1985-12-30

RIKILT RAPPORT 85.133 Pr.nr. 505.0620

RIVM rapport 368302 007

Onderwerp: Vergelijkend onderzoek naar
DES in 300 praktijkmonsters
runderurine.
Periode maart-april 1983.

Voorgaand verslag: 84.132

Verzendlijst: zie vervolgblad

( )

( )

GEMEENSCHAPPELIJK RAPPORT RIKILT-RIVM

1985-12-30

RIKILT Afdeling Spectroscopie/Electrochemie/Radio-aktiviteit/Hormonen
RIVM Laboratorium voor Endocrinologie

RIKILT RAPPORT 85.133 Pr.nr. 505.0620
RIVM RAPPORT 368302 007

Projekt RIKILT: Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van hormonen.
Onderwerp: Vergelijkend onderzoek naar DES in 300 praktijkmonsters runderurine. Periode maart-april 1983.

Voorgaand rapport: 85.132

Doel:
Het, aan de hand van praktijkmonsters, nagaan van de mate van overeenstemming in resultaten tussen de voorhanden screenings- en bevestigingsmethoden van BCO, RIKILT en RIV voor het aantonen van DES in runderurine.

Samenvatting:
Er zijn ongeveer 300 runderurines afkomstig uit het VHI-bewakingsonderzoek onafhankelijk van elkaar door BCO (in opdracht van RIVM) en RIKILT onderzocht met Celite RIA.
De monsters die hierbij > = 1 µg/l gevonden werden alsmede enige monsters < 1 µg/l zijn door het RIV onderzocht met HPLC-RIA.
De resultaten van dit screeningsonderzoek zijn samengevat in tabel 1.

Tabel 1. Samenvatting van de resultaten van de bepaling van DES in runderurine met RIA

	Celite RIA (BCO)	Celite RIA (RIKILT)	HPLC-RIA (RIV)
Aantal onderzochte monsters	298	300	74
Gevonden gehalte > = 1 µg/l	59	58	53
Gevonden gehalte 0,2-1 µg/l	12	18	15
Gevonden gehalte < 0,2 µg/l	227	224	6

De monsters > = 1 µg/l zijn voor bevestiging van de aanwezigheid van DES onderworpen aan kwalitatief onderzoek met GCMS(RIV), GCMS(RIKILT), DLC(RIKILT) en steekproefsgewijs DLC(RIV).
De resultaten van dit bevestigingsonderzoek zijn samengevat in tabel 2.

Tabel 2. Samenvatting van de resultaten van het aantonen van DES in runderurine met GCMS en DLC van monsters die met RIA > = 1 µg/l bevonden waren

	GCMS (RIV)	GCMS (RIKILT)	DLC (RIV)	DLC (RIKILT)
Aantal onderzochte monsters	58	46	27	43
DES aangetoond	58	39	25	43
DES niet aangetoond	0	7	2	0

Een frequentieverdeling van de gevonden gehalten DES is weergegeven in tabel 3.
Alle resultaten zijn vermeld in tabel 4.

Conclusie:

1. Dit onderzoek bevestigt eerdere ervaringen, dat, wanneer DES wordt aangetroffen, de gehalten veelal relatief hoog zijn.
   Bij dit onderzoek waren van de monsters > = 1 µg/l er 83% > 3 µg/l en nog 60% > 10 µg/l.
2. De screeningsonderzoeken met Celite RIA door BCO en RIKILT leiden tot overeenstemmende resultaten.
   De gevonden gehalten met de RIA methoden door BCO, RIKILT en RIV stemmen zeer redelijk overeen.
3. In het vervolgonderzoek met GCMS werd met GCMS(RIV) in alle 58 onderzochte gevallen en met GCMS(RIKILT) in 39 van de 46 gevallen de aanwezigheid van DES bevestigd. De overige 7 monsters waren verdacht.
   Van de 44 met beide GCMS methoden onderzochte monsters was de conclusie in 37 gevallen volledig en in 7 gevallen niet geheel gelijkluidend.
4. In het vervolgonderzoek met DLC werd met DLC (RIKILT) in alle 43 onderzochte gevallen en met DLC(RIV) in 25 van de 27 gevallen de aanwezigheid van DES bevestigd.
5. Er zijn geen aanwijzingen gevonden voor het optreden van vals-positieve resultaten.
6. DLC is een geschikte methode voor het bevestigen van de aanwezigheid van DES.

