

Projectnummer: 771.860.01  
Projecttitel: Juridische eisen diervoeders

Projectleider: A.W. Jongbloed

Rapport 2007.015

oktober 2007

## **Toepassing van meetonzekerheid bij de officiële controle van diervoeders**

J.M. Eijkelkamp, H.J. van Egmond, J. de Jong

Business Unit: Analyse & Ontwikkeling

RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid  
Wageningen Universiteit en Researchcentrum  
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen  
Postbus 230, 6700 AE Wageningen  
Tel: 0317-475422  
Fax: 0317-417717  
Internet: [www.rikilt.wur.nl](http://www.rikilt.wur.nl)

Copyright 2007, RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid.

Het is de opdrachtgever toegestaan dit rapport integraal openbaar te maken en ter inzage te geven aan derden. Zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid is het niet toegestaan:

- a) dit door RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid uitgebracht rapport gedeeltelijk te publiceren of op andere wijze gedeeltelijk openbaar te maken;*
- b) dit door RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid uitgebracht rapport, c.q. de naam van het rapport of RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid, geheel of gedeeltelijk te doen gebruiken ten behoeve van het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin;*
- c) de naam van RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid te gebruiken in andere zin dan als auteur van dit rapport.*

Verzendlijst:

- Ministerie van Landbouw, Natuur en Voedselkwaliteit, Directie Voedselkwaliteit en Diergezondheid (M. van den Broeke); Directie Juridische Zaken (R.J.A. Donner), Directie Kennis (E.J.R. Maathuis),
- Voedsel en Waren Autoriteit (R.G. Herbes, J. Cremer, E.R. Deckers, T. van der Horst, P. Beijen),
- Algemene Inspectiedienst (R. Hagen-Lenselink, J.H. Hooglugt, F. Arts, L. van der Voort, I. Besse)
- Ministerie van Justitie (M.A.H.J. Petri)
- Europese Commissie, DG SANCO (F. Verstraete)

## Samenvatting

Bij het nemen van keuringsbeslissingen speelt de meetonzekerheid van de analysemethode de laatste jaren een steeds belangrijkere rol. Bij de officiële controles van diervoeders is echter nog niet altijd duidelijk wanneer al dan niet rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. Het doel van dit rapport is om in kaart te brengen wat hierover wettelijk geregeld is en om aanbevelingen te doen voor het rekening houden met meetonzekerheid in keuringsbeslissingen.

Geconcludeerd is dat in de Europese wetgeving m.b.t. diervoeders nog zeer weinig vastgelegd is met betrekking tot het toepassen van de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Om op een juiste manier keuringsbeslissingen te kunnen nemen is het belangrijk om al bij het opstellen van limieten, normen en toleranties aandacht te besteden aan meetonzekerheden. In richtlijnen dient duidelijk tot uitdrukking te komen of in de vastgestelde limiet, norm of tolerantie de meetonzekerheid al verwerkt is of dat bij de keuringsbeslissing rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid.

Het lijkt gerechtvaardigd om te stellen dat bij kwantitatieve analyses rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen, zolang niet duidelijk is of bij het opstellen van limieten, normen en toleranties al rekening is gehouden met de meetonzekerheid. Op deze manier wordt het voordeel van de twijfel gegeven aan de betreffende producent of leverancier, wat consistent is met de eis dat het aantoonbaar moet zijn dat een limiet “zonder redelijke twijfel” is overschreden.

Voor een aantal keuringsbeslissingen is uitgewerkt hoe de meetonzekerheid dient te worden meegenomen.

1. Overschrijdt een concentratie van een stof de toegestane maximum limiet?

De maximum limiet wordt overschreden indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de toegestane maximum limiet.

2. Valt het gehalte van een stof buiten een range van toegelaten concentraties?

Bij deze vraag is dit het geval indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan het vastgestelde maximum gehalte of indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan het vastgestelde minimum gehalte.

3. Is een verboden stof of een niet-geregistreerd toevoegingsmiddel aanwezig?

In dit geval is in principe de meetonzekerheid niet van belang voor de keuringsbeslissing. Voor niet-toegestane stoffen zijn geen maximum gehalten vastgesteld en er kan volstaan worden met een bevestiging van de identiteit. Indien de bewuste stof wordt aangetroffen, voldoet het monster niet aan de wettelijke eis.

4. Is een gehalte van een stof conform de declaratie?

Bij deze vraagstelling is onderscheid gemaakt tussen twee situaties: (a) stoffen waarvoor wel toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties, dit is het geval bij analytische bestanddelen en (b) stoffen waarvoor geen toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties, dit is het geval bij gemedicineerde voeders en toevoegingsmiddelen.

In situatie a wordt in de praktijk bij een analytisch resultaat groter dan de bovengrens of kleiner dan de ondergrens van de tolerantie gesteld dat deze niet conform declaratie is. Kennelijk is hier algemene overeenstemming over dat de meetonzekerheid al in de toleranties verwerkt is. In situatie b is een analytisch resultaat afwijkend van de declaratie in geval van een analytisch resultaat lager dan de declaratie indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan de gedeclareerde waarde. In geval van een analytisch resultaat hoger dan de declaratie is het resultaat afwijkend indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de gedeclareerde waarde.

Bij het nemen van keuringsbeslissingen dient de bevoegde autoriteit altijd rekening te houden met het feit dat zowel meetwaarden als meetonzekerheden van laboratoria onderling kunnen verschillen. Bij meetwaarden die de norm met een kleine waarde overschrijden bestaat het risico dat een overschrijding van de norm met succes wordt aangevochten, wanneer een contramonster door een ander laboratorium wordt onderzocht.

# Inhoudsopgave

<b>Samenvatting</b> .....	<b>1</b>
<b>1 Inleiding</b> .....	<b>5</b>
<b>2 Meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen</b> .....	<b>7</b>
2.1 Keuringsbeslissingen.....	7
2.2 Gevolgen van het al dan niet gebruiken van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen .	7
<b>3 Regelgeving betreffende de officiële controle van diervoeders in relatie tot meetonzekerheid</b> .....	<b>10</b>
3.1 Algemene wetgeving diervoeders .....	10
3.2 Ongewenste stoffen .....	10
3.3 Verboden stoffen (niet-toegestane stoffen).....	11
3.4 Analytische bestanddelen (o.a. waardegevende bestanddelen als eiwit, vet, celstof e.d.).....	12
3.5 Gemedicineerde voeders.....	12
3.6 Toevoegingsmiddelen voor diervoeders .....	12
<b>4 Discussie</b> .....	<b>15</b>
4.1 Gebruik van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen .....	15
4.2 Overige vraagstukken bij keuringsbeslissingen.....	19
<b>5 Conclusies en aanbevelingen</b> .....	<b>22</b>
<b>6 Literatuur</b> .....	<b>24</b>
Bijlage 1 Toevoegingsmiddelen.....	29
Bijlage 2 Overzicht met componenten in diervoeders en diervoedergrondstoffen met voorkomende vraagstelling t.a.v. een keuringsbeslissing.....	31
Bijlage 3 Oplossen van geschillen bij verschillen in resultaten, afgegeven door verschillende laboratoria .....	33



# 1 Inleiding

Met enige regelmaat worden bij rechtszaken vraagtekens gezet bij de betrouwbaarheid van de resultaten van monsteronderzoek op basis van de toegepaste analysemethoden en/of bemonsteringsmethoden. Dit leidt er in een aantal gevallen toe dat rechtszaken geseponneerd worden of, naar het oordeel van de controlerende instanties of het OM, te lichte straffen worden opgelegd. Ook komt het voor dat zaken niet worden aangebracht bij het OM omdat op voorhand wordt ingeschat dat de kans op vervolging gering is. Hierdoor komt de handhaafbaarheid van regelgeving in gevaar.

De genoemde problemen kunnen veroorzaakt worden door diverse aspecten, zoals:

- de analysemethode voldoet niet aan de binnen de EU gestelde eisen;
- de analyseresultaten worden aangevochten omdat bemonstering niet volgens EU-regelgeving is uitgevoerd, door bijvoorbeeld onvoldoende monstermateriaal of niet homogene monsters;
- de analyseresultaten worden met succes aangevochten omdat het Openbaar Ministerie niet voldoende is geïnformeerd over de achtergronden van analyse- en/of bemonsteringsmethoden en/of interpretatie van de resultaten.

Bij de achtergronden van de analysemethode speelt het begrip meetonzekerheid de laatste jaren een steeds belangrijkere rol. Door AID en VWA worden steeds meer vragen gesteld over de meetonzekerheid van een analysemethode, om hier rekening mee te houden bij keuringsbeslissingen.

Meetonzekerheid ( $u$ ) is gedefinieerd als de in verband met het resultaat van een meting staande parameter die de spreiding van waarden, die redelijkerwijs aan een meetgrootte kunnen worden toegekend, karakteriseert. Vaak wordt meetonzekerheid uitgedrukt als de uitgebreide meetonzekerheid  $U$  en gekwantificeerd als het interval dat met een waarschijnlijkheid van 95% de waarde van de meetgrootte omvat. In dat geval wordt  $U$  uitgedrukt als  $2 \cdot u$ . In dit rapport wordt bij vermelding van meetonzekerheid altijd de uitgebreide meetonzekerheid bedoeld. De meetonzekerheid kan op verschillende manieren bepaald worden. In Nederland is in december 2006 het 2e ontwerp van de NEN-norm 7779 [1] verschenen, waarin werkwijzen voor de bepaling van de meetonzekerheid bij milieuanalyses zijn vastgelegd. Afhankelijk van de beschikbare gegevens kunnen als basis voor de meetonzekerheid worden genomen: gegevens van intern validatieonderzoek, gegevens van interne kwaliteitscontroles en gegevens van interlaboratoriumonderzoek (methode-evaluerend of laboratoriumevaluerend). Ondanks het feit dat de NEN-norm 7779 geschreven is voor milieumatrices, is deze ook toepasbaar voor andere matrices. Meetonzekerheid kan zowel in relatieve als in absolute waarden worden uitgedrukt. Bij de officiële controles van diervoeders is nog niet altijd duidelijk wanneer al dan niet rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. Het doel van dit rapport is om in kaart te brengen wat wettelijk geregeld is en om aanbevelingen te doen voor het rekening houden met meetonzekerheid in keuringsbeslissingen. Om vast te kunnen stellen of al dan niet rekening gehouden moet worden met de meetonzekerheid bij de keuringsbeslissing moet bekend zijn of er bij het opstellen van normen al rekening is gehouden met de meetonzekerheid. Is dit laatste het geval, dan zou bij de keuringsbeslissing geen rekening meer gehouden hoeven te worden met de meetonzekerheid.

