

Projectnr.: 71.484.01

Overdracht van toevoegings- en diergeneesmiddelen bij melkvee.

Projectleider: T. Zuidema

Rapport 2000. 010

december 2000

OVERDRACHT VAN TOEVOEGINGS- EN DIERGENEESMIDDELEN BIJ MELKVEE PROEF 2: OVERDRACHT VAN METICLORPINDOL

T. Zuidema*, B.J.A. Berendsen*, C.A.J. Hajee*, J.A. van Rhijn*, C.A. Kan**, A. Klop** en
H.J. Keukens*

Afdeling: Natuurlijke Inhoudstoffen, Residuen en Contaminanten

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)*
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen
Postbus 230, 6700 AE Wageningen
Telefoon 0317-475400
Telefax 0317-417717
Instituut voor Dierhouderij en Diergezondheid (ID-LELYSTAD)**
Edelhertweg 15, 8219 PH Lelystad
Postbus 65, 8200 AB Lelystad
Telefoon 0320-238238
Telefax 0320-238050

Copyright 2000, Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT).
Overname van de inhoud is toegestaan mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

auteur(s)

programmaleiders (4x)

in- en externe communicatie (2x)

bibliotheek (3x)

EXTERN:

Produktschap Diervoeder (Ir. D.F. Wolters) (5x)

ID-LELYSTAD (C.A. Kan) (3x)

INHOUD	blz.
SUMMARY	3
SAMENVATTING	5
1 INLEIDING	7
2 EXPERIMENTELE FASE	7
2.1 Proefopzet	7
2.2 Proefuitvoering	7
2.3 Analysemethode	9
3 RESULTATEN EN DISCUSSIE	9
3.1 Krachtvoerverstrekking	9
3.2 Discrepantie tussen totale afgifte en geleverde hoeveelheid krachtvoer	10
3.3 Melkproductie	11
3.4 Validatie analysemethode	11
3.5 Resultaten voermonsters	12
3.6 Resultaten melkmonsters	12
4 CONCLUSIES	15
BIJLAGEN	
1 Tijd- en bemonsteringsschema	
2 Resultaten melkmonsters	

SUMMARY

Administration of compound feed containing low (carry-over) levels of feed additives and/or veterinary drugs to dairy cows can result in the presence of residues in milk. In this study the quantitative relation between the (low) concentrations of meticlorpindol in compound feed and the residue concentrations in milk will be established.

This report describes a study concerning residue aspects of meticlorpindol in milk after administration of compound feeds containing low meticlorpindol levels to dairy cows. Following a controlled drug free period, twenty-six dairy cows (50 % with a high milk production, 50 % with a low milk production) received compound feed with different meticlorpindol concentrations (ranging from 0 to 25 mg/kg) for 20 days. After this period animals were fed for 7 days with a ration containing blank control compound feed. Mixed milk samples were collected in the morning from the animals at 0, 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 22, 23, 25 and 27 days and in the evening of days 21, 22 and 23 after start of medication. The milk samples were analysed by a HPLC method.

Results show a quantitative relation between the (low) concentrations of meticlorpindol in compound feed and the residue concentrations in milk.

SAMENVATTING

Het vervoederen van (kracht)voeders met een lage (versleping)s dosering van toevoegings- of diergeneesmiddelen, kan aanleiding geven tot residuvorming in melk. Deze residuvorming is zowel uit oogpunt van de volksgezondheid als van een onbelemmerde afzet van producten ongewenst. De doelstelling van het project is het vaststellen van de kwantitatieve relatie tussen lage gehalten meticlorpindol in het voer en de daardoor veroorzaakte gehalten in melk bij zowel hoog- als laagproductieve koeien. Kennis van deze relatie is noodzakelijk om de randvoorwaarden voor het produceren van krachtvoer voor lactierend melkvee onder GMP code vast te stellen. Deze randvoorwaarden moeten residuvorming in melk als gevolg van versleping van toevoegings- of diergeneesmiddelen bij de mengvoederbereiding zoveel mogelijk tegengaan.

De proef is uitgevoerd met zowel melkgevende runderen met een hoge productie (beoogde melkgift > 35 kg per dag) als met dieren met een lage melkproductie (< 20 kg per dag). De dieren hebben na een acclimatisatie periode van 2 weken gedurende 20 dagen de proefvoeders en daarna gedurende een naperiode van 7 dagen weer blanco controlevoer gekregen. Drie groepen van 8 dieren (steeds 4 hoog- en 4 laagproductieve dieren) hebben krachtvoer aangeboden gekregen in de respectievelijke verhoudingen 10:0, 5:5 en 1:9 krachtvoer met 25 mg/kg meticlorpindol en blanco controle krachtvoer. De krachtvoergift voor de hoogproductieve dieren is gebaseerd op 12 kg per dier per dag en de laagproductieve dieren hebben 2 kg per dier per dag gekregen. Verder hebben 1 hoog- en 1 laagproductief dier uitsluitend blanco controle krachtvoer gekregen.