Dit rapport komt in de plaats van het concept RIKILT-rapport 84.55 dd. 1984-06-11.

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

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
- Secretaris-Generaal
- Directeur-Generaal van de Volksgezondheid
- Plv. Direkteur 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
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

Er zijn in de periode maart/april 1983 in totaal 300 monsters urine uit het VHI bewakingsonderzoek ook door het RIKILT onderzocht op de aanwezigheid van DES.

Door de VHI vond in het kader van het Staatstoezicht op de uitvoering van de Vleeskeuringswet inzake toediening aan slachtdieren van stoffen met hormonale werking steekproefsgewijs onderzoek plaats naar de aanwezigheid van diethylstilbestrol in runderen aangeboden op de slachthuizen.

De hiervoor genomen monsters urine werden in eerste instantie door het BCO geanalyseerd met Celite RIA. Steekproefsgewijs werden monsters door het RIV heronderzocht met HPLC-RIA. In monsters, waarin door het BCO > = µg/l DES gevonden was, werd door het RIV getracht de aanwezigheid van DES te bevestigen met GCMS, een en ander volgens het onderzoekmodel, als vermeld in het Onderzoeksregulatief, Bijlage IV (Ned. Staatscrt. nr. 250, 1983-12-23).

Een aantal monsters werd door het RIV bovendien onderzocht met DLC.

De 300 bovengenoemde monsters zijn door het RIKILT onderzocht met Celite RIA. De monsters ontvangen in maart 1983 die hierbij > = 1 µg/l bevonden waren, zijn nader onderzocht met GCMS en met DLC.

Bij de analysen werd gebruik gemaakt van de volgende onderzoeksmethoden:

BCO	Celite-RIA	Onderzoekingsregulatief. Bijlage IV, A, B. (Ned. Staatscrt. nr. 250, 1983-12-23).
RIKILT	Celite-RIA	Intern Voorschrift G 214.
	DLC	Intern Voorschrift G 209.
	GCMS	Onderzoekingsregulatief. Bijlage IV, D. (Ned. Staatscrt. nr. 250, 1983-12-23).
RIV	HPLC-RIA	RIV rapport nr. 367910 002/367910 007.
	DLC	RIV rapport nr. 367910 002/367910 004.
	GCMS	Onderzoekingsregulatief. Bijlage IV, C. (Ned. Staatscrt. nr. 250, 1983-12-23).

De resultaten van alle onderzoekingen zijn verzameld in tabel 4, in volgorde van afnemende gehalten aan DES, bepaald met Celite-RIA (RIKILT).

Resultaten RIA

In 57 van de 300 monsters werd met Celite-RIA door het RIKILT > 1 µg/l DES aangetoond.

In 55 van deze monsters (voor 2 monsters kon niet de correlatie RIKILT-RIV/BCO worden gelegd) werd ook door het BCO > 1 µg/l DES aangetoond met Celite-RIA.

Het RIV vond met HPLC-RIA 51 x > 1 µg/l en 4 x wel DES, maar < 1 µg/l DES.

In 3 andere monsters werd door BCO > 1 µg/l DES gevonden en door het RIKILT wel DES maar < 1 µg/l.

Door het RIV werd in deze monsters 2 x > 1 en 1 x < 1 µg/l gevonden.

Zoals bekend, vindt er bij de DES-RIA kruisreaktie plaats met HEX en DE, zodat deze stoffen ook mee bepaald kunnen worden. De uitslag is dan ook "stilbenen, uitgedrukt als DES". Bij de HPLC-RIA vindt in de monstervoorbehandeling een scheiding tussen DES, HEX en DE plaats, zodat daar meer specifiek DES wordt bepaald. Bij de hier onderzochte monsters zijn geen gevallen geconstateerd waarbij de Celite-RIA's positief uitvielen (door aanwezigheid van HEX of DE) en de HPLC-RIA negatief. (Bij het overeenkomstige onderzoek in 1982 is dat wel enige malen voorgekomen.)

De resultaten van de RIA bepalingen door de drie instituten stemmen goed met elkaar overeen.

