

1985-12-30

RIKILT RAPPORT 85.132 Pr.nr. 505.0620

RIVM RAPPORT 367910 015

Onderwerp: Vergelijkend onderzoek naar
DES in 677 praktijkmonsters
runderurine.
Periode april-oktober 1982.

Verzendlijst: zie vervolgblad

RIKILT Afdeling Spectrometrie/Electrochemie/Radioactiviteit/Hormonen
RIVM Laboratorium voor Endocrinologie

RIKILT RAPPORT 85.132
RIVM RAPPORT 367910 015

Pr.nr. 505.0620

Project RIKILT: Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van
hormonen

Onderwerp: Vergelijkend onderzoek naar DES in 677 praktijkmonsters
runderurine. Periode april-oktober 1982.

Doel:

Het testen door het RIKILT van de aldaar toegepaste celite-RIA methode en bevestigingsmethoden voor het aantonen van DES in urine met praktijkmonsters runderurine.

Samenvatting:

Er zijn in de periode april-september 1982 677 monsters onafhankelijk van elkaar onderzocht door BCO en RIKILT met celite-RIA.

Positief bevonden monsters zijn door RIV en RIKILT nader onderzocht met HPLC-RIA en GCMS resp. GCMS en DLC.

De resultaten zijn weergegeven in tabel 1 en 2.

Conclusie:

De RIA's van BCO en RIKILT stemmen goed overeen. Er was volkomen overeenstemming in oordeel over "positieve monsters", dat wil zeggen monsters met een gehalte ≥ 1 ppb ($1 \mu\text{g/kg}$).

Het vervolgonderzoek van RIKILT en RIV met HPLC-RIA, DLC en GCMS stemt - voorzover de monsters gezamenlijk onderzocht zijn - ook volkomen overeen.

Dit rapport komt in de plaats van het Concept RIKILT-rapport 83.7 dd. 1983-01-24 en concept RIKILT-rapport 84.53 dd. 1984-06-09.

Rapporteurs: dr W.G. de Ruig en dr R.W. Stephany

Verantwoordelijk RIKILT: dr W.G. de Ruig

Samensteller: dr W.G. de Ruig

Projektleider RIKILT: dr W.G. de Ruig, RIVM: dr R.W. Stephany



Verzendlijst

RIKILT

Direkteur RIKILT
Sectorhoofd Produktveiligheid
Sectorhoofd Produktkwaliteit
Onderzoekcoördinator Vee en Vlees
Afdeling SERH (9x)
Afdeling OCON (3x)
Afdeling Normalisatie/Harmonisatie
Projektbeheer
Centraal Laboratorium RVV
Ministerie van Landbouw en Visserij:
 Directie RVV
 Directie VZ
 Directie VKA
 Veterinaire Dienst
Algemene Inspectiedienst
Directie IVVO

RIVM

Ministerie van Welzijn, Volksgezondheid en Cultuur:
 Veterinaire Hoofdinspectie van de Volksgezondheid (5x)
 Secretaris-Generaal
 Directeur-Generaal van de Volksgezondheid
 Plv. Directeur Generaal van de Volksgezondheid
 tevens Hoofddirecteur Financiering en Planning
 Hoofddirecteur van de Gezondheidsbescherming
 Hoofddirecteur van de Gezondheidszorg
Direktie RIVM
Coördinator VHI-RIVM
ir T.J. Hofker
Prof. dr G. Dijkstra
Dr J. Freudenthal
Dr J.G. Vos
Auteurs en medewerkers (5x)
Projecten- en Rapportenregistratie (2x)
Administratie
Reserve (voor RIVM 20x)

Gemeenschappelijk

Directie CIVO/TNO
Directie BCO
Medewerkers BCO (3x)
Leden Beneluxwerkgroep SP/LAB/h "Hormonen en antihormonen" (15x).

Lijst van medewerkers

De in dit rapport weergegeven experimentele resultaten kwamen tot stand door de medewerking van:

Stichting Bergschot Centrum voor Onderzoek (BCO), Breda

drs N.A. Schmidt

A.M.J. Kuypers

J. de Jong

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT),

Wageningen

RIA en DLC: Afdeling Spectroscopie, Electrochemie, Radioactiviteit en
Hormonen

dr W.G de Ruig

M.J.C Berghmans

G.M. Binnendijk

Th.H.G. Polman

T.D.B. van der Struijs

J.M. Weseman

GCMS: Afdeling Organische Contaminanten

ir L.G.M.Th. Tuinstra

H.J. Keukens

W.A. Traag

Rijksinstituut voor de Volksgezondheid (RIV), vestiging Utrecht

RIA, HPLC en DLC: Laboratorium voor Endocrinologie

dr R.W. Stephany

dr ir E.H.J.M. Jansen

R.H. van de Berg

R. Both-Miedema

D. van den Bosch

GCMS: laboratorium voor Klinische Chemie en Hematologie

dr J. Freudenthal

L.G. Gramberg

J.L.M. Litjens

Ten behoeve van de controle op DES in runderurine wordt in het rapport van de Werkgroep EVATH van juli 1982 voor het screeningsonderzoek RIA met chromatografische voorzuivering en voor bevestigingsonderzoek GCMS aanbevolen. Ook een combinatie van RIA en DLC zou tot een betrouwbaar oordeel over de identiteit van DES kunnen leiden.

