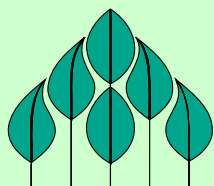


Jaarverslag KDLL 2003

Kwaliteitsreeks nr. 95
Juni 2004



Productschap Diervoeder

Jaarverslag KDLL 2003

Kwaliteitsreeks nr. 95
Juni 2004

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

Oplage: 75

INHOUDSOPGAVE

1	INLEIDING	2
2	ORGANISATIE	2
3	ACTIVITEITEN KDLL	3
	3.1 Deelnemers	3
	3.2 Financiën	4
	3.3 Ringonderzoeken	4
	3.4 Sterlab-accreditatie	7
4	RESULTATEN RINGONDERZOEKEN	8
5	IN 2003 VERSCHENEN KDLL-RAPPORTEN	10

1 INLEIDING

Dit jaarverslag biedt een samenvattend overzicht van de activiteiten van de Kwaliteitsdienst Landbouwkundige Laboratoria (KDLL) en de "Werkgroep KDLL", over het jaar 2003.

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

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

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

2 ORGANISATIE

De praktische uitvoering van de werkzaamheden van de KDLL zijn door het Productschap Diervoeder ondergebracht bij TNO Voeding te Zeist. De begeleiding van de werkzaamheden van de KDLL is in formele zin opgedragen aan de "Commissie Kwaliteitsaangelegenheden Diervoedersector" (CKD). Deze commissie heeft de behartiging van alle analytische aangelegenheden ondergebracht bij de Stuurgroep Analyseaangelegenheden Diervoedersector (SAD), die tevens een samenwerkingsverband met het Nederlands Normalisatie instituut (NNI) betreffende de normalisatie heeft. Deze stuurgroep heeft een zeer brede taakstelling op het terrein van laboratoriumonderzoek in de diervoedersector. De SAD heeft de begeleiding van de werkzaamheden van de KDLL ondergebracht in een specifieke Werkgroep KDLL. De samenstelling van de Werkgroep KDLL, was per 31 december 2003 als volgt:

Leden	Namens
Dr. L. Vellenga (voorzitter) K.J. van Schalm Dr. R. Margry M. Hoveling Drs. L.H. de Jonge Drs. P.H.U. de Vries	Productschap Diervoeder Masterlab B.V. CCL-B.V. Labco B.V. Instituut voor Dierhouderij en Diergezondheid (ID-Lelystad) Rijkskwaliteitsinstituut voor Land- en Tuinbouwproducten (RIKILT)
Dr. G.H.M. Counotte Ing. H.W. Vedder	Stichting Gezondheidsdienst voor Dieren Stichting Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek (Blgg-Oosterbeek)
Adviserende leden	Namens
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 heren Koorn (Blgg-Oosterbeek) en Den Reijer (TNO Voeding). Hun plaatsen werd ingenomen door de heren Vedder en Schilt. De Werkgroep KDLL kwam in het verslagjaar drie 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 2004;
- accreditatie van het KDLL-ringonderzoek "chloorpesticiden en PCB's".

3 ACTIVITEITEN KDLL

3.1 Deelnemers

Het aantal deelnemende laboratoria bedroeg in het verslagjaar 96, een toename van 2 ten opzichte van 2002. Het aantal ringonderzoeken waaraan deze laboratoria deelnamen bedroeg 352, een toename van 4 in vergelijking met 2002.

De belangstelling voor de ringonderzoeken "dierbehandelingsmiddelen-microbiologische methoden" en "fytase-activiteit" bleek gering. Ondanks deze geringe belangstelling werden voor elk van beide ringonderzoeken 2 rondes georganiseerd.

Bezien over alle ringonderzoeken blijft de deelname redelijk constant. Uitschieters naar boven zijn de ringonderzoeken "microbiologische analyse" (+4), en "chloorpesticiden en pcb's" (van 21 naar 24 deelnemers).

De deelnemersaantallen per ringonderzoek waren voor het verslagjaar als volgt:

	Aantal 2002	Mutaties	Aantal 2003
Deelnemers	94	+2	96
Ringonderzoeken	348	+4	352
- Aflatoxinen (afl)	20	+1	21
- Amino-zuren (ami)	11	-1	10
- Antinutritionele factoren (anf)	9	-1	8
- Chloorpesticiden en PCB's (pcb)	21	+3	24
- Dierbehandelingsmiddelen-chemisch (dch)	13	-1	12
- Dierbehandelingsmiddelen-microbiologisch (dmi)	5	-1	4
- DON (don)	16	0	16
- Fytase-activiteit (fyt)	6	-1	5
- Mest (mes)	13	-1	12
- Microbiologische analyse (mic)	43	+4	47
- Microscopisch onderzoek (mik)	11	+1	12
- Mineralen en spoorelementen (min)	47	+2	49
- Minerale olie (mio)	9	-2	7
- PAK's (pak)	8	0	8
- Water- en vetoplosbare vitaminen (vit)	12	0	12
- Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder (vve)	13	+2	15
- Weender-analyse (wee)	58	0	58
- Weipoeder in mageremelkpoeder (wei)	13	-3	10
- Vetkwaliteit (vet)	20	+2	22

