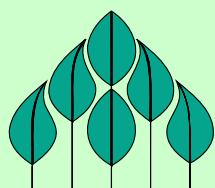


# Jaarverslag KDLL 2004

Kwaliteitsreeks nr. 106  
Mei 2005



Productschap Diervoeder

# Jaarverslag KDLL 2004

Kwaliteitsreeks nr. 106  
Mei 2005

Productschap Diervoeder  
Stadhoudersplantsoen 12  
2517 JL Den Haag  
Telefoon 070 – 370 85 03  
[pdv@hpa.agro.nl](mailto:pdv@hpa.agro.nl)  
[www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)

## 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.....	8
4	RESULTATEN RINGONDERZOEKEN .....	9
5	IN 2004 VERSCHENEN RAPPORTEN VAN DE KDLL.....	11

## **1 INLEIDING**

Dit jaarverslag biedt een samenvattend overzicht van de activiteiten van de Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria (KDLL) en de "Werkgroep KDLL", over het jaar 2004.

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 is door het Productschap Diervoeder ondergebracht bij TNO Voeding te Zeist (met ingang van 1 januari 2005 TNO Kwaliteit van Leven).

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 2004 als volgt:

<b>Leden</b>	<b>Namens</b>
Dr. L. Vellenga (voorzitter) K.J. van Schalm Dr. R. Margry M. Hoveling Drs. L.H. de Jonge Dr. G.H.M. Counotte Ing. H.W. Vedder	Productschap Diervoeder Masterlab B.V. CCL-B.V. Labco B.V. Instituut voor Dierhouderij en Diergezondheid (ID-Lelystad) Stichting Gezondheidsdienst voor Dieren Stichting Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek (Blgg-Oosterbeek)
<b>Adviserende leden</b>	<b>Namens</b>
Vacature Drs. R. Schilt W. van Leeuwen (secretaris)	Nederlands Normalisatie Instituut TNO Voeding Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria (KDLL)

In het verslagjaar werd afscheid genomen van de heer De Vries (RIKILT). De Werkgroep KDLL kwam in het verslagjaar twee keer in plenaire vergadering bijeen. Daarnaast was er frequent 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 2005;

### 3 ACTIVITEITEN KDLL

#### 3.1 Deelnemers

Het aantal deelnemende laboratoria bedroeg in het verslagjaar 91, een afname van 5 ten opzichte van 2003. Het aantal ringonderzoeken waaraan deze laboratoria deelnamen bedroeg 312, een afname van 40 in vergelijking met 2002.

De belangstelling voor de ringonderzoeken “dierbehandelingsmiddelen-microbiologische methoden” (4 aanmeldingen) en “fytase-activiteit” (1 aanmelding) bleek, evenals in 2003, gering. Ondanks deze geringe belangstelling werd het ringonderzoek “dierbehandelingsmiddelen-microbiologische methoden” wel georganiseerd. Het ringonderzoek “fytase-activiteit” is komen te vervallen.

Bezien over alle ringonderzoeken is het aantal ringonderzoeken met ruim 12% afgenomen. De reden van deze verminderende deelname is niet geheel duidelijk, maar de toegenomen kosten voor deelname (zie ook hoofdstuk 3.2) zullen hier zeker een negatieve bijdrage aan hebben geleverd.

De deelnemersaantallen per ringonderzoek waren voor het verslagjaar als volgt:

	<b>Aantal 2003</b>	<b>Mutaties</b>	<b>Aantal 2004</b>
Deelnemers	96	-5	91
Ringonderzoeken	352	-40	312
- Aflatoxinen (afl)	21	0	21
- Amino-zuren (ami)	10	-4	6
- Antinutritionele factoren (anf)	8	-3	5
- Chloorpesticiden en PCB's (pcb)	24	-4	20
- Dierbehandelingsmiddelen-chemisch (dch)	12	-3	9
- Dierbehandelingsmiddelen-microbiologisch (dmi)	4	0	4
- DON (don)	16	-1	15
- Fytase-activiteit (fyt)	5	-4	1 *)
- Mest (mes)	12	0	12
- Microbiologische analyse (mic)	47	-6	41
- Microscopisch onderzoek (mik)	12	0	12
- Mineralen en spoorelementen (min)	49	-3	46
- Minerale olie (mio)	7	-1	6
- PAK's (pak)	8	0	8
- Water- en vetoplosbare vitaminen (vit)	12	-1	11
- Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder (vve)	15	-4	11
- Weender-analyse (wee)	58	-4	54
- Weipoeder in magere melkpoeder (wei)	10	+2	12
- Vetkwaliteit (vet)	22	-4	18