Naast de ringonderzoeken die in het kader van EVATH uitgevoerd zijn, bestond er bij het RIKILT behoefte aan onderzoek van praktijkmonsters, teneinde hieraan de analysemethoden te toetsen. Voor dit onderzoek werden in de periode april-oktober 1982 uit het VHI bewakingsonderzoek wekelijks monsters ontvangen van BCO, die BCO in opdracht van het RIV analyseert. In totaal zijn 677 monsters gezamenlijk onderzocht. Het bleek dat dezelfde 33 monsters door BCO en RIKILT met RIA "positief", dat wil zeggen $\geq 1 \mu\text{g/l}$, gevonden waren.

Volgens de gemaakte afspraken werden door BCO met RIA positief gevonden monsters opgestuurd naar het RIV, waar ze nader onderzocht werden met HPLC-RIA en GCMS. De RIA positieve monsters werden op het RIKILT nader onderzocht met DLC en GCMS.

Zodoende is er een vergelijkend onderzoek ontstaan, dat daarom zo interessant is, omdat het hier praktijkmonsters betreft, en ook - meer dan de in EVATH verband opgezette ringonderzoeken - overeenkomt met de gang van zaken bij echte controle.

De uitslagen van de 33 RIA positieve monsters, verkregen met de verschillende technieken, zijn verzameld in Tabel 1. De uitslagen van BCO en RIKILT van alle 677 monsters met Celite-RIA zijn weergegeven in Tabel 2.

De frequentieverdeling van de door het RIKILT gevonden gehalten in de 677 monsters is als volgt.

Gehalte ($\mu\text{g/l}$)	Aantal	%
< 0,2	628	92,8
0,2 - < 0,5	14	2,1
0,5 - < 1,0	2	0,3
1 - < 3	6	0,9
3 - < 5	5	0,7
5 - < 10	3	0,4
> 10	<u>19</u>	<u>2,8</u>
	677	100

Aangezien de monsters geselecteerd zijn, met een voorkeur voor positief gevonden monsters, mogen uit deze frequentieverdeling geen conclusies getrokken worden over de aanwezigheid van DES in praktijkmonsters.

De 33 met Celite-RIA positief bevonden monsters zijn voorzover mogelijk in vervolgonderzoek nader onderzocht met HPLC-RIA (RIV), GCMS (RIV), GCMS (RIKILT) en DLC (RIKILT).

In vijf gevallen bleek het niet mogelijk de resultaten van RIV enerzijds en van BCO en RIKILT anderzijds met elkaar te correleren.

De resultaten van de vervolgonderzoeken kunnen als volgt worden samengevat.

	HPLC-RIA	GCMS	GCMS	DLC
	<u>RIV</u>	<u>RIV</u>	<u>RIKILT</u>	<u>RIKILT</u>
> = 1 µg/l	23	23+	19+	24+
< 1 µg/l	<u>5</u>	<u>3-</u> (2:HEX)	<u>2-</u> (2:HEX)	<u>3-</u> (1:HEX)
Onderzocht	28	26	21	27
Niet te correleren/ niet onderzocht/ geen monstermateriaal meer	5	7	12	6
Totaal	33	33	33	33

In alle monsters die met HPLC-RIA > = 1 µg/l waren, werd, voorzover onderzocht, met GCMS (RIV), GCMS (RIKILT) en DLC (RIKILT) DES aangetoond.

Voor de 5 monsters die met Celite-RIA > = 1 µg/l maar met HPLC-RIA < 1 µg/l waren, waren de resultaten in het vervolgonderzoek als volgt. (In Tabel 1 zijn deze monsters aangeduid met ***)

RIKILT-	HPLC-RIA	GCMS	GCMS	DLC
<u>nummer</u>	<u>RIV</u>	<u>RIV</u>	<u>RIKILT</u>	<u>RIKILT</u>
17618	0,2	.	+	+
19181	0,1	.	.	-
22223	0,5	-(HEX)	-(HEX)	-(HEX)
22933	0,6	-	+	+
22960	0,0	-(HEX)	-(HEX)	-

Twee monsters bleken HEX te bevatten en geen DES, in de drie andere monsters kon de aanwezigheid van DES respectievelijk wel/niet/soms niet, soms wel worden aangetoond.

Opmerkingen bij de resultaten

1. Uit tabel 2 blijkt, dat er een goede overeenstemming bestaat in de met Celite-RIA gevonden gehalten tussen BCO en RIKILT.
2. Vanaf de grens van 1 µg/l, die in het EVATH rapport gesuggereerd wordt als praktische beslissingsgrens voor de aanwezigheid van DES, bestaat er tussen BCO en RIKILT bij het screeningsonderzoek met Celite-RIA geen enkel verschil in interpretatie: beide instituten vinden dezelfde 33 monsters "positief", dat wil zeggen ≥ 1 µg/l.
3. Van de overige monsters werd het overgrote deel 0,0 of 0,1 resp. $< 0,2$ µg/l gevonden, dat wil zeggen uitslagen die overeenkomen met die van urines zonder DES.
4. Van de 6 urines, waarin iets hogere waarden gevonden zijn, maar nog steeds < 1 µg/l, waren de resultaten als volgt.