Op 1 ppb niveau en daarboven is er geen enkel verschil van mening tussen BCO en RIKILT over het al dan niet aanwezig zijn van stilbenen. Het is dus niet zo, dat met Celite-RIA door het ene instituut stilbenen wel werden aangetoond en door het andere instituut niet.

Uiteraard komt het wel voor dat bij een werkelijk gehalte rond 1 ppb het ene instituut DES aantoont met een concentratie die net boven en het andere instituut DES aantoont met een concentratie die net onder 1 ppb ligt. (Dit geldt algemeen voor elke kwantitatieve grens bij elke methode.) Het aantal gevallen (3) waarbij dit feit zich voordeed, was verrassend laag.

De frequentieverdeling van de met Celite-RIA (RIKILT) gevonden gehalten is weergegeven in tabel 3.

Tabel 3. Frequentieverdeling gehalten DES in urine, bepaald met Celite-RIA (RIKILT)

Gehalten (µg/1)	Aantal	%
> 100	10	3
10 - < 100	24	8
5 - < 10	4	1
3 - < 5	9	3
1 - < 3	10	3
0,5 - < 1	5	2
0,2 - < 0,5	14	5
< 0,2	224	75
	300	100

Resultaten GCMS

GCMS(RIV)

In alle onderzochte gevallen (58) waarbij met Celite-RIA DES was aangetoond werd de aanwezigheid van DES bevestigd.

GCMS(RIKILT)

Er werden 46 RIA-positieve monsters onderzocht. In 39 gevallen werd DES positief en in 7 gevallen verdacht bevonden.

In deze laatste gevallen waren er sterke aanwijzingen voor de aanwezigheid van DES, maar werd niet geheel voldaan aan alle criteria t.o.v. de intensiteitsverhoudingen van de ionfragmenten. Aangezien het hier een vergelijkend onderzoek betrof, in het kader van o.a. de ontwikkeling en validering van GC-MS methodieken, is het onderzoek niet herhaald, zoals bij een bevestigingsonderzoek wel het geval zou zijn geweest.

Er werd tevens gelet op DE en HEX. DE werd in geen enkel monster aangetoond, HEX in 5 monsters naast DES.

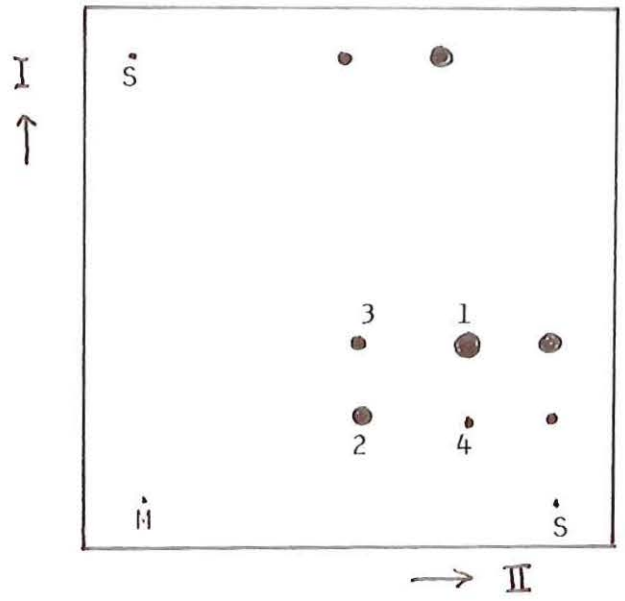
DLC

DLC(RIV)

Van de monsters waarin met Celite-RIA(BCO) > = 1 µg/1 DES was aangetoond werden er 27 onderzocht met DLC(RIV). In 25 gevallen werd de aanwezigheid van DES wel en in 2 gevallen niet aangetoond. In één monster werd bovendien HEX aangetoond.

DLC(RIKILT)

De aanwezigheid van DES werd in alle onderzochte gevallen die met Celite-RIA(RIKILT) > = 1 µg/l waren, bevestigd. Het optreden van meerdere vlekken (zie fig. 1) geeft aan de confirmatie extra kracht. In de tabel is daarom ook het aantal waargenomen vlekken vermeld.
In de 5 monsters, waarin met GCMS(RIKILT) tevens HEX was aangetoond, werd ook met DLC(RIKILT) de aanwezigheid van HEX aangetoond.
De verkregen resultaten bevestigen conclusie 9 uit het 1e EVATH-rapport: "Echter ook een combinatie van RIA en DLC kan, indien toepasbaar, tot een betrouwbaar oordeel over de identiteit van DES leiden".