In dit rapport zal alleen gekeken worden naar chemische analysemethoden. De meetonzekerheid bij microbiologische methoden en GMO-onderzoek wordt buiten beschouwing gelaten.



## **2 Meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen**

### **2.1 Keuringsbeslissingen**

Op het gebied van de officiële controle van diervoeders kunnen verschillende scenario's voor keuringsbeslissingen onderscheiden worden, zoals:

1. Overschrijdt de concentratie van een stof de toegestane maximum limiet?

Deze situatie is van toepassing bij ongewenste stoffen (zie 3.2) en sommige toevoegingsmiddelen (zie 3.6).

2. Valt het gehalte van een stof buiten een range van toegelaten concentraties? Minimum en maximum gehalten zijn bijvoorbeeld vastgesteld voor een aantal toevoegingsmiddelen (zie 3.6).

3. Is een verboden stof of een niet-geregistreerd toevoegingsmiddel aanwezig? Indien een verboden stof of een niet-geregistreerde stof wordt gevonden, dient in ieder geval de identiteit bevestigd te worden. Bij een verboden stof of niet-geregistreerde stof is het gehalte in principe niet relevant; kwantitatieve bepalingen zouden dan ook niet uitgevoerd hoeven te worden en meetonzekerheid zou dan geen rol spelen. De praktijk leert echter dat bevoegde autoriteiten ook in geval van verboden stoffen of niet-geregistreerde toevoegingsmiddelen soms willen weten wat het gehalte van de stof is. Bijvoorbeeld op verzoek van het Openbaar Ministerie om vast te stellen of er mogelijk sprake is van doelbewust toevoegen of van versleping. Ook voor risicobepaling en risicobeheersing van volks- en diergezondheid en de bepaling van de proportionaliteit van de te nemen maatregelen willen de bevoegde autoriteiten dat het gehalte van een niet-geregistreerde of verboden stof gekwantificeerd wordt.

4. Is een gehalte van een stof conform de declaratie? Deze situatie is van toepassing bij waardegevende bestanddelen, zoals ruw eiwit, ruw vet en ruwe celstof (zie 3.4), gemedicineerde voeders (3.5) en toevoegingsmiddelen (3.6).

### **2.2 Gevolgen van het al dan niet gebruiken van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen**

Er bestaat nog geen algemeen geaccepteerde werkwijze voor het gebruik van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. In het rapport van de Europese Commissie "Relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation" [2] wordt duidelijk gemaakt welke gevolgen kunnen optreden indien wel of geen rekening gehouden wordt met meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Aan de hand van een voorbeeld van een keuringsbeslissing m.b.t. de mogelijke overschrijding van een maximum toegestaan gehalte worden er vier situaties beschreven. Een illustratie van de vier situaties is weergegeven in Figuur 1.

1. Het analyseresultaat samen met de meetonzekerheid overschrijdt het maximum toegestane gehalte. Alle bevoegde autoriteiten zullen het monster beschouwen als afwijkend ten opzichte van de specificatie.

2. Het analyseresultaat overschrijdt het maximum toegestane gehalte met een waarde kleiner dan de meetonzekerheid. Sommige bevoegde autoriteiten zullen het monster accepteren als ze

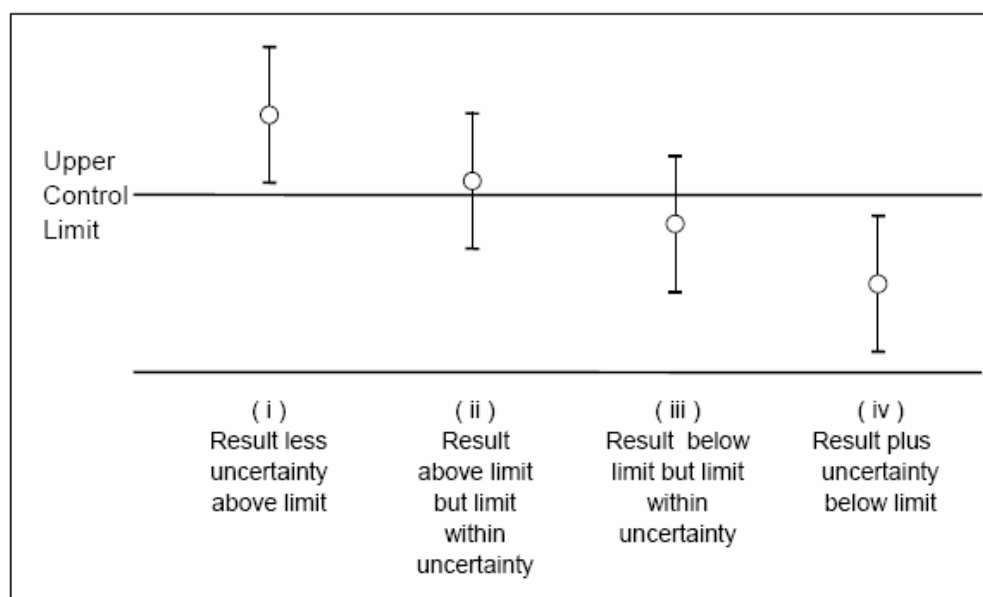
rekening houden met de meetonzekerheid. Anderen zullen de meetonzekerheid negeren en zullen het monster als afwijkend beschouwen. Er zijn landen die in geval van bijvoorbeeld pathogene micro-organismen er voor kiezen om een monster als afwijkend te beschouwen indien er een kans is dat het monster deze pathogenen bevat.

3. Het analyseresultaat is lager dan het maximum toegestane gehalte met een waarde kleiner dan de meetonzekerheid. In het algemeen zullen de bevoegde autoriteiten het monster accepteren.

4. Het analyseresultaat is lager dan het maximum toegestane gehalte met een waarde groter dan de meetonzekerheid. Alle bevoegde autoriteiten zullen het monster accepteren.

In situatie 2 en 3 is het dus mogelijk dat door verschillende bevoegde autoriteiten niet dezelfde keuringsbeslissing wordt genomen. In het vermelde rapport van de Europese Commissie wordt aanbevolen om wel rekening te houden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. De waarde van het analyseresultaat minus de meetonzekerheid wordt gebruikt om deze te vergelijken met het maximum toegestane gehalte. Indien deze waarde groter is dan het maximum toegestane gehalte is zonder redelijke twijfel zeker dat de concentratie van de analyt in het monster groter is dan het maximum toegestane gehalte.

De aanbeveling in het rapport van de Europese Commissie is echter nog geen algemene wetgeving.



*Figuur 1. Keuringsbeslissing t.a.v. mogelijke overschrijding maximum gehalte*

Indien wel standaard de meetonzekerheid wordt toegepast bij keuringsbeslissingen, is het ook nog mogelijk dat er verschillen in de beslissing optreden. Doordat laboratoria zelf de meetonzekerheid van een methode vaststellen, zullen er verschillen in de meetonzekerheden voorkomen. Dit wordt onder andere veroorzaakt door het gebruik van verschillende methoden om de meetonzekerheid vast te stellen. Laboratoria kunnen de meetonzekerheid onderschatten en onrealistisch kleine meetonzekerheden rapporteren. Op basis van de resultaten van deze laboratoria zullen relatief meer monsters afgekeurd worden. Anderzijds is het mogelijk dat

laboratoria een ruime marge aanhouden en hierdoor een grote meetonzekerheid opgeven. Op basis van de resultaten van deze laboratoria zullen relatief minder monsters afgekeurd worden. Voorbeeld: stel laboratorium x vindt een gehalte van 110 met een meetonzekerheid van 5 en laboratorium y vindt een gehalte van 112 met een meetonzekerheid van 15. Bij een maximum limiet van 100 zal op basis van de resultaten van laboratorium x het monster worden afgekeurd ( $110 - 5 > 100$ ) en op basis van de resultaten van laboratorium y worden goedgekeurd ( $112 - 15 < 100$ ).

Door gezamenlijk binnen de branche een meetonzekerheid per analysemethode vast te stellen, kunnen de hierdoor veroorzaakte verschillen in keuringsbeslissingen voorkomen worden.

Echter ook dan kunnen nog verschillen optreden in de keuringsbeslissing. Voorbeeld: stel laboratorium x vindt een gehalte van 125 en laboratorium y vindt een waarde van 113. De door de branche vastgestelde meetonzekerheid is 15 en de maximum limiet bedraagt 100. Laboratorium x geeft aan dat het monster niet voldoet aan de norm ( $125 - 15 > 100$ ), laboratorium y geeft aan dat het monster wel voldoet aan de norm ( $113 - 15 < 100$ ), terwijl het verschil in gevonden waarden tussen de laboratoria kleiner is dan de branche meetonzekerheid. Indien labspecifieke meetonzekerheden gebruikt zouden worden, dan is het mogelijk dat beide laboratoria wel dezelfde conclusie trekken. Stel dat in genoemd voorbeeld laboratorium x een meetonzekerheid van 20 heeft en laboratorium y een meetonzekerheid van 10, dan geven beide laboratoria aan dat het monster niet voldoet aan de norm (laboratorium x:  $125 - 20 > 100$ , laboratorium y:  $113 - 10 > 100$ ). De bevoegde autoriteit dient dus altijd rekening te houden met het feit dat zowel meetwaarden als meetonzekerheden van laboratoria onderling kunnen verschillen. Bij waarden die de norm met een kleine waarde overschrijden bestaat het risico dat een overschrijding van de norm met succes wordt aangevochten, wanneer een contra-monster bij een ander laboratorium wordt onderzocht.