3.2 Financiën

Het door de deelnemers gedragen aandeel in de kosten is in vergelijking met 2002 licht gestegen. De kosten voor de deelnemers bedroegen € 675,- voor het inschrijfgeld. Voor de ringonderzoeken "Weender analyse", "mineralen en spoorelementen", "aflatoxinen", "mestcomponenten", "vetkwaliteit" en "chloorpesticiden en PCB's" werd € 615,- in rekening gebracht. De kosten voor de ringonderzoeken "aminozuren", "dierbehandelingsmiddelen (chemisch)", "microbiologische analyse", "minerale olie" en "vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder" bedroegen € 375,-. Voor de overige ringonderzoeken werd € 245,- in rekening gebracht. Bij deelname aan meer dan een ringonderzoek werd, afhankelijk van het totaal aantal ringonderzoeken waarvoor werd ingeschreven, 10 – 20% korting gegeven.

Voorts werd een belangrijk deel (± 25%) bijgedragen uit de algemene middelen van het Productschap Diervoeder.

3.3 Ringonderzoeken

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

Conform de beslissing van de Werkgroep KDLL, de ringonderzoeken te plaatsen in de actuele statistische kaders, is voor een opzet gekozen volgens het zogenaamde "split level" model zoals beschreven in de ISO norm ISO 5725 (1986) en de AOAC guideline (1975).

Dit model is gebaseerd op de gelijktijdige analyse van telkens twee, in geringe mate in samenstelling verschillende, gelijksoortige monsters. Dit model heeft als voordeel dat tegelijkertijd zowel de spreiding binnen de laboratoria (herhaalbaarheid) als de spreiding tussen de laboratoria (reproduceerbaarheid) berekend kan worden.

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

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

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

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

RO	Maand	Onderzochte producten
afl	2, 8	Kokosschroot, rundveebrok, palmpit/kokos, tarwe en standaardoplossing
ami	2, 8	Mageremelkpoeder, vleesmeel, bloedmeel en varkensvoer
anf	3, 9	Getoaste en rauwe sojabonen, raapzaad- en sojaschroot
pcb	2, 10	Destructievet, kokos-, soja- en palmpitolie
dch	2, 8	Premix, rundveebrok, slachtkuiken- en konijnenvoer
dmi	4, 10	Premix, konijnenvoer en biggenopfokkorrel
don	5, 11	Maïs- en tarwemeel
fyt	4, 10	Concentraat, premix, kalkoen- en varkensvoer, voormengsel
mes	2, 6, 10	Varkens-, runder-, kalver- en zeugenmest
mic	3, 9	Varkensvoer, sojabonen en Salmonella capsules
mik	5, 11	Vleesvarkenbrok + diermeel en vismeel, vismeel + diermeel, legmeel + beendermeel en vismeel, moederkoren in rogge, vleesvarkenbrok en legmeel voor labelcontrole
min	2, 6, 10	Katten- en slachtkuikenvoer, maissilage, rundveebrok, premix en bietenpulp
mio	6, 12	Soja-, zonnebloem- en raapolie, palm- en mengvetzuren.
pak	5, 11	Frituur- en destructievet, soja- en raapolie
vit	4, 9	Premix, hondenvoer, kunstmelkpoeder en referentiemonster melkpoeder (BCR)
vve	1, 6, 12	Mageremelk- en karnemelkpoeder
wee	3, 7, 11	Kalkoenen-, leghennen-, braadkuiken- en babybiggenvoer, palmpitschilfers, vollemelkpoeder, zeugen- en rundveebrok, tarwe, citruspulp, kokosschroot, vismeel
wei	4, 10	Mageremelk- en karnemelkpoeder, referentiemonsters
vet	3, 9	Kokos-, soja- en palmpitolie, frituur- en pluimveevet

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 en nicarbazin
dmi	Flavofosfolipol en avilamycine
don	DON
fyf	Fytase-activiteit
mes	Droge stof, organische stof, stikstof, fosfor en kalium
mic	Kiemgetal, gisten en schimmel, Entero's, Salmonella
mik	Diermeel, vismeel, labelcontrole en de aanwezigheid van moederkoren
min	Ca, P, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn, Mn, Cl, Cd, Co, Pb en Se
mio	Diesel- en smeeroilie
pak	12 PAK's, totaal PAK's en totaal BAPEQ
vit	Vitamine A, B ₁ , B ₂ , 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 methoderesultaat zichtbaar te maken, wordt getracht aan te tonen dat eventuele discrepanties te wijten zijn aan verschillen in methoden, dan wel aan toevallige of systematische fouten in de uitvoering.