Monsters van de ochtendmelk zijn op dag 0 (voor het verstrekken van het gecontamineerde voer) en verder gedurende de toediening van het gecontamineerde voer om de 3 dagen genomen vanaf het eerste moment van toediening van de proefvoeders. De eerste 3 dagen na stopzetting van de toediening zijn zowel de ochtend als de avondmelk bemonsterd. De analyses in de melk zijn uitgevoerd in mengmonsters per tijdstip per groep.

Uit het uitgevoerde onderzoek blijkt dat er een kwantitatieve relatie bestaat tussen lage gehalten meticlorpindol in het voer en de daardoor veroorzaakte gehalten in melk bij zowel laag- als hoogproductieve koeien. De resultaten laten zien dat hoe meer gecontamineerd voer gegeven werd hoe hoger de concentratie aan meticlorpindol in de melk is. Ook is er een verschil in meticlorpindol gehalte te zien tussen de hoog- en de laagproductieve dieren. Daarnaast lijkt de overdracht zeer snel te gaan. Zodra gestopt wordt met het verstrekken van gecontamineerd voer, wordt er ook geen meticlorpindol meer aangetoond in de melk.

1 INLEIDING

Het vervoederen van (kracht)voeders met een lage (verslepijgs)dosering van toevoegings- of diergeneesmiddelen, kan aanleiding geven tot residuvorming in melk. Deze residuvorming is zowel uit oogpunt van de volksgezondheid als van een onbelemmerde afzet van producten ongewenst. De doelstelling van het project is het vaststellen van de kwantitatieve relatie tussen lage gehalten meticlorpindol in het voer en de daardoor veroorzaakte gehalten in melk bij zowel hoog- als laagproductieve koeien. Kennis van deze relatie is noodzakelijk om de randvoorwaarden voor het produceren van krachtvoer voor lacterend melkvee onder GMP code vast te stellen. Deze randvoorwaarden moeten residuvorming in melk als gevolg van versleping van toevoegings- of diergeneesmiddelen bij de mengvoederbereiding zoveel mogelijk tegengaan.

2 EXPERIMENTELE FASE

2.1 Proefopzet

De proef is uitgevoerd met zowel melkgevende runderen met een hoge productie (beoogde melkgift > 35 kg per dag) als met dieren met een lage melkproductie (< 20 kg per dag). De dieren hebben na een acclimatisatie periode van 2 weken gedurende 20 dagen de proefvoeders en daarna gedurende een naperiode van 7 dagen weer blanco controlevoer gekregen. Drie groepen van 8 dieren (steeds 4 hoog- en 4 laagproductieve dieren) hebben krachtvoer aangeboden gekregen in de respectievelijke verhoudingen 10:0, 5:5 en 1:9 krachtvoer met 25 mg/kg meticlorpindol en blanco controle krachtvoer. De krachtvoergift voor de hoogproductieve dieren is gebaseerd op 12 kg per dier per dag en de laagproductieve dieren hebben 2 kg per dier per dag gekregen. Verder hebben 1 hoog- en 1 laagproductief dier uitsluitend blanco controle krachtvoer gekregen.

Monsters van de ochtendmelk zijn op dag 0 (voor het verstrekken van het gecontamineerde voer) en verder gedurende de toediening van het gecontamineerde voer om de 3 dagen genomen vanaf het eerste moment van toediening van de proefvoeders. De eerste 3 dagen na stopzetting van de toediening zijn zowel de ochtend als de avondmelk bemonsterd. De analyses in de melk zijn uitgevoerd in mengmonsters per tijdstip per groep.

In bijlage 1 is het tijd- en bemonsteringsschema weergegeven.

2.2 Proefuitvoering

Het benodigde krachtvoeder (2200 kg met meticlorpindol en 5500 kg blanco) is onder GMP condities geproduceerd in de proefvoerfabriek van Arkervaat in Leusden.

De toevoeging van meticlorpindol is gebeurd met Coyden 25 (Merial BV; Batch nr. 99 11030677) met een concentratie van 25% (250 g/kg). De gewenste concentratie van 25 mg/kg rundveebrok is bereikt door per 1000 kg voer 100 gram Coyden 25 in te mengen. De dieren in de verschillende groepen hebben de volgende verhoudingen besmet en blanco voer gekregen: 10:0, 5:5, 1:9 en 0:10. De te verstrekken voerhoeveelheden zijn weergegeven in tabel 1:

Tabel 1: Overzicht voerverstrekking

Groep	Aantal dieren	Productie niveau	Kg besmet per dag	Kg blanco per dag
51	1	Hoog	0	12
52	4	Hoog	1,2	10,8
53	4	Hoog	6	6
54	4	Hoog	12	0
55	1	Laag	0	2
56	4	Laag	0,2	1,8
57	4	Laag	1	1
58	4	Laag	2	0