### **3 Regelgeving betreffende de officiële controle van diervoeders in relatie tot meetonzekerheid**

#### **3.1 Algemene wetgeving diervoeders**

De basisregels met betrekking tot diervoeders (en levensmiddelen) zijn vastgelegd in Verordening (EG) nr. 178/2002 [3]. Naast dit basisvoorschrift is er ook meer specifieke wetgeving op het gebied van diervoeders, zoals diervoeding met medicinale werking, residuen en verontreinigende stoffen en diervoederadditieven.

In verordening 882/2004 [4] zijn algemene voorschriften vastgelegd voor de uitvoering van officiële controles op de naleving van de wetgeving inzake diervoeders en levensmiddelen en de voorschriften inzake diergezondheid en dierenwelzijn. In deze verordening is niets opgenomen over het al dan niet meenemen van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. De lidstaten dienen aan de hand van de algemene communautaire richtsnoeren meerjarige nationale controleplannen in te stellen en toe te passen.

Jaarlijks worden door de Commissie aanbevelingen gedaan voor dit controleprogramma. Voorbeelden hiervan zijn aanbeveling 2005/187/EG [5] voor 2005 en aanbeveling 2005/925/EG [6] voor 2006. Deze aanbevelingen bevatten geen normen of vermeldingen m.b.t. meetonzekerheid.

Richtlijn 70/373/EEG [7] vormt de basis voor het invoeren van gemeenschappelijke bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders. De analysemethoden zijn in diverse richtlijnen vastgesteld. Zowel in richtlijn 70/373/EEG als in richtlijnen waarin de analysemethoden zijn vastgesteld, wordt niets vermeld over meetonzekerheid, m.u.v. richtlijn 71/250/EEG [8]. In de geconsolideerde versie van 16-02-2005 is opgenomen dat de meetonzekerheid vermeld dient te worden bij het analysesresultaat bij ongewenste stoffen in de zin van richtlijn 2002/32/EG [9]. Zie ook paragraaf 3.2.

In Nederland zijn zaken aangaande diervoeders geregeld in de Kaderwet Diervoeders [10]. Hierin is onder meer vastgelegd dat analyses dienen te geschieden overeenkomstig de bij communautaire maatregel vastgestelde methoden, of, voorzover deze methoden niet zijn vastgesteld, overeenkomstig door de minister vastgestelde of goedgekeurde methoden. In de Kaderwet Diervoeders wordt niet vermeld hoe omgegaan dient te worden met de meetonzekerheid.

#### **3.2 Ongewenste stoffen**

Volgens richtlijn 2002/32/EG zijn ongewenste stoffen: alle stoffen en producten, met uitzondering van ziekteverwekkers, die aanwezig zijn in en/of op het product dat is bedoeld voor het voederen van dieren en die een potentieel gevaar opleveren voor de gezondheid van mens en dier of voor het milieu of die de dierlijke productie ongunstig kunnen beïnvloeden. In bijlage I van richtlijn 2002/32/EG is een overzicht van ongewenste stoffen opgenomen in diverse producten met bijbehorende maximum gehalten in mg/kg (ppm) van de voedermiddelen, herleid tot een vochtpercentage van 12%. Opgenomen ongewenste stoffen

zijn: arseen, lood, fluor, kwik, nitriet, cadmium, aflatoxine B1, blauwzuur, vrij gossypol, dioxine, enz.

In de richtlijn is niet aangegeven of bij het vaststellen van de maximum gehalten rekening is gehouden met de meetonzekerheid.

In de bijlage van richtlijn 2005/6/EG [11] is het volgende opgenomen m.b.t. het gebruik van de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen:

"Voor ongewenste stoffen in de zin van richtlijn 2002/32/EG, met inbegrip van dioxinen en dioxineachtige PCB's, wordt een product dat bedoeld is voor het voederen van dieren als niet in overeenstemming met het vastgestelde maximum gehalte beschouwd als het resultaat van de analyse dat maximum gehalte overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor de terugvinding. Aan de hand van de gemeten concentratie, gecorrigeerd voor de terugvinding en na aftrek van de meetonzekerheid, wordt nagegaan of aan het maximum gehalte wordt voldaan. Dit geldt alleen als de meetonzekerheid en de correctie voor de terugvinding voor de gebruikte analysemethode kunnen worden bepaald (dus bijvoorbeeld niet voor microscopisch onderzoek). Het analyseresultaat wordt als volgt weergegeven (voorzover de meetonzekerheid en het terugvindingspercentage voor de gebruikte analysemethode kunnen worden bepaald):

- a) al dan niet gecorrigeerd voor de terugvinding, waarbij de wijze van weergeven en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld;
- b) als „ $x \pm U$ ”, waarbij  $x$  het analyseresultaat is en  $U$  de uitgebreide meetonzekerheid, met een dekkingsfactor 2, zodat een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % wordt verkregen”. Richtlijn 2005/6/EG is van kracht met ingang van februari 2006.

### **3.3 Verboden stoffen (niet-toegestane stoffen)**

In het kader van richtlijn 96/23/EG [12], controlemaatregelen t.a.v. residuen in levende dieren en dierlijke producten, kunnen ook diervoeders onderzocht worden op aanwezigheid van niet-toegestane stoffen. Deze niet-toegestane stoffen staan vermeld in bijlage I van richtlijn 96/23/EG met een verwijzing naar bijlage IV van verordening 2377/90 [13] en omvatten o.a. chlooramphenicol, chloroform en nitrofuranen. In richtlijn 96/23/EG is niets opgenomen over meetonzekerheid. In beschikking 2002/657/EG [14] zijn validatiecriteria beschreven waaraan de analysemethoden, die worden gebruikt voor het onderzoek van officieel genomen monsters in het kader van richtlijn 96/23/EG, moeten voldoen. Daarnaast zijn criteria gegeven voor de interpretatie van analyseresultaten van laboratoria voor officiële controles, waarbij met name specificiteit en selectiviteit van de methode een belangrijke rol spelen. In 2002/657/EG wordt het begrip beslissingsgrens ( $CC\alpha$ ) gehanteerd, waarbij  $\alpha$  de kans op een vals-positieve bevinding weergeeft en in feite een vorm van meetonzekerheid is. Bij verboden stoffen wordt deze beslissingsgrens door het laboratorium gebruikt om te bepalen of de analyt al dan niet aanwezig is. Indien een verboden stof wordt aangetroffen, dient de identiteit bevestigd te worden. De beslissingsgrens is vervolgens niet meer van belang voor de bevoegde autoriteiten. Onder verboden stoffen vallen ook die toevoegingsmiddelen, waarvoor volgens verordening (EG) 1831/2003 [15] geen vergunning is verleend. Zie verder voor toevoegingsmiddelen paragraaf 3.6.

### **3.4 Analytische bestanddelen (o.a. waardegevende bestanddelen als eiwit, vet, celstof e.d.)**

In bijlage A van richtlijn 79/373/EEG [16] zijn voor mengvoeders toleranties (= maximaal toelaatbare verschillen tussen gemeten en gedeclareerde gehalten) opgegeven voor vocht, ruwe as en in zoutzuur onoplosbare as, ruw eiwit, ruw vet, ruwe celstof, totaal suikers, zetmeel en totaal suikers plus zetmeel, natrium, kalium, magnesium, totaal fosfor en calcium, methionine, lysine, threonine, cystine en tryptofaan.

In deel VII van bijlage A van richtlijn 96/25/EG [17] zijn voor voedermiddelen toleranties gegeven voor de gehalten vocht, ruwe as en in zoutzuur oplosbare as, ruw eiwit, ruw vet, ruwe celstof, totaal suikers, reducerende suikers, saccharose, lactose, glucose, zetmeel en inuline, fosfor totaal, natrium, calciumcarbonaat, calcium, magnesium, zuurgetal, in ether oplosbare bestanddelen, als NaCl uitgedrukte chloride, caroteen, vitamine A en xanthofyl, methionine, lysine en vluchtige stikstofbasen.

In de beide EG-richtlijnen is niet aangegeven of bij het vaststellen van toleranties rekening is gehouden met de meetonzekerheid. Ook is niet aangegeven of bij de keuringsbeslissing rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid.

### **3.5 Gemedicineerde voeders**

In richtlijn 90/167/EEG “Diervoeders met medicinale werking” [18] zijn geen normen opgenomen. Controle van de bevoegde instanties richt zich op naleving van de richtlijn in alle stadia van productie en afzet en of het gebruik van gemedicineerde voeders overeenkomstig gebruiksvoorwaarden en wachttijden is. Dit laatste gebeurt d.m.v. steekproefcontroles op veehouderijbedrijven en slachterijen. Diervoeders met medicinale werking mogen slechts worden bereid uit voormengsels voor diervoeders met medicinale werking waarvoor overeenkomstig richtlijn 2001/82/EG [19] een vergunning is afgegeven.

Er zijn geen minimum of maximum gehalten gesteld aan de gemedicineerde diervoeders; in de praktijk vindt controle plaats op declaratie. In de genoemde richtlijnen is niet aangegeven hoe omgegaan dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Op nationaal niveau zijn bepalingen met betrekking tot gemedicineerd voer opgenomen in de wet van 27 juni 1985, houdende regelen met betrekking tot diergeneesmiddelen [20]. Ook in deze wet is niets opgenomen met betrekking tot meetonzekerheid.

### **3.6 Toevoegingsmiddelen voor diervoeders**

In verordening (EG) 1831/2003 van het Europees Parlement en de Raad van 22 september 2003 betreffende toevoegingsmiddelen voor diervoeding zijn procedures vastgesteld voor het verlenen van vergunningen, het in de handel brengen en het gebruik van toevoegingsmiddelen voor diervoeders en voor het toezicht hierop.