M = opbrengplaats monster

S = opbrengplaatsen standaard

Fig. 1: Vlekkenpatroon van DES op DLC plaat.

In afnemende concentratie:

1 = trans-DES

2 = cis-DES

3 = cis-DES ontstaan uit trans-DES

4 = trans-DES ontstaan uit cis-DES

Referenties: R1 = trans-DES, R2 = cis-DES

Onder de onderzoeksomstandigheden stelt zich een evenwicht in, waarbij trans-DES: cis-DES 2:1.

Tussen de 1e en 2e ontwikkeling vindt opnieuw een omzetting plaats van trans-DES in cis-DES en van cis-DES in trans-DES.

Tabel 4. Analyseresultaten en diergegevens op de aanwezigheid van stilbenen in runderurines.
Monsters afkomstig uit het bewakingsonderzoek van de VHI en onderzocht door BCO, RIKILT en RIV.
De uitslagen zijn gerangschikt naar afnemend DES gehalte volgens Celite-RIA(RIKILT).

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA			GC-MS				DLC		Opmerkingen
					Celite BCO	Celite RIKILT	HPLC RIV	RIV DES	RIKILT DES	RIKILT DE	RIKILT HEX	RIV DES	RIKILT DES	
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l							
147322	22337	83-02-28	m	1,5	>10	430	450	+	+	-	-	.	+ 4	4 vlekken
146819	18541	83-01-31	m	2	>10	234	130	+	+	-	+	.	+ 4	+ HEX
147321	22336	83-02-28	m	2	>10	200	67	+	+	-	-	.	+ 2	
146816	18538	83-01-31	m	1,5	>10	172	185	+	+	-	+	.	+ 4	+ HEX
146791	18532	83-01-27	v	.	>10	163	71	+	+	-	-	.	+ 4	
146815	18537	83-01-31	m	1,5	>10	162	160	+	+	-	+	.	+ 4	+ HEX
147793	25015	n.b.	v	3	>10	144	82	+	+	-	.	.	.	
147348	22353	83-03-02	n.b.	3	>10	134	57	+	+	-	-	.	+ 4	
146461	18523	83-01-14	v	3	>10	130	95	+	+	-	-	+	+ 4	
146789	18531	83-01-27	v	3	>10	104	58	+	*	-	-	.	+ 4	
146787	18529	83-01-27	v	3	>10	92	56	+	+	-	-	.	+ 4	
147326	22340	83-02-28	m	2,5	>10	90	7,7	+	+	-	-	.	+ 2	
147654	24988	83-03-17	v	4	>10	86	45	+	.	.	.	.	.	
146817	18539	83-01-31	m	1,5	>10	80	92	+	+	-	-	.	+ 4	
147785	25013	83-03-21	v	2	>10	73	41	+	.	.	.	.	.	
146786	18528	83-01-27	v	3	>10	69	29	+	+	-	-	.	+ 4	
147658	24990	83-03-17	v	4	>10	68	37	+	.	.	.	.	.	
146784	18526	83-01-27	v	2	>10	62	32	+	+	-	-	.	+ 4	
146814	18536	83-01-31	v	8	>10	56	42	+	+	-	-	.	+ 4	
146316	18515	83-01-11	v	6	>10	52	25	+	+	-	-	+	+ 4	
146794	18534	83-01-27	v	3	>10	52	22	+	+	-	-	.	+ 4	
147352	22356	83-03-02	n.b.	3	>10	47	22	+	+	-	-	+	+ 4	
147350	22355	83-03-02	n.b.	2,5	>10	46	15	+	*	-	-	+	+ 4	
147383	23955	83-03-03	v	2,5	>10	46	21	+	.	.	.	.	.	
146783	18525	83-01-27	v	2	>10	38	11	+	+	-	-	.	+ 4	
147353	22357	83-03-02	n.b.	3	>10	36	23	+	+	-	-	+	+ 4	
147679	25001	83-03-21	n.b.	2,5	>10	34	16	+	.	.	.	.	.	
147347	22352	83-03-02	n.b.	3,5	>10	32	31	+	+	-	-	+	+ 3	
147349	22354	83-03-02	n.b.	2,5	>10	30	14	+	*	-	-	+	+ 4	
147709	25011	83-03-21	v	2,5	>10	27	15	+	.	.	.	.	.	
146841	18545	83-01-27	m	1,5	>10	25	8,5	+	+	-	+	.	+ 2	+ HEX
146919	18546	83-02-02	v	6	>10	16	6,0	+	+	-	-	+	+ 2	
147661	24992	83-03-17	n.b.	4	>10	16	10	+	.	.	.	.	.	
147334	22348	83-02-28	m	2	>10	12	33	+	+	-	-	.	+ 3	
147281	22322	83-02-17	v	4	>10	9,5	12,5	+	+	-	-	+	+ 2	