\*) dit ringonderzoek werd in verband met de geringe deelname niet georganiseerd

## 3.2 Financiën

In het vierde kwartaal van 2003 werd door het PDV besloten om, ten gevolge van de verminderende inkomsten uit heffingen, niet meer bij te dragen in de kosten voor de organisatie van ringonderzoeken. Deze bijdrage bedroeg in 2003 nog ca. € 45.000. Met ingang van 2004 zou de bijdrage van de deelnemers aan ringonderzoeken kosten-dekkend moeten zijn. Bij een gelijkblijvend aantal deelnemers en eenzelfde aantal te organiseren ringonderzoeken zou de totale bijdrage van de deelnemers dus met ca. € 45.000, dit is ca. +16%, moeten toenemen. Om dit te realiseren werden de prijzen als volgt aangepast:

- inschrijfgeld: € 495 (was € 675)
- de ringonderzoeken “Weender-analyse”, “mineralen en spoorelementen”, “aflatoxinen”, “mestcomponenten”, “vetkwaliteit” en “chloorpesticiden en PCB’s”: € 800 (was € 615)
- de ringonderzoeken “aminozuren”, “dierbehandelingsmiddelen (chemisch)”, “microbiologische analyse”, “minerale olie” en “vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder”: € 800 (was € 375)
- de overige ringonderzoeken: € 375 (was € 245)
- deelname aan meer dan een ringonderzoek: geen korting (was 10 – 20% korting)

## 3.3 Ringonderzoeken

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

Conform de beslissing van de Werkgroep KDLL om 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 39 ringonderzoeken georganiseerd. De gegevens worden in de navolgende schema's samengevat.

<b>RO</b>	<b>Maand</b>	<b>Onderzochte producten</b>
afl	2, 9	Kokosschroot, rundveebrok en standaardoplossing
ami	2, 7	Raapzaadschroot, vismeel, slachtkuikenmeel en weipoeder
anf	3, 8	Getoaste en rauwe sojabonen, raapzaad- en sojaschroot
pcb	3, 11	Raap-, kokos-, soja- en palmolie
dch	4, 9	Premix, rundveebrok, slachtkuikenvoer
dmi	4, 12	Premix, konijnenvoer, biggenvoer en biggenopfokkorrel
don	6, 12	Tarwe, varkensvoer, paardenvoer, sojahullen en standaardoplossing
mes	2, 7, 12	Varkens-, kalver-, rundvee-, zeugen- en stierenmest
mic	4, 11	Legmeel, varkens- en kattenvoer, sojax en Salmonella capsules
mik	5, 11	Vleesveebrok + vismeel + pluimveemeel, vleesvarkenbrok + vismeel + lamsdiermeel, vleesvarken- en vleesveebrok voor labelcontrole
min	2, 7, 11	Sojaschroot, varkens- en babybiggenvoer, kalvermelk, legmeel en premix
mio	7, 12	Kokos- en sojaolie, veevoedervet, kokos- en mengvetzuren
pak	6, 12	Soja- en slaolie, destructieviet en kokosvetzuren
vit	4, 9	Premix, biggenvoer, kalvermelk en fokmelk
vve	2, 7, 12	Magere melk- en karnemelkpoeder
wee	3, 7, 11	Konijnen-, paarden-, katten-, vleeskuiken- en varkensvoer, bietenpulp, biggenopfokkorrel, pluimveemeel, kalvermelk, luzerne, sojaschroot en maïs
wei	4, 10	Magere melk- en karnemelkpoeder, referentiemonsters
vet	4, 9	Raap- en sojaolie, frituurvet en biggenvoer



RO	Onderzochte parameters
afl	Aflatoxine, ochratoxine
ami	Aminozuurpatroon, vocht en stikstof
anf	Urease- en trypsineremmersactiviteit, totaal glycosinolaten en eiwitoplosbaarheidsindex
pcb	7 pcb's en 9 organochloorpesticiden
dch	Monensin, salinomycine, robenidine
dmi	Flavofosfolipol en avilamycine
don	DON, ZEA
mes	Droge stof, organische stof, stikstof, fosfor en kalium
mic	Kiemgetal, gisten en schimmel, Entero's, Salmonella
mik	Pluimveemeel, vismeel, lamsdiermeel, labelcontrole
min	Ca, P, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn, Mn, Cl, Cd, Co en Pb. In premix Hg en As
mio	Diesel- en smeerolie
pak	12 PAK's, totaal PAK's en totaal BAPEQ
vit	Vitamine A, B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> , C en E
vve	Vocht, vet en eiwit
wee	Vocht, eiwit, celstof, vet, as, in HCl onoplosbare as, suiker, zetmeel NDF, ADF en pepsine eiwitverteerbaarheid
wei	Weipoeder
vet	Vetzuurpatroon, water, polymere triglyceriden, % onverzeepbaar en vuil

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 of werd het monstermateriaal aangekocht bij een commercieel bedrijf.