In bijlage I van de verordening wordt een categorie-indeling gegeven, met een onderverdeling in groepen (zie Bijlage 1). Vergunningen worden verleend d.m.v. een verordening; voorbeelden

hiervan zijn verordening 479/2006 [[21] en 492/2006 [[22]. Voortkomend uit verordening (EG) 1831/2003, wordt door de Europese Commissie een register bijgehouden van additieven die op de markt gebracht mogen worden. De meest recente versie van dit register is van oktober 2006 (Community Register of Feed Additives pursuant to Regulation (EC) No 1831/2003) [23]. In de vergunningen zijn voor een aantal stoffen minimum en maximum gehalten opgenomen, bijvoorbeeld voor coccidiostatica. Voor andere stoffen zijn alleen maximum gehalten opgenomen (bijvoorbeeld sporenelementen en antioxidanten) of zijn geen minimum of maximum gehalten vastgesteld (vrijgelaten stoffen). Voorbeelden van de laatstgenoemde groep zijn diverse antioxidanten en kleurstoffen.

Uit de verordeningen en uit het register wordt niet duidelijk of bij het vaststellen van minimum en maximum gehalten al dan niet de meetonzekerheid is meegenomen. Ook is niet opgenomen hoe omgegaan dient te worden met meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Voor één van de categorieën in verordening (EG) 1831/2003, verbindingen van sporenelementen, is een wijziging van de toelatingsvoorwaarden vastgesteld in verordening (EG) 1334/2003 [24]. In deze verordening worden maximum gehalten gegeven voor de sporenelementen Fe, Co, Cu, Mn en Zn in mg/kg volledig diervoeder of in mg/dag. In de overwegingen is het volgende opgenomen onder punt 4: "Het in diervoeders toegestane maximum gehalte aan sporenelementen moet worden berekend met inachtneming van niet alleen de fysiologische behoeften van de dieren, maar ook andere aspecten zoals de gemiddelde behoeften en de variaties in de voedingsbehoeften, de noodzaak om in de behoeften van het grootste deel van de dierpopulaties te voorzien en mogelijk inefficiënt gebruik van nutriënten". In de overwegingen is niet opgenomen of ook rekening moet worden gehouden met de meetonzekerheid bij het vaststellen van de maximum gehalten. In de verordening is evenmin opgenomen hoe omgegaan dient te worden met meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Eén van de uitgangspunten van verordening (EG)1831/2003 is dat alleen toevoegingsmiddelen waarvoor volgens de procedure van de verordening een vergunning is verleend, onder de in de vergunning gespecificeerde voorwaarden in de handel gebracht, gebruikt en in diervoeding verwerkt mogen worden. In de praktijk betekent dit dat behalve op gehalten aan stoffen, waarvoor minimum en/of maximum gehalten zijn vastgesteld, ook gecontroleerd wordt op niet geregistreerde stoffen (voorbeeld Cu-EDTA) en voormalig geregistreerde stoffen (voorbeeld avilamycine).

In het besluit PDV Bemonsterings- en keuringsprocedure diervoedersector 2003 [25] zijn in bijlage IV toleranties opgenomen voor toevoegingsmiddelen en het bijbehorende doseringsniveau voor de categorieën A (antibiotica, m.i.v. 1 januari 2006 verboden), D (coccidiostatica) en J (groeibevorderende stoffen) in mengvoeders en voormengsels. De categorie-indeling komt niet meer overeen met de categorie-indeling in verordening 1831/2003. In het besluit is niet aangegeven of bij het vaststellen van toleranties rekening is gehouden met de meetonzekerheid.

In de nu nog van toepassing zijnde Richtsnoeren voor de beoordeling van toevoegingsmiddelen in diervoeding (Richtlijn 2001/79/EG) [26], waarin is vastgelegd welke informatie door een aanvrager moet worden geleverd bij aanvragen voor de toelating van toevoegingsmiddelen,

wordt niet geëist dat informatie over de meetonzekerheid van de analysemethoden moet worden verstrekt. Momenteel wordt door het Permanent Comité Diervoeders gewerkt aan nieuwe richtsnoeren. In het concept dat nu circuleert (doc. SANCO/426/2005 Rev 3 d.d. 30 mei 2007) [27] wordt als eis gesteld dat voor analysemethoden voor het additief in o.a. diervoeders en voormengsels de gegevens over de meetonzekerheid moeten worden verstrekt.



## 4 Discussie

### 4.1 Gebruik van meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen

Uit de gegevens in hoofdstuk 3 blijkt dat in de wetgeving m.b.t. diervoeders zeer weinig vastgelegd is met betrekking tot het toepassen van de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen. Alleen op het gebied van ongewenste stoffen is via richtlijn 2005/6/EG geregeld dat bij ongewenste stoffen in de zin van richtlijn 2002/32/EG bij de keuringsbeslissing de meetonzekerheid in acht genomen dient te worden. Tevens blijkt dat uit de diervoederwetgeving niet achterhaald kan worden of bij het opstellen van normen en toleranties rekening is gehouden met de meetonzekerheid.

Daarnaast blijkt uit documenten van het Europese Comité voor Standaardisatie (CEN) dat er bij het opstellen van Europese standaarden voor analysemethoden nog geen eisen worden gesteld aan de meetonzekerheid. Ondanks het feit dat de werkgroep CEN/BT/WG 122 aanbevelingen heeft gedaan om in elke nieuwe Europese Standaard m.b.t. een kwantitatieve analysemethode een vermelding op te nemen m.b.t. de meetonzekerheid [28] en resolutie BT 21/2003 die de Technical Board van de CEN hierover heeft uitgevaardigd [29], wordt meetonzekerheid in de praktijk nog niet bij alle nieuwe standaarden opgenomen. Voorbeelden hiervan zijn de nieuwe (ontwerp)normen voor bepaling van cadmium en lood in diervoeders m.b.v. GF-AAS [30] en de bepaling van aflatoxine B1 in diervoeders [31].

Door het EU-deskundigencomité Analysemethoden voor Diervoeders (CEMA), een adviescommissie van het Permanent Comité Diervoeders, is in 1998 een notitie opgesteld over hoe om te gaan met verschillen tussen gemeten en gedeclareerde gehalten voor diervoederadditieven. Doel was om in eerste instantie voor antimicrobiële groeibevorderaars (inmiddels verboden), coccidiostatica en groeibevorderende stoffen binnen de EU te komen tot uniformering van toleranties in voer. In het advies vanuit de CEMA (document VI/6895/98) [32] wordt o.a. het volgende geconcludeerd:

Toleranties moeten worden toegestaan omdat variatie optreedt zowel bij de productie van diervoeders als tijdens het proces van testen. Het vaststellen van toleranties gebeurt om toevallige fouten af te dekken, die niet objectief te vermijden zijn.

De variatie tussen de gemeten waarde en de gedeclareerde waarde bestaat uit twee componenten:

- de pre-analytische spreiding, bestaande uit de spreiding in het productieproces en de spreiding bij de monstername;
- de analytische spreiding (verschil tussen de samenstelling van het analysemonster en het gecertificeerde test resultaat (tegenwoordig meetonzekerheid));

Met deze twee componenten dient rekening gehouden te worden bij het vaststellen van toleranties. Er worden in het document twee situaties onderscheiden:

- bij het vaststellen van toleranties voor het tussenliggende gebied (tussen een minimum en een maximum concentratie) dient rekening gehouden te worden met zowel de analytische spreiding als de pre-analytische spreiding;

- bij het vaststellen van toleranties voor minimum of maximum concentraties dient rekening gehouden te worden met de analytische spreiding en de monsternamespreiding.

In dit geval wordt dus geen rekening gehouden met de spreiding in het productieproces. Als argument wordt hiervoor gebruikt dat indien spreiding in het productieproces toegestaan wordt aan de bovenkant van de range, het werkelijke gehalte van de analyt mogelijk hoger is dan de vastgestelde maximum dosis en dat dan de discussie over de noodzaak voor aanvullend toxicologisch onderzoek opnieuw gestart wordt.

In werkdocument VI/6335/99 rev2-fin SANCO / 3129/99 [33] van CEMA is een tabel opgenomen met wettelijke normen voor verschillende stoffen (antibiotica, coccidiostatica en groeibevorderende stoffen) waarbij vervolgens een tolerantie is aangegeven voor de minimum concentratie, het tussenliggende gebied en de maximum concentratie. Hieruit is af te leiden dat bij het opstellen van de wettelijke normen nog geen rekening is gehouden met meetonzekerheid.

Het advies van de CEMA is niet omgezet in wetgeving vanwege het feit dat een groot aantal van de bovengenoemde additieven (nl. de antibiotica en de groeibevorderende stoffen) in de jaren na 1998 zijn verboden als diervoederadditief (persoonlijke mededeling F. Verstraete, DG SANCO). De tabellen in werkdocument VI/6335/99 rev2-fin SANCO / 3129/99 zijn dan ook niet verder gebruikt in dit rapport.

In 1999 is de “Scientific co-operation (SCOOP) task on the preparation of a working document in support of the uniform interpretation of legislative standards and the laboratory standards prescribed under Directive 93/99/EG” gestart met een project met als doel aanbevelingen te doen aan de Commissie en lidstaten m.b.t. zaken die kunnen leiden tot niet geharmoniseerde beslissingen bij de controle van levensmiddelen. Deze aanbevelingen zijn gedaan in het rapport “Preparation of a working document in support of the uniform interpretation of legislative standards and the laboratory quality standards prescribed under Directive 93/99/EEC” [34]. Uit het rapport blijkt dat in het merendeel van de lidstaten rekening wordt gehouden met de meetonzekerheid bij vergelijking van een resultaat met wettelijke limieten of normen. Er zijn verschillen tussen lidstaten, maar ook binnen lidstaten komen situaties voor waarbij in het ene geval wel en in het andere geval geen rekening wordt gehouden met de meetonzekerheid. Een voorbeeld waarbij geen rekening gehouden wordt met de meetonzekerheid is het geval waarin bij het opstellen van de wettelijke limiet al rekening gehouden is met de meetonzekerheid (Frankrijk, “Rural Code: Chemical residues, beslisgrens = wettelijke norm + de meetonzekerheid).

