemde norm of maximaal tot ca. 2x hoger. In een monster magere melkpoeder met een hoog gehalte weipoeder (11,7 % met HPLC) werd deze norm echter niet haalbaar: 0,68 en 1,00 % absoluut.

De voor de gelpermeatie geldende eis voor de reproduceerbaarheid van 0,4 % absoluut bleek in de praktijk met resultaten van 1,35 % , 5,73 % (voor het monster magere melkpoeder met het hoge gehalte weipoeder) en 1,54 % niet haalbaar.

4.2.19 Vetkwaliteit

In het verslagjaar werden voor twee ringonderzoeken de volgende monsters onderzocht: destructievet, raapolie, slachtkuiken- en varkensvoer.

Deze monsters werden onderzocht op vetzuursamenstelling, vrije vetzuren, vuil, vocht, polymere triglyceriden en, met ingang van 2002, onverzeepbare bestanddelen. De resultaten voor de vetzuursamenstelling werden gebruikt voor proficiency testing van de deelnemers.

5 IN 2002 VERSCHENEN RAPPORTEN VAN DE KDLL

- R 02.001 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het eerste en tweede ringonderzoek 2002
- R 02.002 Aminozuren
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.003 Cloorpesticiden en pcb's
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.004 Mest
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.006 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.007 Weipoeder in magere melkpoeder
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.008 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het derde en vierde ringonderzoek 2002
- R 02.009 Dierbehandelingsmiddelen chemisch
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.010 Vetkwaliteit
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.011 Aflatoxinen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.012 Antinutritionele factoren
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.013 Water- en vetoplosbare vitaminen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.014 Microbiologische analyse
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.015 Fytase-activiteit
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.016 Weender-analyse
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.017 DON

- Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.018 Microscopisch onderzoek
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.019 Dierbehandelingsmiddelen microbiologisch
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.020 Minerale olie
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.021 PAK's
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2002
- R 02.022 Mest
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.023 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.024 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het vijfde en zesde ringonderzoek 2002
- R 02.025 Amino-zuren
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.026 Weender-analyse
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.027 Antinutritionele factoren
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.028 Aflatoxinen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.029 Weipoeder in magere melkpoeder
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2000
- R 02.030 Water- en vetoplosbare vitaminen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.031 Fytase-activiteit
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.032 Mest
Resultaten van het derde ringonderzoek 2002
- R 02.033 Dierbehandelingsmiddelen chemisch
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002

- R 02.034 Microbiologische analyse
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.035 Vetkwaliteit
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.036 Dierbehandelingsmiddelen microbiologisch
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.037 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het derde ringonderzoek 2002
- R 02.038 Minerale olie
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.039 Chloorpesticiden en pcb's
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.040 DON
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.041 Microscopisch onderzoek
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.042 PAK's
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2002
- R 02.043 Weender-analyse
Resultaten van het derde ringonderzoek 2002