RIKILT-nr.	BCO	RIKILT	RIV
16816	0,5	$< 0,2$	µg/l
19183	0,6	0,6	
20854	0,6	$< 0,2$	
21408	0,6	0,3	
22481	0,6	0,3	
22962	0,7	0,5	1,1

5. Wanneer DES aangetoond werd, waren de gevonden gehalten dikwijls relatief hoog:

19	> 10	µg/l
3	5 - 10	
4	3 - 5	
7	1 - 3	
6. De monsters met hoge gehalten (> 10 µg/l) die met de standaard-RIA procedure niet meer kunnen worden bepaald, zijn op het RIKILT nogmaals geanalyseerd met RIA na sterke verdunning. De uitkomsten hiervan zijn ook in Tabel 2 opgenomen.
7. In alle met HPLC-RIA positief bevonden monsters werd, voorzover onderzocht, zowel met GCMS als met DLC de aanwezigheid van DES bevestigd.

8. In de 18 monsters die door RIKILT en RIV met GCMS zijn onderzocht, waren de conclusies in 17 gevallen gelijkloidend, en wel 15x positief voor DES en 2 x negatief voor DES maar positief voor HEX. In één geval (monster nr. 22933) was het resultaat negatief met GCMS (RIV) en positief met GCMS (RIKILT). Ook met DLC was dit monster positief, en de RIA resultaten waren 1,4; 2,1 en 0,6 µg/l.

Conclusies

1. De Celite-RIA resultaten van BCO en RIKILT stemmen goed overeen.
2. Met deze Celite-RIA worden monsters met veel HEX positief bevonden; met de HPLC-RIA zijn dergelijke monsters negatief, een en ander overeenkomstig de verwachtingen.
3. De bevindingen van het vervolgonderzoek voor monsters die met Celite-RIA ≥ 1 µg/l bevonden waren met DLC en met GCMS, uitgevoerd aan dezelfde monsters stemmen, op één uitzondering na, overeen, zowel onderling als ten opzichte van de RIA's.
4. Er is in dit onderzoek geen enkele aanwijzing voor fout-positieve resultaten.

Toelichting op Tabel 1

a) Gehalten bepaald volgens standaardprocedure. Gehalten $> 10 \mu\text{g/l}$ zijn te groot om met deze procedure kwantitatief te bepalen.

b) Gehalten bepaald in sterk verdunde (5-200x) urines. Door de grote verdunning is de spreiding groot.

c) + = de aanwezigheid van DES kon worden aangetoond.

- = de aanwezigheid van DES kon niet worden aangetoond.

Criteria volgens EVATH-rapport, juni 1982.

d) + = de aanwezigheid van DES kon worden aangetoond.

- = de aanwezigheid van DES kon niet worden aangetoond.

1 = trans-DES vlek waarneembaar

2 = trans- en cis-DES vlek waarneembaar

3 = trans-, cis en cis-uit-trans-DES vlek waarneembaar

4 = trans-, cis-, cis-uit-transd en trans-uit-cis-DES vlek waarneembaar.

n.o. = niet onderzocht/gegeven ontbreekt.

*** = door RIV met HPLC-RIA negatief bevonden. Met HPLC-RIA wordt selectief alléén DES bepaald.

geen mm = geen monstermateriaal meer voorhanden voor het uitvoeren van de analyse.

? = analyseresultaten van BCO en RIKILT niet te correleren met die van RIV.

Tabel 1. Overzicht van de 32 monsters uit de 677 monsters urine, die met Celite-RIA > 1 µg/l stilbeen, uitgedrukt als DES gevonden werden. Uitslagen met Celite-RIA, HPLC-RIA, GCMS en HPTLC.

RIKILT-nummer	BCO	RIKILT		RIV	RIV	RIKILT	RIKILT
	Celite-RIA	Celite-RIA		HPLC-RIA	GCMS Bevestiging DES c)	GCMS Bevestiging DES c)	DLC Bevestiging DES d)
	µg/l	a) µg/l	b) µg/l	µg/l			
17261	> 10	> 10	210	> 10	+	n.o.	+ 3
17263	> 10	< 10	58	> 10	+	+	+ 2
17618***	> 10	> 10	14	0,2	geen mm	+	+ 2
17619	> 10	> 10	232	> 10	+	n.o.	+ 4
17620	5,4	> 10	5,9 5,8	5,7	+	+	+ 2
17621	> 10	> 10	130	> 10	+	+	+ 2
18067	> 10	> 10	22	> 10	+	+	+ 2
19181***	1,0	1,2		0,1	n.o.	geen mm	-
19182	4,0	4,0		4,1	+	+	+ 2
20461	> 10	> 10		?	?	geen mm	geen mm
20463	2,7	4,1		3,2	+	+	+ 2
20853	> 10	> 10	66	> 10	+	geen mm	geen mm
20870	> 10	> 10	12	> 10	+	+	+ 3
20871	> 10	> 10	105	> 10	+	+	+ 3
20872	4,7	3,6	5,2	?	?	+	+ 2
20873	> 10	> 10	52	> 10	+	+	+ 2
20874	> 10	> 10	94	> 10	+	+	+ 3
20875	> 10	> 10	144	?	?	+	+ 2
20876	6,3	< 10	6,4	3,5	+	+	+ 3
20877	> 10	> 10	118	> 10	+	n.o.	+ 3
22223***	8,7	4,6		0,5	- (HEX)	- (HEX)	- (HEX sterk +)
22224	> 10	> 10	84	> 10	+	geen mm	geen mm
22225	9,0	> 10	7,1	> 10	+	n.o.	+ 1
22226	> 10	4,1		5,4	+	+	+ 2
22227	> 10	> 10	12	> 10	+	geen mm	geen mm
22228	> 10	> 10	36	> 10	+	+	+ 4 (ook HEX)
22229	4,7	5,5		3,6	+	geen mm	+
22933***	1,4	2,1		0,6	-	+	+ 1
22960***	1,5	1,0		0,0	-(HEX)	- (HEX)	-
22961	3,3	2,5		2,7	+	+	+ 2
22963	3,7	1,8		9,8	+	+	geen mm
25421	> 10	> 10		?	?	n.o.	n.o.
26421	2,5	1,9		?	?	n.o.	+ 2 (+ DE?)