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

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 PDV-bundel "Onderzoeksmethoden 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 PDV-bundel "Onderzoeksmethoden 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 PDV-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**

In 2001 was accreditatie verkregen volgens de accreditatiecriteria ILAC G13:2000 "ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes" voor de ringonderzoeken "mest", "mineralen en spoorelementen", "Weeenderanalyse", "aflatoxinen" en "vet kwaliteit". In 2003 werd de accreditatie uitgebreid met het ringonderzoek "chloorpesticiden en pcb's". 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.

Op 9 maart 2004 werd de geldigheid van de accreditatie door de Raad voor Accreditatie verlengd tot 10 januari 2007. Het betreft het certificaat met accreditatienummer R 009.

## 4 RESULTATEN RINGONDERZOEKEN

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.

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 voorgaande ringonderzoeken.

Alvorens de rapporten te verzenden werden zij ter inhoudelijke toetsing voorgelegd aan, indien beschikbaar, deskundigen op het betreffende vakgebied. Deze deskundigen vervullen tevens de rol van voorzitter tijdens de gebruikersbijeenkomsten.

<b>RO</b>	<b>Deskundige / voorzitter gebruikersgroep</b>
afl en don	A.H. Roos, RIKILT
ami en mio	Vacature
anf	A. Verwijs, S/G Nutrilab
dch	J.A. van Rhijn, RIKILT
dmi en mic	Ir. H. Stegeman, RIKILT
mes	Vacature
mik	V. Pinckaers, RIKILT
min	Dr. G.H.M. Counotte, Gezondheidsdienst voor Dieren
pak	A.Schouten, TNO Voeding
pcb	Drs. A. Rooseboom – Reimers, TNO Voeding
vet	G. Aben, C.C.L.-Nutricontrol
vit	K.J. van Schalm, Masterlab
vve en wei	R. Frankhuizen, RIKILT
wee	N. Broex, RIKILT

De resultaten van twee ringonderzoeken werden met de deelnemers besproken op afzonderlijk georganiseerde gebruikersbijeenkomsten:

<b>Datum</b>	<b>Gebruikersgroep</b>
18/06	Vetkwaliteit
20/09	Microscopisch onderzoek

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

## 5 IN 2004 VERSCHENEN RAPPORTEN VAN DE KDLL

R 04.001	Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.002	Mest Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.003	Aflatoxinen Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.004	Aminozuren Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.005	Mineralen en spoorelementen Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.006	Chloorpesticiden en PCB's Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.007	Weender-analyse Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.008	Antinutritionele factoren Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.009	Weipoeder Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.010	Microbiologische analyse Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.011	Vetkwaliteit Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.012	Water- en vetoplosbare vitaminen Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.013	PAK's Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.014	Dierbehandelingsmiddelen chemisch Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.015	Microscopisch onderzoek Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.016	DON Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.017	Weender-analyse Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
R 04.018	Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
R 04.019	Minerale olie Resultaten van het eerste ringonderzoek 2004
R 04.020	Mest Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
R 04.021	Aminozuren Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004

- R 04.022 Mineralen en spoorelementen  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.023 Antinutritionele factoren  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.024 Vetkwaliteit  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.025 Aflatoxinen  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.026 Dierbehandelingsmiddelen chemisch  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.027 Water- en vetoplosbare vitaminen  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.028 Weipoeder in magere melkpoeder  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.029 Microbiologische analyse  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.030 Mineralen en spoorelementen  
Resultaten van het derde ringonderzoek 2004
- R 04.031 Chloorpesticiden en pcb's  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.032 Weender-analyse  
Resultaten van het derde ringonderzoek 2002
- R 04.033 Mest  
Resultaten van het derde ringonderzoek 2004
- R 04.034 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder  
Resultaten van het derde ringonderzoek 2004
- R 04.035 Minerale olie  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.036 PAK's  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.037 Microscopisch onderzoek  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.038 DON  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004
- R 04.039 Dierbehandelingsmiddelen microbiologisch  
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2004