Daarnaast blijkt uit het rapport dat bij het vaststellen van limieten en normen geen uniforme werkwijze wordt toegepast wanneer het gaat om het rekening houden met de meetonzekerheid. In een aantal lidstaten wordt geen rekening gehouden met de meetonzekerheid bij het opstellen van limieten, in sommige lidstaten wordt soms wel en soms geen rekening gehouden met de meetonzekerheid en een enkele lidstaat heeft aangegeven dat de meetonzekerheid indirect wel wordt meegenomen.

In het rapport wordt aanbevolen om een werkgroep te installeren die de zaken die mogelijk aanleiding geven tot inconsistenties verder te onderzoeken, zoals het gebruik van meetonzekerheid bij de beoordeling of een resultaat voldoet aan een wettelijke limiet en het rekening houden met de meetonzekerheid bij het opstellen van wettelijke limieten.

In het rapport “Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation” [2] wordt aanbevolen dat bevoegde autoriteiten rekening houden met de meetonzekerheid om te bepalen of een resultaat voldoet aan de specificaties bij controle van levensmiddelen en diervoeding. Alleen indien het resultaat van de analyse minus de meetonzekerheid groter is dan de vastgestelde maximum limiet kan “zonder redelijke twijfel” zeker gesteld worden dat het monster niet voldoet aan de specificatie.

Ook de Codex Committee on Methods of analysis and sampling beveelt in het document “The use of analytical results: sampling plans, relationships between the analytical results, the measurement uncertainty, recovery factors and provisions in codex standards” [35] aan om meetonzekerheid te gebruiken bij de beslissing of een analytisch resultaat voldoet aan een specificatie. Hierbij wordt wel de kanttekening geplaatst dat dit niet toegepast wordt in situaties waarbij een direct gevaar voor de volksgezondheid aanwezig is, bijvoorbeeld in geval van voedselpathogenen.

In Europese wetgeving m.b.t. andere gebieden dan diervoeders is steeds vaker opgenomen dat partijen niet in overeenstemming met het vastgestelde maximum gehalte worden beschouwd indien het analyseresultaat het maximum gehalte overschrijdt, rekening houdend met de meetonzekerheid. Voorbeelden hiervan zijn verordening (EG) 199/2006 [36], richtlijn 2004/16/EG [37], richtlijn 2005/38/EG [38] en richtlijn 2004/43/EG [39].

Uit bovenstaande rapporten komt naar voren dat het belangrijk is om al bij het opstellen van limieten, normen en toleranties rekening te houden met meetonzekerheden. In richtlijnen dient duidelijk tot uitdrukking te komen of in de vastgestelde limiet, norm of tolerantie de meetonzekerheid al verwerkt is of dat bij de keuringsbeslissing rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid.

Gezien de genoemde aanbevelingen en recente Europese wetgeving, lijkt het gerechtvaardigd om te stellen dat bij kwantitatieve analyses rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen, zolang niet duidelijk is of bij het opstellen van limieten, normen en toleranties al rekening is gehouden met de meetonzekerheid. Op deze manier wordt het voordeel van de twijfel gegeven aan de betreffende producent of leverancier. Dit is consistent met de eis dat het aantoonbaar moet zijn dat een limiet “zonder redelijke twijfel” is overschreden. [40]

Voor de keuringsbeslissingen genoemd in paragraaf 2.1 kan de meetonzekerheid op de volgende wijze worden toegepast.

1. Overschrijdt een concentratie van een stof de toegestane maximum limiet?  
De maximum limiet wordt overschreden indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de toegestane maximum limiet.

Voorbeeld 1.1: volgens richtlijn 2002/32/EG is het maximum gehalte van cadmium in voedermiddelen van plantaardige oorsprong 1,0 mg/kg. Er wordt in monster A 1,5 mg/kg gevonden met een meetonzekerheid van 20%.

Keuringsbeslissing: in monster A wordt de maximum limiet overschreden, omdat het analytisch resultaat (1,5 mg/kg) minus de meetonzekerheid (0,3 mg/kg) groter is dan de maximum limiet.

Voorbeeld 1.2: volgens verordening 1334/2003/EG is het maximum gehalte aan koper in biggenvoeder tot 12 weken 170 mg/kg en de meetonzekerheid van de methode is 25 mg/kg op het gemeten niveau. Er wordt in monster B 196 mg/kg gemeten.

Keuringsbeslissing: in monster B wordt het maximum gehalte overschreden, omdat het analytisch resultaat (196 mg/kg) minus de meetonzekerheid (25 mg/kg) hoger is dan het toegestane maximum gehalte (171 mg/kg > 170 mg/kg).

## 2. Valt het gehalte van een stof buiten een range van toegelaten concentraties?

Bij de vraag of een gehalte van een stof valt buiten een range van toegelaten concentraties kan geconcludeerd worden dat dit het geval is indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan het vastgestelde maximum gehalte of indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan het vastgestelde minimum gehalte.

Voorbeeld 2.1: Op basis van verordening 1464/2004 [41] is het toevoegingsmiddel Narasin (Monteban) toegelaten in de range van 60-70 mg/kg als coccidiostaticum in voer voor vleeskuikens. De meetonzekerheid van de methode is 25% op dit niveau. Er wordt 49 mg/kg in monster C gevonden.

Keuringsbeslissing: het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid is  $49 + 12$  mg/kg is groter dan het vastgestelde minimum gehalte (60 mg/kg). Er is dus geen sprake van een afwijkend gehalte in monster C.

## 3. Is een verboden stof of een niet-geregistreerd toevoegingsmiddel aanwezig?

In dit geval is in principe de meetonzekerheid niet van belang voor de keuringsbeslissing. Voor niet-toegestane stoffen zijn geen maximum gehalten vastgesteld en er kan volstaan worden met een bevestiging van de identiteit. Indien de bewuste stof wordt aangetroffen, voldoet het monster niet aan de wettelijke eis. Zoals al aangegeven in paragraaf 2.1 wordt door de bevoegde autoriteiten in een aantal gevallen toch gevraagd om een kwantitatieve bepaling, om vast te kunnen stellen of de stof doelbewust is toegevoegd of dat er sprake is van versleping. De vraag is of dan ook de meetonzekerheid gerapporteerd moet worden. De meetonzekerheid hoeft in dit geval niet meegenomen te worden bij de toetsing aan een norm en geeft alleen informatie over de spreiding van het meetresultaat. Omdat het gerapporteerde resultaat slechts indicatief is, is de rapportage van de meetonzekerheid niet noodzakelijk.

## 4. Is een gehalte van een stof conform de declaratie?

Bij deze vraagstelling moet in feite onderscheid gemaakt worden tussen twee situaties:

- a. stoffen waarvoor toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties; dit is het geval bij analytische bestanddelen (3.4);
- b. stoffen waarvoor geen toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties, dit is het geval bij gemedicineerde voeders (3.5) en toevoegingsmiddelen (3.6)

In situatie a dient rekening gehouden te worden met de gestelde toleranties (maximaal toelaatbare verschillen tussen gemeten en gedeclareerde gehalten).

Analoog aan het gestelde bij vraagstelling 2 zou hier moeten gelden dat de stof niet conform declaratie is, indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de bovengrens van de tolerantie of indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan de ondergrens van de tolerantie.

Echter in de praktijk wordt in geval van waardegevende bestanddelen bij een analytisch resultaat groter dan de bovengrens of kleiner dan de ondergrens van de tolerantie gesteld dat deze niet conform declaratie is. Ondanks het feit dat uit de richtlijnen niet duidelijk wordt of bij het vaststellen van toleranties rekening is gehouden met de meetonzekerheid (zie 3.4) wordt hier blijkbaar niet het voordeel van de twijfel gegeven aan de betreffende producent of leverancier, maar aan de afnemer. Kennelijk is hier algemene overeenstemming over dat de meetonzekerheid al in de toleranties verwerkt zijn.

Voorbeeld 4.1: De declaratie op een diervoeder vermeldt 24% ruw eiwit. In monster D wordt 21% ruw eiwit bepaald met een meetonzekerheid van 8%. Volgens richtlijn 79/373/EEG is de tolerantie voor een geconstateerd gehalte kleiner dan het opgegeven gehalte 2 eenheden voor gehalten van 20% en meer.

Keuringsbeslissing: er is sprake van een afwijkend resultaat omdat het analytisch resultaat kleiner is dan het opgegeven gehalte minus de tolerantie ( $21 < 24 - 2$ ). De meetonzekerheid wordt niet meegenomen in de keuringsbeslissing vanwege de gangbare praktijk.

In situatie b wordt de meetonzekerheid wel in de keuringsbeslissing meegenomen.

Een analytisch resultaat is afwijkend van de declaratie in geval van een analytisch resultaat lager dan de declaratie indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan de gedeclareerde waarde. In geval van een analytisch resultaat hoger dan de declaratie is het resultaat afwijkend indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de gedeclareerde waarde.

Voorbeeld 4.2: Op basis van verordening 1464/2004 is het toevoegingsmiddel Narasin (Monteban) toegelaten in de range van 60-70 mg/kg als coccidiostaticum in voer voor vleeskuikens. De meetonzekerheid van de methode is 25% op dit niveau. De declaratie vermeldt 65 mg/kg. Er wordt 46 mg/kg narasin in monster E gevonden.

Keuringsbeslissing: Het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid ( $46 + 11,5 = 57,5$ ) is kleiner dan de gedeclareerde waarde en er is sprake van een afwijkend resultaat.

In de tabel in Bijlage 2 zijn voorbeelden opgenomen van voorkomende groepen stoffen in diervoeders en diervoedergrondstoffen, waarbij aangegeven is welke keuringsbeslissing toegepast moet worden.