Het krachtvoer is na het persen van het voer in Leusden bemonsterd. Hierbij is bij de uitloop van het voer continu een deel bemonsterd en uit deze hoeveelheid is na goed mengen een duplo monster genomen voor controle op het meticlorpindol gehalte van het voer. Aan het einde van de proef is het krachtvoer nogmaals bemonsterd om een mogelijk verloop in het gehalte te kunnen vaststellen. De monsters zijn bij kamertemperatuur bewaard. Er zijn ook monsters genomen van de krachtvoerresten en wel op dag 15 en op dag 20. De krachtvoerresten (restant dat de koe eventueel achterlaat als de krachtvoerbox wordt verlaten) komen van beide krachtvoerders in dezelfde bak. Het restkrachtvoer monster is dus een mengsel van zowel gecontamineerd als blanco krachtvoer.

Monsters melk van de proefgroepen zijn verzameld op de ochtenden van de dagen 0 (voor verstrekken van het eerste proefvoer), 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 22, 23, 25 en 27. De ochtendmelk van de controle dieren is bemonsterd op de dagen 0, 21 en 27. Op de dagen 21, 22 en 23 is ook de avondmelk van de proefgroepen bemonsterd.

Tijdens het melken werd door een monsterapparaat een proportioneel melkmonster is genomen van de melkgift van de koe. Van dit monster werd een melkmonster gemaakt voor analyse van meticlorpindol. Bij de controlegroepen (groep 51 en 55), waarbij elke groep uit 1 koe bestond, is het proportioneel melkmonster uit de melkstal als geheel overgebracht in de melkfles. Voor de andere proefgroepen (elk bestaande uit 4 dieren) is een gewogen melkmonster gemaakt, door van elke koe 100 ml te nemen van het proportionele monster, ongeacht de grootte van dit monster.

De dieren zijn na iedere melgang gewogen.

De voeropname uit zowel de krachtvoerbox als de ruwvoer opname uit de RIC bakken is per dier geregistreerd.

Alle melkmonsters zijn bij -18°C bewaard tot transport naar het RIKILT. Door het RIKILT zijn aan het begin van de proef stabiliteitsmonsters ingezet.

Aantallen genomen monsters:

Krachtvoer: 5 monsters (3 gemedicineerd, 2 restvoer, 2 blanco)

Melk: 96 monsters

2.3 Analysemethode

Meticlorpindol is uit de melkmonsters geëxtraheerd met water. Na centrifugeren is een aliquot van het extract op een Extrelut-3® kolom gebracht. Na minimaal 15 minuten equilibreren werd meticlorpindol geëluëerd met een mengsel van ethylacetaat/2-propanol. Het eluaat werd na droogdampen onder stikstof opgenomen in mobiele fase. Na uitschudden met iso-octaan werd de waterige fase geïsoleerd en gefiltreerd, waarna een aliquot geanalyseerd werd met behulp van HPLC en UV-detectie bij 260 nm.

Het gehalte aan meticlorpindol in de monsters is berekend aan de hand van een kalibratielijijn. Deze kalibratielijijn werd opgesteld door de piekhoogte of oppervlakte uit te zetten als functie van de concentratie van de werkstandaarden. Hierop werd lineaire regressie toegepast met behulp van de kleinste kwadratenmethode. Correctie voor de gemiddelde terugvinding in monsters met toevoegingen welke de gehele monsteropwerking doorlopen hebben heeft plaats gevonden. De methode is uitgebreid beschreven in RIKILT standaard voorschrift (RSV) A0897.

Meticlorpindol is uit de voermonsters geëxtraheerd met water. Na verdunnen met water is een aliquot geanalyseerd met behulp van HPLC en UV-detectie bij 260 nm.

3 RESULTATEN EN DISCUSSIE

3.1 Krachtvoerverstrekking

De geprogrammeerde krachtvoerhoeveelheid werd over de dag verdeeld zodat de dieren grote krachtvoerhoeveelheden niet in één keer konden opnemen. De dosering was een tijdsdosering en derhalve dient voor elke nieuwe krachtvoersoort een ijking plaats te vinden, zodat de procescomputer de juiste tijd berekend voor de afgifte van een portie krachtvoer. Tijdens de proef werd wekelijks een controle uitgevoerd om de verstrekte hoeveelheid te vergelijken met de werkelijke afgifte d.m.v. weging. Over de periode dat gecontamineerd krachtvoer werd verstrekt was het gewicht bij een afgifte van 1 kg voor het controle krachtvoer 0,93 kg en voor gecontamineerd krachtvoer 0,97 kg. Er is dus in werkelijkheid iets minder voer verstrekt dan de geregistreeerde afgifte door de procescomputer.