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV	GC-MS RIV DES	GC-MS RIKILT DES	GC-MS RIKILT DE	GC-MS RIKILT HEX	DLC RIV DES	DLC RIKILT DES	Opmerkingen
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l							
147469	23976	83-03-08	m	2	>10	7,8	3,7	+	.	.	.	+	.	
146788	18530	83-01-27	v	3	>10	6,6	7,5	+	+	-	-	.	1)	geen monst.
147316	22331	83-02-28	m	1,5	>10	6,1	9,0	+	*	-	-	.	+ 2	
146315	18514	83-01-11	v	8	>10	4,9	11	+	+	-	-	+	+ 2	
147280	22321	83-02-17	v	5	>10	4,2	6,6	+	*	-	-	+	+ 2	
147298	22330					3,9			+	-	+		+ 2	+ HEX
146282	18507	83-01-11	v	2,5	9,5	3,7	0,4	+	*	-	-	+2)	1)	geen monst.
146921	18548	83-02-02	v	3	3,2	3,7	2,6	+	+	-	-	+	+ 2	
147165	22312	83-02-17	m	2	3,7	3,6	3,6	+	+	-	-	+	+ 2	
147328	22342	83-02-28	m	2,5	>10	3,6	5,0	+	+	-	-	+	+ 2	
146387	18516	n.b.	v	6	3,5	3,4	2,4	+	+	-	-	+	+ 2	
146793	18533	83-01-27	v	3	3,1	3,0	1,8	+	+	-	-	+	+ 2	
146458	18521	83-01-14	v	7	3,7	2,8	1,3	+	*	-	-	+	+ 2	
146920	18547	83-02-02	v	8	2,3	2,5	1,9	+	+	-	-	+	+ 2	
146460	18522	83-01-14	v	4	2,1	2,2	1,6	+	+	-	-	.	+ 2	
146452	18518	83-01-14	v	5	5,0	1,8	4,1	+	+	-	-	+	+ 2	
147335	22349	83-02-28	m	1,5	2,5	1,8	1,7	+	+	-	-	-	+ 2	
146280	18506	83-01-10	v	2,5	2,0	1,4	3,6	+	+	-	-	-	+ 2	
146598	18524					1,3			+	-	-		+ 2	
147786	25014	83-03-21	v	3	1,1	1,2	0,6	+	.	.	.	.	.	
147710	25012	83-03-21	m	1,5	1,2	1,1	0,8	+	.	.	.	+	.	
146818	18540	83-03-31	m	2	2,3	1,0	0,9	+	.	.	.	+	.	
147710	25012	83-03-21	m	1,5	1,2	1,0	0,8							
146813	18535	83-01-27	v	3	1,6	0,9	1,7	+				+		
146388	18517	-	-	-	1,0	0,8	0,4	+						
146836	18543	83-01-31	m	2	0,7	0,7	0,6							
146275	18504	83-01-10	v	3	0,5	0,5	0,0							
146785	18527	83-01-27	v	2,5	1,7	0,5	1,0	+				+		
146279	18505	83-01-10	v	2	0,6	0,4	0,3							
147329	22343	83-02-28	m	2	0,0	0,4	0,0							
147282	22323	83-02-17	v	4	0,8	0,3	0,6							
147707	25009	83-03-21	v	2,5	0,5	0,3	0,3							
147710	25010	83-03-21	v	2	0,5	0,3	0,2							
147672	24994	83-03-22	m	1,5	0,4	0,3	0,2							
146457	18520	83-01-13	v	3	0,5	0,2	0,6							