## 4.2 Overige vraagstukken bij keuringsbeslissingen

Behalve het al dan niet rekening houden met meetonzekerheid spelen nog andere vraagstukken een rol bij het nemen van keuringsbeslissingen, zoals het monsternameplan, variatie in de monstername, het al dan niet rekening houden met het terugvindingspercentage en het aantal significante cijfers van een analyseresultaat. In sommige landen wordt een regime toegepast, waarbij elk monster moet voldoen aan de specificatie, terwijl in andere landen het gemiddelde van de monsters moet voldoen aan de specificatie. [40].

Wat betreft het aantal significante cijfers, maakt het uit of een maximum gehalte wordt uitgedrukt als 1 mg/kg, 1,0 mg/kg of 1,00 mg/kg. In genoemde gevallen voldoet een resultaat, wanneer dit ligt in de range van respectievelijk 0 - 1,4 mg/kg, 0 - 1,04 mg/kg en 0 - 1,004 mg/kg. Wanneer in wetgeving het aantal significante cijfers duidelijk vermeld is (bijvoorbeeld als 2,0 of 0,40), dient het resultaat in hetzelfde aantal significante cijfers gerapporteerd worden. Indien het aantal significante cijfers van het resultaat niet voorgeschreven is, zal het resultaat moeten worden vermeld in één significant cijfer meer dan de norm. [2]

Door de Codex Commission on Methods of Analysis and Sampling wordt in het rapport “The use of analytical results: sampling plans, relationships between the analytical results, the measurement uncertainty, recovery factors and provisions in codex standards” [35] m.b.t. deze vraagstukken aanbevolen om de volgende informatie op te nemen bij het vaststellen van Codex Standaarden:

1. Het toe te passen monsternameplan, dat het volgende moet weergeven:
  - of de specificatie geldt voor elk item in een batch, voor een gemiddelde van een partij of voor het gedeelte dat niet conform is;
  - het toe te passen kwaliteitsniveau;
  - de condities waarbij een batch geaccepteerd wordt in relatie tot de kwantitatieve en kwalitatieve kenmerken van het monster.
2. Dat wanneer relevant het analytisch resultaat gecorrigeerd moet worden voor terugvinding en dat het terugvindingspercentage vermeld moet zijn in het analyserapport
3. De eenheden waarin de resultaten zijn uitgedrukt en het aantal significante cijfers moet worden opgenomen in het gerapporteerde resultaat.

In richtlijn 76/371/EEG [42] zijn de bemonsteringsmethoden voor de officiële controle van diervoeders opgenomen. Afhankelijk van de aard van de diervoeders, de wijze van verpakking, de grootte van de partij en de al dan niet gelijkmatige verdeling van de analyt in de partij is de bemonsteringswijze en de hoeveelheid monstermateriaal voorgeschreven. Tevens is voorgeschreven hoe ondermonsters worden verzameld tot een verzamelmonster en hoe hier eindmonsters (bestemd voor analyse) van gemaakt worden.

In richtlijn 71/250/EEG [8] is voorgeschreven hoe de eindmonsters uit richtlijn 76/371/EEG voorbereid dienen te worden tot homogene analysemonsters en zijn analysemethoden voor diverse analyten voorgeschreven. Tevens is in deze richtlijn vermeld dat het in het analyserapport vermelde resultaat de gemiddelde waarde is uit ten minste twee, op aparte porties van het monster uitgevoerde bepalingen. Alhoewel in deze richtlijnen zeer uitgebreid is beschreven hoe de monsternamen uitgevoerd moeten worden, garandeert dit nog geen uniforme keuringsbeslissing, omdat er in de praktijk toch een bijdrage zal zijn van de monsternamen in de totale onzekerheid van het gemeten gehalte. Deze bijdrage wordt o.a. veroorzaakt door inhomogeniteit van geïnspecteerde partijen, het aselechte karakter van de monsternamen en de karakteristieken van een monsternamenplan [35].

M.b.t. correctie voor terugvinding is in richtlijn 71/250/EEG alleen voor ongewenste stoffen in het kader van richtlijn 2002/32/EG voorgeschreven dat het analyseresultaat al dan niet gecorrigeerd voor terugvinding gerapporteerd moet worden, met vermelding van de wijze van weergeven en het terugvindingspercentage. Voor overige stoffen is dit niet voorgeschreven.

M.b.t. de eenheden waarin het resultaat wordt uitgedrukt en het aantal significante cijfers is in richtlijn 71/250/EEG aangegeven dat het resultaat moet worden opgegeven op de in de methoden vastgelegde wijze met een passend aantal significante cijfers, waarbij zonodig rekening wordt gehouden met het vochtgehalte van het eindmonster. In de analysemethoden in de bijlagen is aangegeven in welke eenheden het resultaat gerapporteerd dient te worden, echter niet het aantal significante cijfers.

In paragraaf 2.2 is aangegeven dat verschillende laboratoria verschillende resultaten kunnen afgeven met als mogelijk gevolg een verschil in de keuringsbeslissing. In Bijlage 3 is een voorstel voor een concept richtlijn weergegeven van een subcommissie van de Codex Commission on Methods of Analysis and Sampling [43] om geschillen op te lossen die betrekking hebben op analytische resultaten. De procedure is beschreven voor een situatie waarbij een geschil ontstaat tussen een importerend en een exporterend land, maar de procedure kan ook goed toegepast worden indien in Nederland geschillen ontstaan over verschillende analyseresultaten door verschillende laboratoria.

## 5 Conclusies en aanbevelingen

Uit de gegevens in hoofdstuk 3 wordt geconcludeerd dat in de Europese wetgeving m.b.t. diervoeders nog zeer weinig vastgelegd is met betrekking tot het toepassen van de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen.

Om op een juiste manier keuringsbeslissingen te kunnen nemen is het belangrijk om al bij het opstellen van limieten, normen en toleranties aandacht te besteden aan meetonzekerheden. In de betreffende richtlijnen dient duidelijk tot uitdrukking te komen of in de vastgestelde limiet, norm of tolerantie de meetonzekerheid al verwerkt is of dat bij de keuringsbeslissing rekening gehouden dient te worden bij de meetonzekerheid.

Gezien aanbevelingen van enkele werkgroepen die zich gebogen hebben over de problematiek en gezien recente Europese wetgeving, lijkt het gerechtvaardigd om te stellen dat bij kwantitatieve analyses rekening gehouden dient te worden met de meetonzekerheid bij keuringsbeslissingen, zolang niet duidelijk is of bij het opstellen van limieten, normen en toleranties al rekening is gehouden met de meetonzekerheid. Op deze manier wordt het voordeel van de twijfel gegeven aan de betreffende producent of leverancier, wat consistent is met de eis dat het aantoonbaar moet zijn dat een limiet “zonder redelijke twijfel” is overschreden.

Voor een aantal keuringsbeslissingen is uitgewerkt hoe de meetonzekerheid dient te worden meegenomen.

1. Overschrijdt een concentratie van een stof de toegestane maximum limiet?

De maximum limiet wordt overschreden indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de toegestane maximum limiet.

2. Valt het gehalte van een stof buiten een range van toegelaten concentraties?

Bij deze vraag kan geconcludeerd worden dat dit het geval is indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan het vastgestelde maximum gehalte of indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan het vastgestelde minimum gehalte.

3. Is een verboden stof of een niet-geregistreerd toevoegingsmiddel aanwezig?

In dit geval is in principe de meetonzekerheid niet van belang voor de keuringsbeslissing. Voor niet-toegestane stoffen zijn geen maximum gehalten vastgesteld en er kan volstaan worden met een bevestiging van de identiteit. Indien de identiteit van de bewuste stof is bevestigd, voldoet het monster niet aan de wettelijke eis.

4. Is een gehalte van een stof conform de declaratie?

Bij deze vraagstelling kan onderscheid gemaakt worden tussen twee situaties: (a) stoffen waarvoor wel toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties, dit is het geval bij analytische bestanddelen en (b) stoffen waarvoor geen toleranties zijn vastgesteld t.a.v. de declaraties, dit is het geval bij gemedicineerde voeders en toevoegingsmiddelen.

In situatie a wordt in de praktijk bij een analytisch resultaat groter dan de bovengrens of kleiner dan de ondergrens van de tolerantie gesteld dat deze niet conform declaratie is. Kennelijk is hier algemene overeenstemming over dat de meetonzekerheid al in de toleranties verwerkt is.

In situatie b is een analytisch resultaat afwijkend van de declaratie in geval van een analytisch resultaat lager dan de declaratie indien het analytisch resultaat plus de meetonzekerheid kleiner is dan de gedeclareerde waarde. In geval van een analytisch resultaat hoger dan de declaratie is



het resultaat afwijkend indien het analytisch resultaat minus de meetonzekerheid groter is dan de gedeclareerde waarde.

Bij het nemen van keuringsbeslissingen dient de bevoegde autoriteit altijd rekening te houden met het feit dat zowel meetwaarden als meetonzekerheden van laboratoria onderling kunnen verschillen. Bij waarden die de norm met een kleine waarde overschrijden bestaat het risico dat een overschrijding van de norm met succes wordt aangevochten.

Behalve meetonzekerheid spelen ook nog andere vraagstukken bij keuringsbeslissingen een rol, zoals monsternameplan, correctie voor terugvinding en significante cijfers van resultaten. Hoewel in de diervoederwetgeving de wijze van bemonstering duidelijk beschreven is, zal er in de praktijk in het algemeen een bijdrage zijn van de monstername in de onzekerheid over het gemeten gehalte. Er wordt aanbevolen om dit aspect nader te onderzoeken. De vermelding van het aantal significante cijfers laat ruimte voor verschillende interpretaties. Behalve voor ongewenste stoffen in het kader van richtlijn 2002/32/EG is niet voorgeschreven hoe omgegaan dient te worden met de terugvinding. Aanbevolen wordt om behalve informatie m.b.t. de meetonzekerheid ook informatie m.b.t. terugvinding en significante cijfers op te nemen bij het vaststellen van normen of bij het opstellen van algemene wetgeving t.a.v. de officiële controle op diervoeders en diervoedergrondstoffen.