Vanaf 3 weken voordat gecontamineerd krachtvoer werd verstrekt zijn de dieren in de betreffende stal gebracht om te wennen aan de stal en aan de krachtvoerverstrekking via krachtvoerboxen. Gedurende deze voorperiode is de krachtvoerverstrekking via het ruwvoermengsel geleidelijk veranderd naar geprogrammeerde krachtvoerverstrekking via krachtvoerboxen. De krachtvoeropname is weergegeven vanaf dag 0, dit is één dag voordat gecontamineerd voer werd verstrekt. Op dag 0 werd slechts de helft van de geprogrammeerde krachtvoergift opgenomen doordat de dag daarvoor de krachtvoerders anders gedefinieerd waren. De procescomputer laat veranderingen van voergift en voersoort namelijk geleidelijk, d.w.z. via een overgangsdag verlopen. Vanaf dag 1 werd gestart met het volledig voeren van gecontamineerd krachtvoer. Op de eerste dag werd echter nog niet de gewenste voeropname van het gecontamineerde krachtvoer bereikt. Dit had dezelfde reden als bij de overgang van dag -1 naar dag 0. Later bleek dat deze automatische aanpassing uitgeschakeld kan worden. Dit is dan ook gebeurd bij de overgang aan het eind van dag 20. Vanaf dag 21 hebben alle koeien uitsluitend de volledige hoeveelheid controle krachtvoer gehad.

Tabel 2: Resultaten krachtvoeropname (kg afgifte door krachtvoerboxen als opgegeven door de procescomputer)

Groep	Aantal dieren	Prod. Niveau	Soort Krachtvoer	Krachtvoeropname per dier per dag			
				Dag 0	Dag 1	Dag 2-20	Dag 21-27
51	1	Hoog	Blanco	6.0	12.0	11.6	12.0
			Gecontamineerd	0	0	0.0	0
52	4	Hoog	Blanco	6.0	11.4	10.5	11.1
			Gecontamineerd	0	1.1	1.2	0
53	4	Hoog	Blanco	6.0	9.0	6.0	11.9
			Gecontamineerd	0	3.6	6.0	0
54	4	hoog	Blanco	6.6	0.0	0	12.0
			Gecontamineerd	0	6.7	12.0	0
55	1	laag	Blanco	1.0	2.0	2.0	2.0
			Gecontamineerd	0	0	0	0
56	4	laag	Blanco	1.0	1.9	1.8	1.9
			Gecontamineerd	0	0.1	0.2	0
57	4	laag	Blanco	1.0	1.5	1.0	2.0
			Gecontamineerd	0	0.7	1.0	0
58	4	laag	Blanco	1.0	0.0	0	2.0
			Gecontamineerd	0	1.8	2.0	0

De gerealiseerde voeropname kwam dus vrijwel overeen met de toegestane krachtvoeropname.

3.2 Discrepanctie tussen totale afgifte en geleverde hoeveelheid krachtvoer.

Voor het experiment is door de mengvoerfabrikant 6800 kg controle krachtvoer en 2000 kg gecontamineerd krachtvoer geleverd volgens factuuropgave. Volgens een mondelinge mededeling was de afgeleverde hoeveelheid gecontamineerd voer 2020 kg. Er werd weliswaar slechts voor 2000 kg grondstoffen voor het gecontamineerd voer afgewogen maar door het persen met stoom kan het vochtgehalte van het voer iets toenemen waardoor het totale gewicht van de partij toeneemt. De totale afgifte door de procescomputer van gecontamineerd voer bleek echter 1753 kg te zijn terwijl toch het voer op de laatste dag vrijwel volledig was verbruikt. Rekening houdend met de werkelijke afgifte van 0.97 kg is de verstrekte hoeveelheid volgens de procescomputer 1707 kg. Dit houdt in dat 293 kg gecontamineerd krachtvoer niet te traceren is. Er zijn geen aanwijzingen dat er gecontamineerd voer is verstrekt aan de controle dieren (deze waren fysiek van de andere dieren gescheiden en werden uit andere krachtvoerboxen gevoerd). Helaas is niet gecontroleerd of de in de silo geloste hoeveelheid overeenkwam met de bestelde resp. de factuurhoeveelheid. Voor het controle krachtvoer is eenzelfde controle uitgevoerd. De geregistreerde afgifte was 4489 kg, rekening houdend dat in werkelijkheid 0,93 kg is verstrekt, inclusief de voor- en naperiode. Het restant na de proef was 2095 kg., daarmee is 216 kg controle voer niet te traceren. Als de koeien de krachtvoerbox verlaten zonder de gedoseerde portie krachtvoer volledig op te nemen wordt dit restvoer automatisch verwijderd. Het restvoer

komt in een verzamelbak. Het restvoer kan dus niet door een volgende koe worden opgenomen. Deze restvoer hoeveelheid wordt echter niet geregistreerd. De totale restvoer hoeveelheid gedurende de proef was 167 kg, dit is 2,7 % van de verstrekte hoeveelheid. Deze hoeveelheid staat los van de hoeveelheden niet te traceren voer omdat ze als gedoseerd dus opgenomen wordt geregistreerd. Het restvoer is een mengsel van controle- en gecontamineerd voer, maar het is niet te achterhalen hoeveel van elke soort in het restvoer komt. Om enigszins een indruk te krijgen van deze verhouding zijn twee monsters restvoer onderzocht op het meticlorpindol gehalte. De gevonden indicatieve gehalten (32 en 18 mg/kg; zie tabel 7) geven aan dat het restvoer voor het grootste gedeelte uit gecontamineerd voer bestond.