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

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

In het kader van een herinrichting van de ringonderzoeken tot een systeem van "proficiency testing", waartoe de Werkgroep KDLL heeft besloten, is met ingang van 1995 ook wat nadrukkelijker uitgegaan van de aan de hand van de officiële methoden (opgenomen in de VVR bundel "Onderzoekmethoden diervoeder") verkregen resultaten als vergelijkingsbasis. Een en ander houdt in dat de aard van de rapportage is veranderd: Tot 1995 werd veel aandacht besteed aan de diverse door de laboratoria toegepaste methoden voor opwerking en analyse, en de eventuele invloed daarvan op de analyseresultaten. Onder proficiency testing is de aandacht meer gericht op de resultaten van de laboratoria die de officiële methoden uit de VVR bundel toepassen. De resultaten van de laboratoria die een andere methode (huismethode) toepassen worden weliswaar in de rapportage opgenomen, echter zonder veel extra aandacht of commentaar.

3.4 Sterlab-accreditatie

Nadat door TNO Voeding in 1999 een begin werd gemaakt om voor de organisatie van ringonderzoeken een accreditatie te verwerven op basis van document ILAC G13:2000 "ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes" werd deze accreditatie in de eerste helft van 2001 verstrekt. Op basis van deze accreditatie zal de KDLL zich bij het organiseren van deze ringonderzoeken strikt moeten houden aan de speciaal hiervoor beschreven procedures (Standard Operating Procedures). Bovendien moet monstermateriaal, alvorens dit te versturen, worden getest op homogeniteit en moet de stabiliteit van het monstermateriaal gedurende de looptijd van het ringonderzoek worden vastgesteld. De chemische analyses die hiervoor nodig zijn werden uitgevoerd door TNO Voeding te Zeist. In 2001 was accreditatie verkregen voor de ringonderzoeken "mest", "mineralen en spoorelementen", "Weender analyse", "aflatoxinen" en "vet kwaliteit". In 2002 werd de accreditatie voor het ringonderzoek "chloorpesticiden en pcb's" niet verkregen omdat er onvoldoende data beschikbaar waren waarmee de stabiliteit van de ringonderzoekmonsters over een periode van enkele maanden kon worden aangetoond. In het verslagjaar werden de ontbrekende data alsnog verzameld en werd uiteindelijk in het vierde kwartaal van 2003 de gewenste accreditatie verkregen.

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.

RO	Deskundige / voorzitter gebruikersgroep
afl en don	A.H. Roos, RIKILT
ami en mio	Dr. J.A. Boerma, TNO Voeding. Vacature per 01-04-2003
anf	A. Verwijs, S/G Nutrilab
dch	J.A. van Rhijn, RIKILT
dmi en mic	Ir. H. Stegeman, RIKILT
fyt	Ir. P. de Bot, C.C.L.-Nutricontrol
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 werden met de deelnemers besproken op afzonderlijk georganiseerde gebruikersbijeenkomsten:

Datum	Gebruikersgroep
11/02	Aminozuren
04/03	Minerale olie
12/03	Vetkwaliteit
25/03	Vocht, vet, eiwit in mageremelkpoeder
07/05	Microscopisch onderzoek
08/05	Weender-analyse
24/11	Mineralen en spoorelementen
26/11	Microbiologische analyse
01/12	Dierbehandelingsmiddelen – chemische methoden

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 2003 VERSCHENEN RAPPORTEN VAN DE KDLL

- R 03.001 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.002 Aminozuren
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.003 Aflatoxinen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.004 Mest
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.005 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.006 Chloorpesticiden en PCB's
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.007 Weipoeder
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.008 Dierbehandelingsmiddelen chemisch
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.009 Antinutritionele factoren
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.010 Weender-analyse
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.011 Vetkwaliteit
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.012 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.013 Water- en vetoplosbare vitaminen
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.014 Fytase-activiteit
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003

- R 03.015 Microscopisch onderzoek
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.016 Microbiologische analyse
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.017 PAK's
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.018 DON
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.019 Dierbehandelingsmiddelen microbiologisch
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.020 Mest
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.021 Minerale olie
Resultaten van het eerste ringonderzoek 2003
- R 03.022 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.023 Weender-analyse
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.024 Aflatoxinen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.025 Amino-zuren
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.026 Vocht, vet, eiwit in magere melkpoeder
Resultaten van het derde ringonderzoek 2003
- R 03.027 Antinutritie-factoren
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.028 Water- en vetoplosbare vitaminen
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.029 Dierbehandelingsmiddelen chemisch
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003

- R 03.030 Weipoeder in magere melkpoeder
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.031 Vetkwaliteit
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.032 Chloorpesticiden en pcb's
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.033 Fytase-activiteit
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.034 Microbiologische analyse
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.035 Mest
Resultaten van het derde ringonderzoek 2003
- R 03.036 Microscopisch onderzoek
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.037 DON
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.038 Minerale olie
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.039 PAK's
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.040 Mineralen en spoorelementen
Resultaten van het derde ringonderzoek 2003
- R 03.041 Dierbehandelingsmiddelen microbiologisch
Resultaten van het tweede ringonderzoek 2003
- R 03.042 Weender-analyse
Resultaten van het derde ringonderzoek 2002