## 6 Literatuur

1. NEN 7779, 2e ontwerp, Milieu - Meetonzekerheid, december 2006
2. Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation" —  
[http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf).
3. Verordening (EG) nr. 178/2002 van het Europees Parlement en de Raad van 28 januari 2002 tot vaststelling van de algemene beginselen en voorschriften van de levensmiddelenwetgeving, tot oprichting van een Europese Autoriteit voor voedselveiligheid en tot vaststelling van procedures voor voedselveiligheidsaangelegenheden.
4. Rectificatie van Verordening (EG) nr. 882/2004 van het Europees Parlement en de Raad van 29 april 2004 inzake officiële controles op de naleving van de wetgeving inzake diervoeders en levensmiddelen en de voorschriften inzake diergezondheid en dierenwelzijn (PB L 191 van 30.4.2004).
5. Aanbeveling 2005/187/EG Aanbeveling van de commissie van 2 maart 2005 inzake het gecoördineerde controleprogramma op het gebied van diervoeding voor het jaar 2005 krachtens Richtlijn 95/53/EG.
6. Aanbeveling 2005/925/EG Aanbeveling van de commissie van 14 december 2005 inzake het gecoördineerde controleprogramma op het gebied van diervoeding voor het jaar 2006 krachtens Richtlijn 95/53/EG.
7. Richtlijn 70/373/EEC van de Raad van 20 juli betreffende de invoering van gemeenschappelijke bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders.
8. Richtlijn 71/250/EEG Eerste richtlijn van de Commissie van 15 juni 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (geconsolideerde versie van 16-02-2005).
9. Richtlijn 2002/32/EG van het Europees Parlement en de Raad van 7 mei 2002 inzake ongewenste stoffen in diervoeding (geconsolideerde versie van 26-12-2006).
10. Staatsblad 2003/478 Wet van 22 oktober 2003, houdende bepalingen aangaande ondermeer de bereiding en het in het verkeer brengen van diervoeders (Kaderwet diervoeders).

11. Richtlijn 2005/6/EG van de Commissie van 26 januari 2005 tot wijziging van Richtlijn 71/250/EEG, wat betreft de weergave en interpretatie van de krachtens Richtlijn 2002/32/EG vereiste analyseresultaten.
12. Richtlijn 96/23/EG van de Raad van 29 april 1996 inzake controlemaatregelen ten aanzien van bepaalde stoffen en residuen daarvan in levende dieren en in produkten daarvan en tot intrekking van de Richtlijnen 85/358/EEG en 86/469/EEG en de Beschikkingen 89/187/EEG en 91/664/EEG.
13. Verordening (EEG) Nr. 2377/90 van de Raad van 26 juni 1990 houdende een communautaire procedure tot vaststelling van maximumwaarden voor residuen van geneesmiddelen voor diergeneeskundig gebruik in levensmiddelen van dierlijke oorsprong (geconsolideerde versie van 19-11-2005).
14. Beschikking 2002/657/EG Beschikking van de commissie van 14 augustus 2002 ter uitvoering van Richtlijn 96/23/EG van de Raad wat de prestaties van analysemethoden en de interpretatie van resultaten betreft.
15. Verordening (EG) 1831/2003 van het Europees Parlement en de Raad van 22 september 2003 betreffende toevoegingsmiddelen voor diervoeding.
16. Richtlijn 79/373/EEG van de Raad van 2 april 1979 betreffende het verkeer van mengvoeders (geconsolideerde versie van 05-06-2003).
17. Richtlijn 96/25/EG van de Raad van 29 april 1996 betreffende het verkeer en het gebruik van voedermiddelen, tot wijziging van de Richtlijnen 70/524/EEG, 74/63/EEG, 82/471/EEG en 93/74/EEG en tot intrekking van 77/101/EEG (geconsolideerde versie van 05-06-2003).
18. Richtlijn 90/167/EEG van de Raad van 26 maart 1990 tot vaststelling van de voorwaarden voor de bereiding, het in de handel brengen en het gebruik van diervoeders met medicinale werking.
19. Richtlijn 2001/82/EG van het Europees Parlement en de Raad van 6 november 2001 tot vaststelling van een communautair wetboek betreffende geneesmiddelen voor diergeneeskundig gebruik.
20. Wet van 27 juni 1985, houdende regelen met betrekking tot diergeneesmiddelen.
21. Verordening (EG) nr. 479/2006 van de Commissie van 23 maart 2006 wat betreft de verlening van een vergunning voor bepaalde toevoegingsmiddelen, behorende tot de groep verbindingen van sporenelementen.

22. Verordening (EG) nr. 492/2006 van de Commissie van 27 maart 2006 tot verlening van voorlopige en permanente vergunningen voor bepaalde toevoegingsmiddelen in diervoeding.
23. Community Register of Feed Additives pursuant to Regulation (EC) No 1831/2003, October 2006. Available at [http://ec.europa.eu/food/food/animalnutrition/feedadditives/index\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/animalnutrition/feedadditives/index_en.htm).
24. Verordening (EG) nr. 1334/2003 van de Commissie van 25 juli 2003 tot wijziging van de toelatingsvoorwaarden voor een aantal toevoegingsmiddelen van de groep sporenelementen in diervoeders.
25. Productschap Diervoeder – Besluit PDV Bemonsterings- en keuringsprocedure diervoedersector 2003.
26. Richtlijn 2001/79/EG tot wijziging van Richtlijn 87/153/EEG van de Raad tot vaststelling van richtsnoeren voor de beoordeling van toevoegingsmiddelen in diervoeding
27. SANCO/426/2005/REV3 Draft Guidelines on feed additives under Regulation 1831/2003
28. Implementation of the concept of Measurement Uncertainty in European Standards, Recommendations to CEN/BT, CEN/BT/WG 122 N 26 E REV 4, 2002-06-11
29. Guidance - Uncertainty of measurement concept in European Standards, september 2004, <http://www.cen.eu/boss> > supporting materials > guidance documents
30. Animal feeding stuffs - Determination of cadmium and lead by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF-AAS) after pressure digestion, Draft prEN 15550, August 2006
31. Animal feedings stuffs - Determination of aflatoxin B1, EN- ISO 17375, 2006
32. VI/6895/98 Uniform tolerance rules (opgesteld door F. Verstraete (Europese Commissie) n.a.v. discussies in de CEMA Meeting 8 June 1998).
33. Working document VI/6335/99 rev2-fin SANCO / 3129/99 Proposed tolerances for additives.
34. Preparation of a working document in support of the uniform interpretation of legislative standards and the laboratory quality standards prescribed under Directive 93/99/EEC., Reports on tasks for scientific co-operation, March 2002, Directorate-General Health and Consumer protection.

35. Report of the twenty-fifth session of the Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling, Budapest, Hungary, 8-12 March 2004, Appendix VII, The use of analytical results: sampling plans, relationships between the analytical results, the measurement uncertainty, recovery factors and provisions in codex standards.
36. Verordening (EG) 199/2006 van de Commissie van 3 februari 2006 tot wijziging van Verordening (EG) 466/2001 tot vaststelling van maximum gehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, wat betreft dioxinen en dioxineachtige PCB's.
37. Richtlijn 2004/16/EG van de Commissie van 12 februari 2004 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op het tingehalte in levensmiddelen in blik.
38. Richtlijn 2005/38/EG van de Commissie van 6 juni 2005 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan Fusarium-toxinen in levensmiddelen (Voor de EER relevante tekst).
39. Richtlijn 2004/43/EG van de Commissie van 13 april 2004 tot wijziging van Richtlijn 98/53/EG en Richtlijn 2002/26/EG wat de bemonsteringswijzen en analysemethoden betreft voor de officiële controle op de gehalten aan aflatoxine en ochratoxine A in levensmiddelen voor zuigelingen en peuters (Voor de EER relevante tekst).
40. Wood, R., Compliance decision criteria – problems encountered and actions taken in de EU and Codex. Accreditation and Quality Assurance, April 2006, volume 11, p. 83 – 88.
41. Verordening (EG) nr. 1464/2004 van de Commissie van 17 augustus 2004 tot verlening van een vergunning voor tien jaar voor het toevoegingsmiddel Monteban van de groep “Coccidiostatica en andere geneeskrachtige stoffen” in diervoeders.
42. Richtlijn 79/371/EEG Eerste richtlijn van de Commissie van 1 maart 1976 houdende vaststelling van gemeenschappelijke bemonsteringsmethoden voor de officiële controle van diervoeders.
43. Proposed draft guidelines for settling disputes over analytical test results, Codex Circular Letter CL 2005/28-MAS.



## Bijlage 1 Toevoegingsmiddelen

### BIJLAGE I uit Verordening (EG) 1831/2003 GROEPEN TOEVOEGINGSMIDDELEN

1. De categorie "technologische toevoegingsmiddelen" omvat de volgende functionele groepen:

- a) conserveermiddelen: stoffen of eventueel micro-organismen, die voedermiddelen beschermen tegen bederf door micro-organismen of metaboliëten daarvan;
- b) antioxidanten: stoffen die de houdbaarheid van diervoeders en voedermiddelen verlengen door deze te beschermen tegen bederf door oxidatie;
- c) emulgatoren: stoffen die een homogene menging van twee of meer onmengbare fasen in een diervoeder mogelijk maken of in stand houden;
- d) stabilisatoren: stoffen die het mogelijk maken de fysisch-chemische toestand van een diervoeder te handhaven;
- e) verdikkingsmiddelen: stoffen die de viscositeit van een diervoeder vergroten;
- f) geleermiddelen: stoffen die een diervoeder vorm geven door de vorming van een gel;
- g) bindmiddelen: stoffen die de neiging van deeltjes van diervoeders om aan elkaar te kleven, vergroten;
- h) stoffen ter bestrijding van radionucleïde contaminatie: stoffen die de absorptie van radionucleïden tegengaan of de afscheiding ervan bevorderen;
- i) antiklontermiddelen: stoffen die de neiging van afzonderlijke levensmiddelendeeltjes om aan elkaar te kleven, verkleinen;
- j) zuurteregelaars: stoffen die de pH van een diervoeder regelen;
- k) inkuiltoevoegingsmiddelen: stoffen, met inbegrip van enzymen of micro-organismen, bedoeld om te worden verwerkt in voedermiddelen om de productie van kuilvoeder te verbeteren;
- l) denatureermiddelen: stoffen aan de hand waarvan, als zij bij de vervaardiging van verwerkte diervoeders worden gebruikt, de oorsprong van een specifiek levensmiddel of voedermiddel kan worden achterhaald.