Naast krachtvoer werd aan de dieren een mengsel verstrekt van gras- en snijmaissilage. Per koe werd per dag gemiddeld 8 kg grassilage en 5,3 kg snijmaissilage aangeboden. Dit basisrantsoen was voldoende voor de onderhoudsbehoefte en een productie van 15 kg melk. Aangevuld met 12 kg en 2 kg krachtvoer voor respectievelijk de hoog- en laag productieve koeien was dit voeraanbod voldoende voor de gerealiseerde melkproductie.

3.3 Melkproductie

De melkproductie van de koeien is in tabel 3 per groep weergegeven. Het zijn de gemiddelden van dag 0 tot en met dag 27.

Tabel 3: Resultaten melkproductie

Groep	Aantal dieren	Prod. niveau	kg melk	%vet	%eiwit	%lactose
51	1	Hoog	31.9	4.58	3.07	4.73
52	4	Hoog	36.2	4.13	3.22	4.53
53	4	Hoog	35.0	4.18	3.35	4.52
54	4	Hoog	36.2	4.35	3.36	4.43
Gem. hoog	13	Hoog	35.5	4.25	3.29	4.51
55	1	Laag	16.0	4.60	3.83	3.82
56	4	Laag	19.4	5.49	4.03	4.34
57	4	laag	19.0	4.98	3.80	4.47
58	4	laag	19.2	4.63	3.91	4.37
Gem. laag	13	laag	19.0	5.00	3.91	4.35

Met uitzondering van de melkproductie van de controle koe uit groep 51 kwam de gerealiseerde melkproductie per groep goed overeen met het gewenste productieniveau. Gemiddeld realiseerden de laag productieve dieren zowel een hoger vet- als eiwitgehalte. Het lactosegehalte was over het algemeen hoger bij de hoog productieve dieren, de laagproductieve koe uit de controle groep had overigens een laag lactosegehalte.

3.4 Validatie analysemethode

De validatie van de gebruikte methode voor de melkmonsters is als volgt uitgevoerd.

Dag 1: - Lineariteit (0; 25; 50; 100; 250 en 500 ng/g in matrix)

- Herhaalbaarheid op 25 en 100 ng/g niveau (n=6)

Dag 2: - Lineariteit (0; 25; 50; 100; 250 en 500 ng/g in matrix)

- 10 blanco melkmonsters

Dag 3: - Lineariteit (0; 25; 50; 100; 250 en 500 ng/g in matrix)

- 10 blanco melkmonsters

De monsters met toevoegingen vooraf aan de opwerking zijn gebruikt om de lineariteit te bepalen (tabel 4). De gemiddelde terugvinding van de componenten over 3 dagen is berekend ten opzichte

van de kalibratielijns en is weergegeven in tabel 5. De resultaten van de herhaalbaarheid zijn berekend ten opzichte van de monsters met toevoegingen vooraf aan de opwerking en zijn weergegeven in tabel 6.

Tabel 4: Lineariteit van de spikereeks voor meticlorpindol

Dag	Bereik (ng/g)	Vergelijking $y = ax + b$		
		a	b	r^2
1	25 – 500	525,3	3603,3	0,9935
2	25 – 500	508,0	403,9	1,0000

Tabel 5: Terugvinding van meticlorpindol in melk

Gem. recovery (n=15)	SD	CV%
83,3%	9,7	11,6%

Tabel 6: Herhaalbaarheid en juistheid (n=6)

Niveau (ng/g)	Gem. juistheid	SD	CV%
25	85,2%	3,5	3,5
100	84,4%	2,3	2,3

In 4 van de 20 blanco melkmonsters werd een respons gevonden op de retentietijd van meticlorpindol. Uit deze resultaten kan een detectiegrens van 5 ng/g vastgesteld worden. De bepaalbaarheidsgrens kan gezien de resultaten van de herhaalbaarheid op 25 ng/g gesteld worden.

De herhaalbaarheid en terugvinding laat zien dat de gebruikte methode goed kwantitatief gebruikt kan worden.

3.5 Resultaten voermonsters

Alle monsters zijn geanalyseerd met de hiervoor beschreven HPLC-UV methode. Voor de indicatieve gehaltebepaling in de voermonsters is standaardadditie uitgevoerd op 3 niveaus. Hierbij zijn de gehalten bepaald door extrapolatie naar 0.