Tabel 2 Resultaten van het onderzoek van DES in urines afkomstig van runderen uit het surveillance onderzoek van de VD/VHI, in de periode april - oktober 1982 uitgevoerd door BCO en RIKILT met de Celite-RIA methode.

RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l
Monsterneming: 1982-04-08			Monsterneming: 1982-04-21			Monsterneming: 1982-04-28			Monsterneming: 1982-04-28		
15892	0,0	< 0,2	16793	0,0	< 0,2	17261	>10	>10	17596	0,0	< 0,2
15893	0,0	< 0,2	16794	0,0	< 0,2	17262	0,2	< 0,2	17603	0,1	< 0,2
15894	0,0	< 0,2	16795	0,0	< 0,2	17263	>10	>10	17605	0,0	< 0,2
15895	0,0	< 0,2	16796	0,0	< 0,2	17264	0,1	< 0,2	17606	0,0	< 0,2
15896	0,0	< 0,2	16797	0,0	< 0,2	17265	0,1	< 0,2	17610	0,1	< 0,2
15897	0,1	< 0,2	16798	0,0	< 0,2	17266	0,0	< 0,2	17611	0,2	< 0,2
15898	0,0	< 0,2	16799	0,0	< 0,2	17267	0,0	< 0,2	17614	0,1	< 0,2
15899	0,0	< 0,2	16800	0,0	< 0,2	17268	0,0	< 0,2	17615	0,1	< 0,2
15900	0,0	< 0,2	16801	0,0	< 0,2	17269	0,0	< 0,2	17618	>10	>10
15901	0,0	< 0,2	16802	0,0	< 0,2	17270	0,0	< 0,2	17619	>10	>10
15902	0,0	geen monster	16803	0,0	< 0,2	17271	0,0	< 0,2	17620	5,4	5,9
15903	0,0	< 0,2	16804	0,0	< 0,2	17272	0,0	< 0,2	17621	>10	>10
15904	0,0	< 0,2	16805	0,0	< 0,2	17273	0,1	< 0,2	Monsterneming: 1982-05-12		
15905	0,1	< 0,2	16806	0,0	< 0,2	17274	0,0	< 0,2	18060	0,0	< 0,2
15906	0,0	< 0,2	16807	0,0	< 0,2	17275	0,0	< 0,2	18061	0,0	< 0,2
15907	0,0	< 0,2	16808	0,0	< 0,2	17276	0,0	< 0,2	18062	0,0	< 0,2
15908	0,0	< 0,2	16809	0,1	< 0,2	17277	0,0	< 0,2	18063	0,0	< 0,2
15909	0,0	< 0,2	16810	0,1	< 0,2	17278	0,0	< 0,2	18067	>10	>10
15910	0,0	< 0,2	16811	0,0	< 0,2	17279	0,0	< 0,2	18078	0,0	< 0,2
15911	0,0	< 0,2	16812	0,1	< 0,2	17280	0,0	< 0,2	18081	0,0	< 0,2
15912	0,0	< 0,2	16813	0,0	< 0,2	17281	0,0	< 0,2	18082	0,0	< 0,2
15913	0,2	< 0,2	16814	0,0	< 0,2	17282	0,0	< 0,2	18086	0,0	< 0,2
15914	0,0	geen monster	16815	0,2	< 0,2	17283	0,0	< 0,2	Monsterneming: 1982-05-17		
15915	0,2	< 0,2	16816	0,5	< 0,2	17284	0,1	< 0,2	18458	0,0	< 0,2
15916	0,1	< 0,2	16817	0,1	< 0,2	17285	0,0	< 0,2	18459	0,0	< 0,2
15917	0,1	< 0,2	16818	0,0	< 0,2	17286	0,0	< 0,2	18462	0,0	< 0,2
15918	0,1	< 0,2	16819	0,1	< 0,2	17287	0,0	< 0,2	18463	0,0	< 0,2
15919	0,1	< 0,2	16820	0,0	< 0,2	17288	0,0	< 0,2	18466	0,0	< 0,2
15920	0,1	< 0,2	16821	0,1	< 0,2	17289	0,0	< 0,2	18469	0,0	< 0,2
15921	0,0	< 0,2	16822	0,1	< 0,2	17290	0,0	< 0,2	18470	0,0	< 0,2
15922	0,0	< 0,2	16823	0,1	< 0,2	17291	0,0	< 0,2	18471	0,0	< 0,2
15923	0,0	< 0,2	16824	0,0	< 0,2	17292	0,0	< 0,2	Monsterneming: 1982-05-26		
15924	0,0	< 0,2	16825	0,0	< 0,2	17293	0,0	< 0,2	18810	0,0	< 0,2
15925	0,0	< 0,2	16826	0,0	< 0,2	17294	0,0	< 0,2	18811	0,0	< 0,2
15926	0,0	< 0,2	16827	0,0	< 0,2	17295	0,0	< 0,2	18813	0,0	< 0,2
15927	0,0	< 0,2	16828	0,1	< 0,2	17296	0,0	< 0,2	18815	0,0	< 0,2
15928	0,0	< 0,2	16829	0,0	< 0,2	17297	0,0	< 0,2	18816	0,0	< 0,2
15929	0,0	< 0,2	16830	0,1	< 0,2	17298	0,0	< 0,2			
15930	0,0	< 0,2	16831	0,0	< 0,2	17299	0,0	< 0,2			
15931	0,0	< 0,2	16832	0,1	< 0,2	17300	0,1	< 0,2			