1) geen m.m.
2) (+ HEX)

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
147168	20283	83-02-17	m	2	0,4	0,2	0,4
147319	22334	83-02-27	m	1,7	0,4	0,2	0,3
147333	22347	83-02-28	m	2,2	0,3	0,2	0,1
147356	23950	83-03-02	.	4	0,0	0,2	0,0
147128	20269	83-02-15	v	5	0,0	0,2	0,0
146276	19579	83-01-10	v	4	0,2	0,2	0,0
146270	18501	83-01-10	v	7	0,4	<0,2	0,0
146271	18502	83-01-10	v	3	0,0	<0,2	0,5
146272	18503	83-01-10	v	3	0,0	>0,2	0,0
146283	18507	83-01-11	v	3	0,2	<0,2	0,0
146285	18509		v	2	0,0	<0,2	0,0
146287	18510	83-01-11	v	2	0,1	<0,2	0,0
146293	18511	83-01-07	v	5	0,6	<0,2	6,0
146295	18512	83-01-07	v	5	0,0	<0,2	0,0
146298	18513	83-01-07	v	5	0,4	<0,2	0,0
146455	18519	83-01-14	v	7	0,0	<0,2	0,0
146835	18542	83-01-31	v	6	0,7	<0,2	0,9
146838	18544	83-01-31	m	2	0,5	<0,2	0,0
146956	18549	83-02-03	v	2	0,5	<0,2	0,0
146957	18550	83-02-02	v	6	0,6	<0,2	0,0
146268	19575	83-01-10	v	6	0,0	<0,2	0,0
146269	19576	83-01-10	v	6	0,0	<0,2	0,0
146273	19577	83-01-10	v	4	0,2	<0,2	0,0
146274	19578	83-01-10	v	3	0,0	<0,2	0,0
146277	19580	83-01-10	v	3	0,1	<0,2	0,0
146278	19581	83-01-10		2	0,0	<0,2	0,0
146281	19582	83-01-11	v	2,5	0,1	<0,2	0,0
146284	19583	83-01-11	v	3	0,1	<0,2	0,0
146286	19584	83-01-11	v	2	0,3	<0,2	0,0
146288	19585	83-01-07	v	5	0,0	<0,2	0,0
146289	19586	83-01-07	v	8	0,0	<0,2	0,0
146290	19587	83-01-07	v	6	0,0	<0,2	0,0
146291	19588	83-01-07	v	6	0,0	<0,2	0,0
146292	19589	83-01-07	v	7	0,2	<0,2	0,0
146294	19590	83-01-07	v	5	0,1	<0,2	0,0
146296	19591	83-01-07	v	5	0,0	<0,2	0,0
146297	19592	83-01-07	v	5	0,1	<0,2	0,0
146299	19593	83-01-07	v	5	0,2	<0,2	0,0
146317	19594	83-01-11	v	5	0,2	<0,2	0,0
146318	19595	83-01-11	v	3	0,3	<0,2	0,0