De resultaten zijn weergegeven in tabel 7.

Tabel 7: Resultaten voermonsters

Monsteromschrijving	ID-code	RIKILT code	Concentratie (mg/kg)
Blanco krachtvoer	00A01386	5795	<1,0
Blanco krachtvoer	00A01387	5796	<1,0
Gecontamineerd krachtvoer	00A01388	5797	26
Gecontamineerd krachtvoer	00A01389	5798	28
Rest krachtvoer		7927	32
Rest krachtvoer		7928	18
Gecontamineerd krachtvoer	00A01390	7929	22

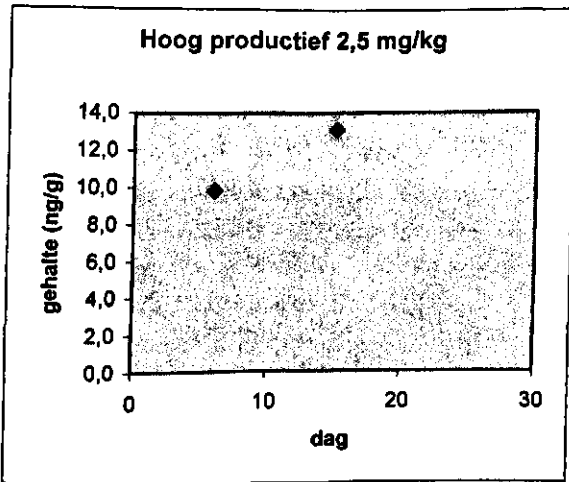
3.6 Resultaten melkmonsters

Alle monsters zijn geanalyseerd met de hiervoor beschreven HPLC-UV methode. Voor de kwaliteitsbewaking gedurende de opwerking en meting zijn er bij elke serie een spikereeks (0; 25; 50; 100; 250 en 500 ng/g in matrix) en QC monsters in duplo op 2 niveaus (50 en 250 ng/g) opgewerkt en geanalyseerd. Afhankelijk van de resultaten van deze monsters werd de serie geaccepteerd of verworpen. Alle kwaliteitscontroles voldeden aan de vooraf gestelde criteria.

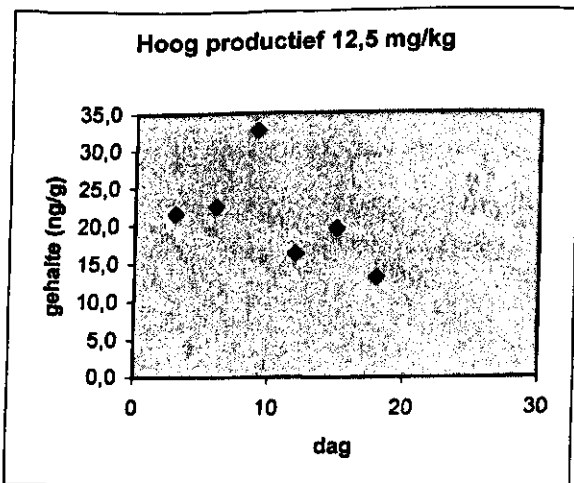
De resultaten zijn grafisch weergegeven in onderstaande figuren en in bijlage 2 zijn alle resultaten per groep weergegeven.

De resultaten laten zien dat hoe meer gecontamineerd voer gegeven werd hoe hoger de concentratie aan meticlorpindol in de melk is. Ook is er een verschil in meticlorpindol gehalte te zien tussen de hoog- en de laagproductieve dieren. Daarnaast lijkt de overdracht zeer snel te gaan. Zodra gestopt wordt met het verstrekken van gecontamineerd voer, wordt er ook geen meticlorpindol meer aangetoond in de melk.

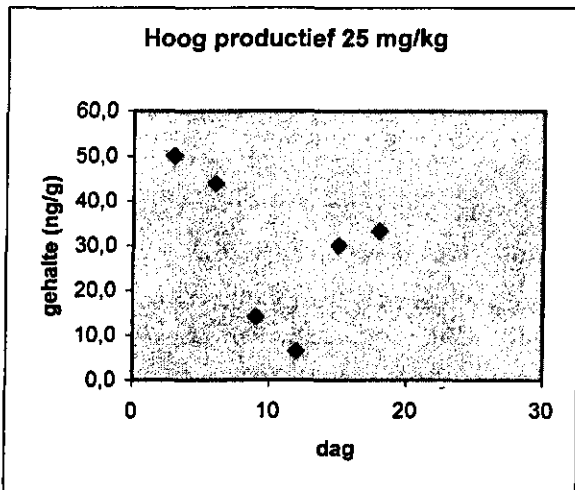
Figuur 1: Resultaten meticlorpindol in melk van hoogproductieve koeien welke gecontamineerd krachtvoer kregen op een niveau van 2,5 mg/kg.