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l
18818	0,0	< 0,2
18825	0,1	0,3
18826	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-06-02		
19177	0,0	< 0,2
19181	1,0	1,2
19182	4,0	4,0
19183	0,6	0,6
19184	0,0	< 0,2
19185	0,1	< 0,2
Monsterneming: 1982-06-04		
19196	0,0	< 0,2
19200	0,0	< 0,2
19206	0,0	< 0,2
19209	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-06-08		
19704	0,0	< 0,2
19707	0,0	< 0,2
19712	0,0	< 0,2
19721	0,0	< 0,2
19724	0,2	< 0,2
19731	0,0	< 0,2
19734	0,1	< 0,2
19740	0,4	< 0,2
Monsterneming: 1982-06-17		
20010	0,0	< 0,2
20015	0,1	0,2
20020	0,0	< 0,2
20025	0,0	< 0,2
20027	0,0	< 0,2
20038	0,0	< 0,2
20042	0,0	< 0,2
20047	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-06-25		
20439	0,0	< 0,2
20441	0,0	< 0,2
20445	0,1	< 0,2
20450	0,1	< 0,2
20461	>10	>10

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l
20463	4,1	2,7
20465	0,0	0,3
Monsterneming: 1982-06-28		
20870	>10	>10
20873	>10	>10
Monsterneming: 1982-06-29		
20871	>10	>10
20872	4,7	4,4
20874	>10	>10
20875	>10	>10
20877	>10	>10
Monsterneming: 1982-06-30		
20876	6,3	6,4
Monsterneming: 1982-06-30		
20838	0,1	< 0,2
20839	0,1	< 0,2
20840	0,1	< 0,2
20841	0,0	< 0,2
20842	0,0	< 0,2
20843	0,0	< 0,2
20844	0,1	< 0,2
20845	0,1	< 0,2
20846	0,0	< 0,2
20847	0,0	< 0,2
20848	0,0	< 0,2
20849	0,0	< 0,2
20850	0,1	< 0,2
20851	0,0	< 0,2
20852	0,0	< 0,2
20853	>10	>10
20854	0,6	< 0,2
20855	0,3	< 0,2
20856	0,1	< 0,2
20857	0,0	< 0,2
20858	0,0	< 0,2
20859	0,0	< 0,2
20860	0,0	< 0,2
20861	0,0	< 0,2
20862	0,0	< 0,2

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l
20863	0,0	< 0,2
20864	0,0	< 0,2
20865	0,0	< 0,2
20866	0,0	< 0,2
20867	0,1	< 0,2
20868	0,1	< 0,2
20869	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-07-07		
21375	0,0	< 0,2
21376	0,0	< 0,2
21377	0,0	< 0,2
21378	0,0	< 0,2
21379	0,0	< 0,2
21380	0,0	< 0,2
21381	0,0	< 0,2
21382	0,0	< 0,2
21383	0,0	< 0,2
21384	0,0	< 0,2
21385	0,0	< 0,2
21386	0,0	< 0,2
21387	0,0	< 0,2
21388	0,0	< 0,2
21389	0,0	< 0,2
21390	0,0	< 0,2
21391	0,0	< 0,2
21392	0,1	< 0,2
21393	0,0	< 0,2
21394	0,0	< 0,2
21395	0,0	< 0,2
21396	0,0	< 0,2
21397	0,0	< 0,2
21398	0,0	< 0,2
21399	0,0	< 0,2
21400	0,0	< 0,2
21401	0,0	< 0,2
21402	0,0	< 0,2
21403	0,0	< 0,2
21404	0,0	< 0,2
21405	0,0	< 0,2
21406	0,0	< 0,2
21407	0,0	< 0,2
21408	0,6	0,3
21409	0,0	< 0,2