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
146319	19596	83-01-11	v	5	0,0	<0,2	0,0
146320	19597	83-01-11	v	5	0,0	<0,2	0,0
146321	19598	83-01-11	v	8	0,3	<0,2	0,0
146382	19599	83-01-13	m	1	0,0	<0,2	0,0
146383	19600	83-01-12	v	1	0,0	<0,2	0,0
146384	19601	83-01-10	m	1,5	0,1	<0,2	0,0
146385	19602	83-01-13	v	5	0,1	<0,2	0,0
146386	19603	83-01-13	m	2	0,0	<0,2	0,0
146449	19604	83-01-14	v	4	0,0	<0,2	0,0
146450	19605	83-01-14	v	7	0,4	<0,2	0,0
146451	19606	83-01-14	v	2,5	0,2	<0,2	0,0
146453	19607	83-01-14	v	4	0,4	<0,2	0,0
146454	19608	83-01-14	v	6	0,4	<0,2	0,0
146459	19609	83-01-14	v	5	0,2	<0,2	0,0
146462	19610	83-01-13	v	3,5	0,1	<0,2	0,0
146463	19611	83-01-13	v	4	0,4	<0,2	0,0
146470	19612	83-01-18	m	2	0,1	<0,2	0,0
146471	19613	83-01-18	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
146472	19614	83-01-18	v	1,5	0,0	<0,2	0,0
146474	19615	83-01-18	v	2,5	0,1	<0,2	0,0
146476	19616	83-01-17	v	1	0,0	<0,2	0,0
146477	19617	83-01-17	v	1	0,0	<0,2	0,0
146562	19618	83-01-21	.	2-4	0,0	<0,2	0,0
146563	19619	83-01-21	.	2-4	0,0	<0,2	0,0
147022	19620	83-02-07	v	7	0,0	<0,2	0,0
147023	19621	83-02-07	v	1,5	0,0	<0,2	0,0
147024	19622	83-02-07	v	2	0,0	<0,2	0,0
147025	19623	83-02-07	v	5	0,0	<0,2	0,0
147026	19624	83-02-07	v	5	0,1	<0,2	0,0
147027	20234	83-02-07	v	4	0,0	<0,2	0,0
147028	20235	83-02-04	v	2,5	0,0	<0,2	0,0
147029	20236	83-02-04	v	5	0,0	<0,2	0,0
147030	20237	83-02-04	v	3,5	0,1	<0,2	0,0
147031	20238	83-02-04	v	2	0,0	<0,2	0,0
147032	20239	83-02-07	v	2,5	0,2	<0,2	0,0
147033	20240	83-02-07	v	2,5	0,0	<0,2	0,0
147034	20241	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147035	20242	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147036	20243	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147037	20244	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
147038	20245	83-02-07	v	2,4	0,3	<0,2	0,0
147039	20246	83-02-07	v	2,4	0,1	<0,2	0,0
147040	20247	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,1
147041	20248	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,1
147042	20249	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147043	20250	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147044	20251	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147045	20252	83-02-07	v	2-4	0,0	<0,2	0,0
147111	20253	83-02-15	v	7	0,3	<0,2	0,0
147112	20254	83-02-15	v	2	0,2	<0,2	0,0
147113	20255	83-02-15	v	4	0,2	<0,2	0,0
147114	20256	83-02-15	v	8	0,2	<0,2	0,0
147115	20257	83-02-16	v	1,5	0,0	<0,2	0,0
147116	20258	83-02-16	v	3	0,4	<0,2	0,0
147117	20259	83-02-16	v	3,5	0,2	<0,2	0,0
147118	20260	83-02-16	v	3,5	0,2	<0,2	0,0
147120	20261	83-02-16	m	2	0,0	<0,2	0,0
147121	20262	83-02-14	v	3,5	0,1	<0,2	0,0
147122	20263	83-02-14	v	4	0,0	<0,2	0,0
147123	20264	83-02-14	v	3	0,0	<0,2	0,0
147124	20265	83-02-14	v	3	0,0	<0,2	0,0
147125	20266	83-02-14	v	2	0,0	<0,2	0,0
147126	20267	83-02-15	v	4	0,1	<0,2	0,1
147127	20268	83-02-15	v	4	0,1	<0,2	0,1
147129	20270	83-02-15	m	2	0,0	<0,2	0,0
147130	20271	83-02-15	v	1	0,0	<0,2	0,0
147131	20272	83-02-14	v	10	0,0	<0,2	0,0
147132	20273	83-02-14	v	10	0,0	<0,2	0,0
147133	20274	83-02-14	v	10	0,0	<0,2	0,0
147135	20275	83-02-14	v	10	0,2	<0,2	0,0
147137	20276	83-02-14	v	6	0,0	<0,2	0,6
147139	20277	83-02-14	m	2	0,0	<0,2	0,0
147140	20278	83-02-14	m	2	0,0	<0,2	0,0
147141	20279	83-02-14	v	1,5	0,0	<0,2	0,0
147142	20280	83-02-14	m	1,8	0,0	<0,2	0,6
147143	20281	83-02-14	m	2	0,0	<0,2	0,0
147167	20282	83-02-17	m	2	0,1	<0,2	0,0
147161	22308	83-02-17	.	2,5	0,2	<0,2	0,0
147162	22309	83-02-17	m	2	0,1	<0,2	0,0
147163	22310	83-02-17	m	3	0,1	<0,2	0,0