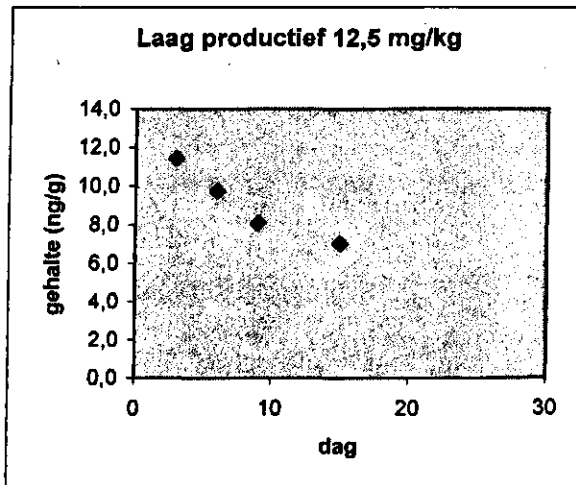
Figuur 2: Resultaten meticlorpindol in melk van hoogproductieve koeien welke gecontamineerd krachtvoer kregen op een niveau van 12,5 mg/kg.



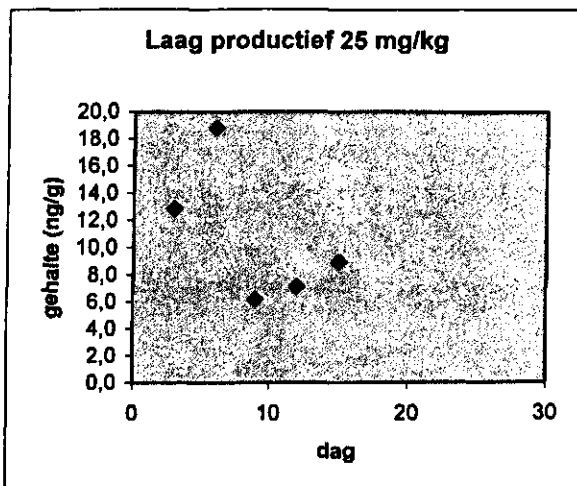
Figuur 3: Resultaten meticlorpindol in melk van hoogproductieve koeien welke gecontamineerd krachtvoer kregen op een niveau van 25 mg/kg.



Figuur 4: Resultaten meticlorpindol in melk van laagproductieve koeien welke gecontamineerd krachtvoer kregen op een niveau van 12,5 mg/kg.



Figuur 5: Resultaten meticlorpindol in melk van laagproductieve koeien welke gecontamineerd krachtvoer kregen op een niveau van 25 mg/kg.



4 CONCLUSIE

Er bestaat een kwantitatieve relatie tussen lage gehalten meticlorpindol in het voer en de daardoor veroorzaakte gehalten in melk bij zowel laag- als hoogproductieve koeien. Het uitgevoerde onderzoek laat zien dat hoe meer gecontamineerd voer gegeven werd hoe hoger de concentratie aan meticlorpindol in de melk is. Ook is er een verschil in meticlorpindol gehalte te zien tussen de hoog- en de laagproductieve dieren. Daarnaast lijkt de overdracht zeer snel te gaan. Zodra gestopt wordt met het verstrekken van gecontamineerd voer, wordt er ook geen meticlorpindol meer aangetoond in de melk.

BIJLAGE 1: Tijd- en bemonsteringsschema

Dag	Datum	Dag no.	Handelingen
vrijdag	24 maart 2000	-4	Verstrekken van blanco krachtvoer via krachtvoerstations
zaterdag	25 maart 2000	-3	
zondag	26 maart 2000	-2	
maandag	27 maart 2000	-1	
dinsdag	28 maart 2000	0	Melkmonsters ochtend (8 groepen), Melkcontrole monster Avond
woensdag	29 maart 2000	1 om 0:00	Verstrekking proefvoer vanaf 0:00 uur, Melkcontrole monsters Ochtend
donderdag	30 maart 2000	2	
vrijdag	31 maart 2000	3	Melkmonsters ochtend (6 groepen)
zaterdag	1 april 2000	4	
zondag	2 april 2000	5	
maandag	3 april 2000	6	Melkmonsters ochtend (6 groepen)
dinsdag	4 april 2000	7	Melkcontrole monsters Avond
woensdag	5 april 2000	8	Melkcontrole monsters ochtend
donderdag	6 april 2000	9	Melkmonsters ochtend (6 groepen),
vrijdag	7 april 2000	10	
zaterdag	8 april 2000	11	
zondag	9 april 2000	12	Melkmonsters ochtend (6 groepen)
maandag	10 april 2000	13	
dinsdag	11 april 2000	14	Melkcontrole monsters Avond
woensdag	12 april 2000	15	Melkmonsters ochtend (6 groepen), Melkcontrole monsters Ochtend
donderdag	13 april 2000	16	
vrijdag	14 april 2000	17	
zaterdag	15 april 2000	18	Melkmonsters ochtend (6 groepen)
zondag	16 april 2000	19	
maandag	17 april 2000	20	Einde verstrekking proefvoer 24:00 uur
dinsdag	18 april 2000	21 om 0:00	Start verstrekking blanco voer 0:00 uur Melkmonsters ochtend (8 groepen), Melkmonsters avond (6 groepen) Melkcontrole monsters Avond
woensdag	19 april 2000	22	Melkmonsters ochtend (6 groepen) Melkmonsters avond (6 groepen) Melkcontrole monsters ochtend
donderdag	20 april 2000	23	Melkmonsters ochtend (6 groepen) Melkmonsters avond (6 groepen)
vrijdag	21 april 2000	24	
zaterdag	22 april 2000	25	Melkmonsters ochtend (6 groepen)
zondag	23 april 2000	26	
maandag	24 april 2000	27	Melkmonsters ochtend (8 groepen), Einde proef