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l
21410	0,0	< 0,2
21411	0,0	< 0,2
21412	0,0	< 0,2
21413	0,1	< 0,2
21414	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-07-14		
21698	0,0	< 0,2
21699	0,0	< 0,2
21700	0,1	< 0,2
21701	0,0	< 0,2
21702	0,0	0,2
21703	0,0	< 0,2
21704	0,0	< 0,2
21705	0,0	< 0,2
21706	0,0	< 0,2
21707	0,1	< 0,2
21708	0,0	0,2
21709	0,0	< 0,2
21710	0,0	< 0,2
21711	0,0	< 0,2
21712	0,1	< 0,2
21713	0,2	0,3
21714	0,1	< 0,2
21715	0,0	< 0,2
21716	0,0	< 0,2
21717	0,0	< 0,2
21718	0,0	< 0,2
21719	0,0	< 0,2
21720	0,3	< 0,2
21721	0,2	< 0,2
21722	0,0	< 0,2
21723	0,1	< 0,2
21724	0,0	< 0,2
21725	0,0	< 0,2
21726	0,0	< 0,2
21727	0,2	< 0,2
21728	0,0	< 0,2
21729	0,0	< 0,2
21730	0,0	< 0,2
21731	0,0	< 0,2
21732	0,0	< 0,2
21733	0,0	< 0,2
21734	0,0	< 0,2
21735	0,1	< 0,2
21736	0,0	< 0,2
21737	0,0	< 0,2

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l
Monsterneming: 1982-07-14			22215	0,0	< 0,2	22471	0,0	< 0,2	22949	0,0	< 0,2
22224	>10	>10	22216	0,1	< 0,2	22472	0,1	< 0,2	22950	0,0	< 0,2
22227	>10	>10	22217	0,0	< 0,2	22473	0,0	< 0,2	22951	0,0	< 0,2
			22218	0,0	< 0,2	22474	0,0	< 0,2	22952	0,0	< 0,2
			22219	0,0	< 0,2	22475	0,0	< 0,2	22953	0,1	< 0,2
Monsterneming: 1982-07-16			22220	0,0	< 0,2	22476	0,1	< 0,2	22954	0,1	0,2
22226	>10	4,1	22221	0,0	< 0,2	22477	0,0	< 0,2	22955	0,2	0,2
			22222	0,0	< 0,2	22478	0,0	< 0,2	22956	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-07-19			Monsterneming: 1982-07-26			22479	0,0	< 0,2	22957	0,1	< 0,2
22223	8,7	4,6	22481	0,6	0,3	22480	0,0	< 0,2	22958	0,1	< 0,2
22225	9,0	>10	Monsterneming: 1982-07-30			Monsterneming: 1982-08-03			22959	0,1	< 0,2
22228	>10	>10	22441	0,0	< 0,2	22960	1,5	1,0	22964	0,1	< 0,2
22229	4,7	5,5	22442	0,0	< 0,2	22961	3,3	2,5	22965	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-07-23			22443	0,0	< 0,2	22962	0,7	0,5	22966	0,1	< 0,2
22190	0,0	< 0,2	22444	0,0	< 0,2	Monsterneming: 1982-08-04			22967	0,1	0,2
22191	0,1	< 0,2	22445	0,0	< 0,2	22924	0,0	< 0,2	22968	0,1	< 0,2
22192	0,1	< 0,2	22446	0,0	< 0,2	22925	0,0	< 0,2	22969	0,1	< 0,2
22193	0,2	< 0,2	22447	0,0	< 0,2	22926	0,0	< 0,2	22970	0,1	< 0,2
22194	0,1	< 0,2	22448	0,0	< 0,2	22927	0,0	< 0,2	22971	0,2	< 0,2
22195	0,0	< 0,2	22449	0,0	< 0,2	22928	0,0	< 0,2	Monsterneming: 1982-08-06		
22196	0,0	< 0,2	22450	0,0	< 0,2	22929	0,0	< 0,2	22963	3,7	1,8
22197	0,0	< 0,2	22451	0,0	< 0,2	22930	0,0	< 0,2	Monsterneming: 1982-08-13		
22198	0,1	< 0,2	22452	0,0	< 0,2	22931	0,0	< 0,2	23373	0,0	< 0,2
22199	0,0	< 0,2	22453	0,0	< 0,2	22932	0,0	< 0,2	23374	0,0	< 0,2
22200	0,0	< 0,2	22454	0,0	< 0,2	22933	1,4	2,1	23375	0,0	< 0,2
22201	0,0	< 0,2	22455	0,0	< 0,2	22934	0,0	< 0,2	23376	0,0	< 0,2
22202	0,0	< 0,2	22456	0,0	< 0,2	22935	0,0	< 0,2	23377	0,0	< 0,2
22203	0,0	< 0,2	22457	0,0	< 0,2	22936	0,0	< 0,2	23378	0,0	< 0,2
22204	0,1	< 0,2	22458	0,0	< 0,2	22937	0,0	< 0,2	23379	0,0	< 0,2
22205	0,0	< 0,2	22459	0,0	< 0,2	22938	0,0	< 0,2	23380	0,0	< 0,2
22206	0,0	< 0,2	22460	0,0	< 0,2	22939	0,0	< 0,2	23381	0,0	< 0,2
22207	0,1	< 0,2	22461	0,0	< 0,2	22940	0,0	< 0,2	23382	0,0	< 0,2
22208	0,0	< 0,2	22462	0,0	< 0,2	22941	0,0	< 0,2	23383	0,0	< 0,2
22209	0,0	< 0,2	22463	0,0	< 0,2	22942	0,2	< 0,2	23384	0,0	< 0,2
22210	0,0	< 0,2	22464	0,0	< 0,2	22943	0,2	< 0,2	23385	0,0	< 0,2
22211	0,0	< 0,2	22465	0,0	< 0,2	22944	0,1	< 0,2	23386	0,0	< 0,2
22212	0,0	< 0,2	22466	0,0	< 0,2	22945	0,2	< 0,2	23387	0,2	< 0,2
22213	0,0	< 0,2	22467	0,0	< 0,2	22946	0,0	< 0,2			
22214	0,0	< 0,2	22468	0,0	< 0,2	22947	0,1	< 0,2			
			22469	0,0	< 0,2	22948	0,1	< 0,2			
			22470	0,0	< 0,2						

RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT-nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l		µg/l	µg/l
23388	0,0	< 0,2	23686	0,1	< 0,2	24926	0,1	< 0,2	25415	0,0	< 0,2
23389	0,0	< 0,2	23687	0,0	< 0,2	24927	0,0	< 0,2	25416	0,0	< 0,2
23390	0,0	< 0,2	23688	0,1	< 0,2	24928	0,0	< 0,2	25417	0,0	< 0,2
23391	0,0	< 0,2	23689	0,0	< 0,2	24929	0,0	< 0,2	25418	0,0	< 0,2
23392	0,0	< 0,2	23690	0,0	< 0,2	24930	0,1	< 0,2	25419	0,0	< 0,2
23393	0,0	< 0,2	23691	0,3	< 0,2	24931	0,0	< 0,2	25420	0,1	< 0,2
23394	0,0	< 0,2	23692	0,1	< 0,2	24932	0,0	< 0,2	25421	>10	>10
23395	0,0	< 0,2	23693	0,0	< 0,2	24933	0,0	< 0,2	25422	0,3	< 0,2
23396	0,1	< 0,2	23694	0,0	< 0,2	24934	0,0	< 0,2	25423	0,1	< 0,2
23397	0,0	< 0,2	23695	0,0	< 0,2	24935	0,0	< 0,2	25424	0,1	< 0,2
23398	0,1	< 0,2	23696	0,0	< 0,2	24936	0,0	< 0,2	25425	0,0	< 0,2
23399	0,0	< 0,2	23697	0,0	< 0,2	24937	0,1	< 0,2	25426	0,0	< 0,2
23400	0,0	< 0,2	23698	0,0	< 0,2	24938	0,1	< 0,2	25427	0,0	< 0,2
23401	0,0	< 0,2	23699	0,0	< 0,2	24939	0,1	< 0,2	25428	0,0	< 0,2
23402	0,0	< 0,2	23700	0,0	< 0,2	24940	0,0	< 0,2	25429	0,0	< 0,2
23403	0,1	< 0,2	23701	0,0	< 0,2	24941	0,2	< 0,2	25430	0,1	< 0,2
23404	0,0	< 0,2	23702	0,0	< 0,2	24942	0,0	< 0,2	25431	0,0	< 0,2
23405	0,0	< 0,2	23703	0,0	< 0,2	24943	0,0	< 0,2	25432	0,0	< 0,2
23406	0,0	< 0,2	23704	0,0	< 0,2	24944	0,0	< 0,2	25433	0,0	< 0,2
23407	0,0	< 0,2	23705	0,0	< 0,2	24945	0,0	< 0,2	25434	0,1	< 0,2
23408	0,0	< 0,2	23706	0,0	< 0,2	24946	0,0	< 0,2	25435	0,0	< 0,2
23409	0,1	0,3	23707	0,2	< 0,2	24947	0,1	< 0,2	25436	0,0	< 0,2
23410	0,0	< 0,2	23708	0,0	< 0,2	24948	0,0	< 0,2	25437	0,1	< 0,2
23411	0,0	< 0,2	23709	0,0	< 0,2	24949	0,0	< 0,2	25438	0,0	< 0,2
23412	0,0	< 0,2	23710	0,1	< 0,2	24950	0,1	< 0,2	25439	0,0	< 0,2
Monsterneming: 1982-08-18			Monsterneming: 1982-09-02			Monsterneming: 1982-09-09			Monsterneming: 1982-09-15		
23671	0,1	< 0,2	24911	0,0	0,2	25400	0,0	< 0,2	25963	0,0	< 0,2
23672	0,0	< 0,2	24912	0,0	< 0,2	25401	0,0	< 0,2	25964	0,0	< 0,2
23673	0,0	< 0,2	24913	0,0	< 0,2	25402	0,0	< 0,2	25965	0,1	< 0,2
23674	0,0	< 0,2	24914	0,1	< 0,2	25403	0,0	< 0,2	25966	0,0	< 0,2
23675	0,0	< 0,2	24915	0,0	< 0,2	25404	0,0	< 0,2	25967	0,0	< 0,2
23676	0,0	< 0,2	24916	0,0	< 0,2	25405	0,0	< 0,2	25968	0,0	< 0,2
23677	0,0	< 0,2	24917	0,0	< 0,2	25406	0,0	< 0,2	25969	0,2	< 0,2
23678	0,0	< 0,2	24918	0,0	0,2	25407	0,0	< 0,2	25970	0,0	< 0,2
23679	0,1	< 0,2	24919	0,0	< 0,2	25408	0,0	< 0,2	25971	0,0	< 0,2
23680	0,1	< 0,2	24920	0,1	< 0,2	25409	0,0	< 0,2	25972	0,0	< 0,2
23681	0,1	< 0,2	24921	0,0	< 0,2	25410	0,0	< 0,2	25973	0,1	< 0,2
23682	0,1	< 0,2	24922	0,0	< 0,2	25411	0,0	< 0,2	25974	0,0	< 0,2
23683	0,0	< 0,2	24923	0,0	< 0,2	25412	0,0	< 0,2	25975	0,1	< 0,2
23684	0,2	< 0,2	24924	0,0	< 0,2	25413	0,0	< 0,2	25976	0,1	< 0,2
23685	0,1	< 0,2	24925	0,0	< 0,2	25414	0,0	< 0,2	25977	0,0	< 0,2

RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat	RIKILT- nummer	BCO resultaat	RIKILT resultaat
	µg/l	µg/l		µg/l	µg/l
25978	0,0	< 0,2	26397	0,0	< 0,2
25979	0,0	< 0,2	26398	0,0	< 0,2
25980	0,0	< 0,2	26399	0,1	< 0,2
25981	0,0	< 0,2	26400	0,0	< 0,2
25982	0,0	< 0,2	26401	0,1	< 0,2
25983	0,0	< 0,2	26402	0,1	< 0,2
25984	0,0	< 0,2	26403	0,0	< 0,2
25985	0,0	< 0,2	26404	0,1	< 0,2
25986	0,0	< 0,2	26405	0,0	< 0,2
25987	0,2	< 0,2	26406	0,0	< 0,2
25988	0,0	< 0,2	26407	0,0	< 0,2
25989	0,0	< 0,2	26408	0,1	< 0,2
25990	0,1	< 0,2	26409	0,1	< 0,2
25991	0,1	< 0,2	26410	0,0	< 0,2
25992	0,1	< 0,2	26411	0,0	< 0,2
25993	0,1	< 0,2	26412	0,1	< 0,2
25994	0,0	< 0,2	26413	0,0	< 0,2
25995	0,0	< 0,2	26414	0,1	< 0,2
25996	0,0	< 0,2	26415	0,2	< 0,2
25997	0,0	< 0,2	26416	0,2	< 0,2
25998	0,0	< 0,2	26417	0,2	< 0,2
25999	0,0	< 0,2	26418	0,2	< 0,2
26000	0,0	< 0,2	26419	0,3	< 0,2
26001	0,0	< 0,2	26420	0,2	< 0,2
26002	0,0	< 0,2	26421	2,5	1,9

Monsterneming: 1982-10-01

26382	0,1	< 0,2
26383	0,0	< 0,2
26384	0,0	< 0,2
26385	0,0	< 0,2
26386	0,0	< 0,2
26387	0,0	< 0,2
26388	0,0	< 0,2
26388	0,0	< 0,2
26390	0,0	< 0,2
26391	0,0	< 0,2
26392	0,0	< 0,2
26393	0,0	< 0,2
26394	0,0	< 0,2
26395	0,1	< 0,2
26396	0,0	< 0,2

Lijst van afkortingen

BCO	Stichting Bergschot Centrum van Onderzoek, Breda
DE	Dienestrol
DES	Diethylstilbestrol
DLC	Dunne-laagchromatografie
GCMS	Gaschromatografie-massaspectrometrie
HEX	Hexestrol
HPLC	Hogedrukvlloeistofchromatografie
ppb	Delen per miljard = Massafractie: 10^{-9} = $\mu\text{g}/\text{kg}$, voor urine in de praktijk $\mu\text{g}/\text{l}$
RIA	Radioimmunoassay
RIKILT	Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten, Wageningen
RIV	Rijksinstituut voor de Volksgezondheid (sinds 1984-01-01: Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieuhygiëne, RIVM), Bilthoven

Literatuur

RIVM Rapport 36 79 10 014

E.H.J.M. Jansen, N.A. Schmidt, J. Freudenthal en R.W. Stephany
Resultaten van het bewakingsonderzoek van de Veterinaire Hoofdinspectie
naar het illegale gebruik van stilbenen bij volwassen runderen.
Periode augustus 1981 tot november 1982.

E.M.H.J. Jansen, R.H. van den Berg, H. van Blitterswijk, R. Both-
Miedema and R.W. Stephany

A highly specific detection method for diethylstilbestrol in bovine
urine by radioimmunoassay following high performance liquid chroma-
tography.

Food additives and contaminants, 2 (1985) 271-281.

W.G. de Ruig, J.M. Weseman, G.M. Binnendijk, H. Hooijerink

Het aantonen van diethylstilbestrol, hexestrol en dienestrol in
runderurine door middel van dunnelaagchromatografie na voorzuivering
met een celite of een HPLC kolom

De Ware(n)-Chemicus 14 (1984) 89-98.

R.W. Stephany, E.H.J.M. Jansen en J. Freudenthal

Een kwart eeuw onderzoek naar misbruik van hormonale anabolica bij
slachtdieren: geen DES-illusie!

Tijdschr. Diergeneeskd., 110 (1985) 654-661.

R.W. Stephany, E.H.J.M. Jansen

Toepassing van hormonale anabolica bij slachtdieren en de controle
hierop.

Bijdrage tot het Symposium "Anabole steroïden in de sport- en veteri-
naire wereld". Groningen, 14 december 1984.

(Met Nederlandse bibliografie.)