2. De categorie "sensoriële toevoegingsmiddelen" omvat de volgende functionele groepen:

- a) kleurstoffen:
  - i) stoffen die aan een diervoeder kleur geven of daaraan kleur teruggeven;
  - ii) stoffen die bij toediening aan dieren aan een levensmiddel van dierlijke oorsprong kleur geven;
  - iii) stoffen die een gunstig effect hebben op de kleur van siervissen of -vogels;
- b) aromatische stoffen: stoffen die de diervoeders waaraan zij zijn toegevoegd geuriger of smakelijker maken.

3. De categorie "nutritionele toevoegingsmiddelen" omvat de volgende functionele groepen:

- a) vitaminen, provitaminen en chemisch duidelijk omschreven stoffen met een gelijkaardige werking;
- b) verbindingen van sporenelementen;
- c) aminozuren, de zouten en de analogen daarvan;
- d) ureum en zijn derivaten.

4. De categorie "zoötechnische toevoegingsmiddelen" omvat de volgende functionele groepen:

a) verteringsbevorderaars: stoffen die bij toediening aan dieren de verteerbaarheid van de voeding vergroten doordat zij op bepaalde voedermiddelen werken;

b) darmflorastabilisatoren: micro-organismen of andere, chemisch gedefinieerde stoffen, die bij toediening aan dieren een gunstig effect op de darmflora hebben;

c) stoffen met een gunstig effect op het milieu;

d) andere zoötechnische toevoegingsmiddelen.

5. Coccidiostatica en histomonostatica.



## Bijlage 2 Overzicht met componenten in diervoeders en diervoedergrondstoffen met voorkomende vraagstelling t.a.v. een keuringsbeslissing

Groep	Componenten	Vraagstelling	Paragraaf
Ongewenste stoffen			
Zware metalen	Arseen, Cadmium, Lood, Kwik	1	3.2
Dioxine + dioxine-achtige (PCB's)	Polychloordibenzo-para-dioxinen, polychlooordibenzo-furanen en polychloorbifenylen		
Organochloor pesticiden	Chloordaan, dieldrin, aldrin, endosulfan, DDT, endrin, heptachloor, hexachloor-benzeen, hexachloorcyclo-hexaan		
Mycotoxines	Aflatoxine-B1, ochratoxine A*, deoxynivalenol*, zearalenon*, T-2 toxine*, HT-2-toxine* en fumonisinen*		
Pesticiden	Apolaire en polaire bestrijdingsmiddelen		
Overige	Moederkoren, Chloorcamfeen, blauwzuur, nitriet, theobromine, vrij gossypol, nitriet, fluor, ongew. onzuiverheden (vet)		
Toevoegingsmiddelen			
Sporenelementen	Koper, Zink, Mangaan, IJzer, Kobalt, Jodium, Seleen, Molybdeen	1 + 4	3.6
Coccidiostatica en andere geneeskrachtige stoffen.	nicarbazin, lasalocide, robenidine, decoquinate, halofuginone, diclazuril, monensin, salinomycine, lasalocide, maduramycine, semduramycine, narasin	2 + 4	
Overige additieven	o.a. emulgatoren, anti-oxidanten	1 + 4	
	o.a. probiotica, enzymen, conserveermiddelen	2 + 4	
Verboden stoffen (Bijlage I van 96/23/EG en Bijlage IV van verordening 2377/90)			
Nitrofuranen	o.a. nitrofurantoin, furaltadone, furazolidon, nitrofurazone	3	3.3
Nitro-imidazolen	metronidazol, ronidazol, dimetridazole		
β-agonisten	o.a. clenbuterol, salbutamol, bromobuterol		
Steroïden	o.a. corticosteroïden, anabole steroïden, androgenen, oestrogenen, progestagenen		
Overige	o.a. chlooramfenicol, stilbenen (o.a. DES), thyreostatica, Resorcylic Acid Lactones (met inbegrip van zeranol)		
Niet meer toegelaten additieven			
(Antimicrobiële) groeibevorderaars	spiramycine, virginiamycine, tylosine, zinkbacitracine, avoparcine, flavofosfolipol, avilamycine, carbadox, olaquinox	3	3.6
Coccidiostatica + andere geneeskrachtige stoffen.	meticlorpindol, ethopabaaft, nifursol, amprolium, nicarbazin, arprinocide, dinitolmide en ipronidazol		

Groep	Componenten	Vraagstelling	Paragraaf
<b>Waardegevende bestanddelen</b>			
Analytische bestanddelen	ruw eiwit, totaal suikers, zetmeel, totaal suikers plus zetmeel, ruw vet, natrium, kalium, magnesium, totaal fosfor en calcium, methionine, lysine, threonine, cystine en tryptofaan, vocht, ruwe as, ruwe celstof, in zoutzuur onoplosbare as	4	3.4
<b>Diergeneesmiddelen</b>			
Antibiotica	o.a. macroliden, $\beta$ -lactams, tetracyclines, trimethoprim, sulfonamiden, aminoglycosiden	4	3.5
Anti-wormmiddelen	o.a. ivermectine, flubendazole		

*\* voor deze stoffen zijn in 2006/576/EG richtwaarden vastgesteld en geen maximum gehalten*

## **Bijlage 3 Oplossen van geschillen bij verschillen in resultaten, afgegeven door verschillende laboratoria**

Door een subcommissie van Codex Commissie on Methods of Analysis and Sampling [35] is een voorstel voor een concept richtlijn opgesteld om geschillen op te lossen die betrekking hebben op analytische testresultaten: “Proposed draft guidelines for settling disputes over analytical test results”. Het toepassingsgebied van dit voorstel heeft betrekking op laboratoria in een exporterend en een importerend land, die verschillende testresultaten verkrijgen bij eenzelfde batch. In het voorstel wordt een werkwijze voorgesteld om geschillen op te lossen, welke het volgende inhoudt:

1. Vergelijking van de resultaten, inclusief het onzekerheidsinterval van de beide laboratoria. Indien de onzekerheidsintervallen elkaar overlappen, dan dient deze range gebruikt te worden om conformiteit te beoordelen. Indien de resultaten niet overeenkomen of indien er geen overeenstemming over de bepaling van de meetonzekerheid kan worden bereikt, dan dienen in de vergelijking de volgende zaken meegenomen te worden:

- accreditatiestatus van de laboratoria en de gebruikte methoden;
- ruwe data;
- interne kwaliteitscontroles;
- recente resultaten bij ringonderzoeken;
- resultaten van herhaalde analyses.

Indien een van beide laboratoria de validiteit van de resultaten van het andere laboratorium erkent, kan het geschil opgelost worden zonder nieuwe analyses of nieuwe monstername uit te voeren. Indien geen overeenstemming wordt bereikt, kan stap 2 uitgevoerd worden, mits er voldoende monstermateriaal beschikbaar is.

### 2. Uitvoeren van nieuwe analyses

Voorwaarde hiervoor is dat de laboratoria instemmen met uitwisseling van de monsters en het gebruik van de analytische resultaten - worden alleen de nieuwe resultaten gebruikt of worden de nieuwe resultaten gebruikt om de validiteit van de oorspronkelijke resultaten te bevestigen? Indien beide laboratoria het resultaat van het andere laboratorium bevestigen kan geconcludeerd worden dat de batch niet homogeen was en dat de monsters verschillend waren. In dit geval kan stap 5 gevolgd worden.

Indien beide laboratoria dezelfde resultaten vinden als daarvoor, kan geconcludeerd worden dat één van de laboratoria een afwijkend resultaat heeft gevonden. In dit geval kan stap 3 gevolgd worden.

### 3. Testen van een monster met bekende concentratie analyt

Door beide laboratoria wordt een monster onderzocht met een bekende concentratie van de bewuste analyt, bij voorkeur een gecertificeerd referentiemateriaal. De resultaten van het oorspronkelijk onderzoek worden gecorrigeerd aan de hand van de gevonden bias. Indien de resultaten vervolgens wel in overeenstemming zijn, kan het geschil opgelost worden. Indien geen overeenstemming bereikt wordt, kan gekozen worden voor stap 4 of 5.

#### 4. Onderzoek door een derde laboratorium

Een derde laboratorium wordt geselecteerd op basis van consensus van beide laboratoria of door de bevoegde autoriteit. Indien de resultaten van het derde laboratorium overeenkomen met de resultaten van één van beide laboratoria kan het geschil opgelost worden.

Indien dit niet het geval is, kan besloten worden om het resultaat van het derde laboratorium te gebruiken om te bepalen of de partij conform de specificaties is.

#### 5. Nieuwe monsters

In deze fase worden de resultaten van de oorspronkelijke monsters niet meer meegenomen. Overeenstemming dient bereikt te worden over de wijze van monsternamen. Gekozen kan worden voor een variant waarbij 3 monsters genomen worden, waarvan een monster door laboratorium 1 en 2 onderzocht wordt. Indien er overeenstemming bestaat over het resultaat is het geschil opgelost. Indien geen overeenstemming bestaat, wordt het derde monster door een derde laboratorium onderzocht. Dit resultaat wordt gebruikt als referentie en het geschil is opgelost.

Als tweede variant kan gekozen worden om 1 monster te nemen en dit in één laboratorium te analyseren in aanwezigheid van een vertegenwoordiger van het tweede laboratorium. Het geschil is hiermee opgelost.

Bovenstaande procedure is beschreven voor een situatie waarbij een geschil ontstaat tussen een importerend en een exporterend land. De procedure kan echter ook goed toegepast worden indien in Nederland geschillen ontstaan over verschillende analyseresultaten door verschillende laboratoria.