BIJLAGE 2: Resultaten melkmonsters

Groepsnummer 51 (hoog productief 0/12 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01290	7831	0	<5,0
A01334	7875	21	<5,0
A01378	7919	27	<5,0

Groepsnummer 52 (hoog productief 2/12 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01291	7832	0	<5,0
A01298	7839	3	<5,0
A01304	7845	6	9,8
A01310	7851	9	<5,0
A01316	7857	12	<5,0
A01322	7863	15	13,1
A01328	7869	18	<5,0
A01335	7876	21	<5,0
A01342	7883	21	<5,0
A01348	7889	22	<5,0
A01354	7895	22	<5,0
A01360	7901	23	<5,0
A01366	7907	23	<5,0
A01372	7913	25	<5,0
A01379	7920	27	<5,0

Groepsnummer 53 (hoog productief 6/12 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01292	7833	0	<5,0
A01299	7840	3	21,4
A01305	7846	6	22,4
A01311	7852	9	32,6
A01317	7858	12	16,2
A01323	7864	15	19,5
A01329	7870	18	13,1
A01336	7877	21	<5,0
A01343	7884	21	<5,0
A01349	7890	22	<5,0
A01355	7896	22	<5,0
A01361	7902	23	<5,0
A01367	7908	23	<5,0
A01373	7914	25	<5,0
A01380	7921	27	<5,0

BIJLAGE 2: Resultaten melkmonsters

Groepsnummer 54 (hoog productief 12/12 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01293	7834	0	<5,0
A01300	7841	3	50,1
A01306	7847	6	43,9
A01312	7853	9	14,1
A01318	7859	12	6,5
A01324	7865	15	30,0
A01330	7871	18	33,2
A01337	7878	21	<5,0
A01344	7885	21	<5,0
A01350	7891	22	<5,0
A01356	7897	22	<5,0
A01362	7903	23	<5,0
A01368	7909	23	<5,0
A01374	7915	25	<5,0
A01381	7922	27	<5,0

Groepsnummer 55 (laag productief 0/12 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01294	7835	0	<5,0
A01338	7879	21	<5,0
A01382	7923	27	<5,0

Groepsnummer 56 (laag productief 0,2/2 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01295	7836	0	<5,0
A01301	7842	3	<5,0
A01307	7848	6	<5,0
A01313	7854	9	<5,0
A01319	7860	12	<5,0
A01325	7866	15	<5,0
A01331	7872	18	<5,0
A01339	7880	21	<5,0
A01345	7886	21	<5,0
A01351	7892	22	<5,0
A01357	7898	22	<5,0
A01363	7904	23	<5,0
A01369	7910	23	<5,0
A01375	7916	25	<5,0
A01383	7924	27	<5,0

BIJLAGE 2: Resultaten melkmonsters

Groepsnummer 57 (laag productief 1/2 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01296	7837	0	<5,0
A01302	7843	3	11,4
A01308	7849	6	9,8
A01314	7855	9	8,1
A01320	7861	12	<5,0
A01326	7867	15	7,0
A01332	7873	18	<5,0
A01340	7881	21	<5,0
A01346	7887	21	<5,0
A01352	7893	22	<5,0
A01358	7899	22	<5,0
A01364	7905	23	<5,0
A01370	7911	23	<5,0
A01376	7917	25	<5,0
A01384	7925	27	<5,0

Groepsnummer 58 (laag productief 2/2 kg besmet voer per dag)

ID code	RIKILT code	Dag	Conc. (ng/g)
A01297	7838	0	<5,0
A01303	7844	3	12,8
A01309	7850	6	18,8
A01315	7856	9	6,2
A01321	7862	12	7,1
A01327	7868	15	8,9
A01333	7874	18	<5,0
A01341	7882	21	<5,0
A01347	7888	21	<5,0
A01353	7894	22	<5,0
A01359	7900	22	<5,0
A01365	7906	23	<5,0
A01371	7912	23	<5,0
A01377	7918	25	<5,0
A01385	7926	27	<5,0