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
147164	22311	83-02-17	m	2	0,1	<0,2	0,0
147166	22313	83-02-17	m	2	0,1	<0,2	0,0
147258	22314	83-02-18	m	4	0,2	<0,2	0,0
147259	22315	83-02-18	m	5	0,0	<0,2	0,0
147260	22316	83-02-18	m	2	0,2	<0,2	0,0
147261	22317	83-02-18	m	5	0,4	<0,2	0,8
147262	22318	83-02-18	m	4	0,0	<0,2	0,4
147263	22319	83-02-17	m	3	0,1	<0,2	0,0
147264	22320	83-02-17	m	2	0,1	<0,2	0,0
147289	22324	83-02-18	.	3	0,5	<0,2	0,0
147290	22325	83-02-18	.	2	0,5	<0,2	0,0
147291	22326	83-02-18	.	2	0,5	<0,2	0,1
147292	22327	83-02-18	.	2	0,5	<0,2	0,0
147295	22328	83-02-22	v	5	0,2	<0,2	0,1
147297	22329	83-02-22	v	5,5	0,3	<0,2	0,0
147317	22332	83-02-28	m	2	0,2	<0,2	0,0
147318	22333	83-02-28	m	2,5	0,0	<0,2	0,0
147320	22335	83-02-28	m	1,7	0,0	<0,2	0,1
147323	22338	83-02-28	m	2	0,9	<0,2	0,5
147324	22339	83-02-28	m	2	0,2	<0,2	0,1
147327	22341	83-02-28	m	2,5	0,0	<0,2	0,0
147330	22344	83-02-28	m	1,5	0,2	<0,2	0,1
147331	22345	83-02-28	m	1,5	0,2	<0,2	0,0
147332	22346	83-02-28	m	2	0,1	<0,2	0,0
147354	23948	83-03-02	.	3,5	0,0	<0,2	0,0
147355	23949	83-03-02	.	4	0,1	<0,2	0,3
147357	23951	83-03-02	.	4,5	0,1	<0,2	0,0
147358	23952	83-03-02	.	6	0,0	<0,2	0,0
147359	23953	83-03-02	.	5	0,0	<0,2	0,0
147360	23954	83-03-02	.	4	0,0	<0,2	0,0
147384	23956	83-03-03	v	3	0,6	<0,2	0,0
147385	23957	83-03-03	v	4,5	0,2	<0,2	0,0
147445	23958	83-03-03	v	5	0,2	<0,2	0,0
147446	23959	83-03-04	v	5	0,0	<0,2	0,0
147447	23960	83-03-04	m	1,5	0,2	<0,2	0,0
147448	23961	83-03-04	v	2	0,2	<0,2	0,0
147449	23962	83-03-04	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147450	23963	83-03-04	v	5	0,0	<0,2	0,0
147451	23964	83-03-04	v	-	0,0	<0,2	0,0
147452	23965	83-03-04	v	-	0,0	<0,2	0,0

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
147453	23966	83-03-04	v	-	0,0	<0,2	0,0
147454	23967	83-03-07	m	2	0,1	<0,2	0,0
147455	23968	83-03-07	v	3	0,0	<0,2	0,0
147456	23969	83-03-03	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147457	23970	83-03-03	m	1,5	0,1	<0,2	.
147458	23971	83-03-03	v	3,5	0,3	<0,2	0,0
147459	23972	83-03-04	.	2,5	0,2	<0,2	0,0
147460	23973	83-03-04	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147461	23974	83-03-07	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147468	23975	83-03-08	v	4	0,0	<0,2	0,0
147470	23977	83-03-08	m	2	0,3	<0,2	0,1
147471	23978	83-03-08	m	2	0,0	<0,2	0,0
147472	23979	83-03-03	m	2	0,0	<0,2	0,0
147473	23980	83-03-03	v	4	0,0	<0,2	0,0
147474	23981	83-03-03	m	2	0,2	<0,2	0,0
147475	23982	83-03-03	m	1	0,1	<0,2	0,0
147486	23983	83-03-04	v	5	0,2	<0,2	0,0
147487	23984	83-03-08	v	1,5	0,2	<0,2	0,0
147488	23985	83-03-03	v	2,5	0,3	<0,2	0,0
147489	23986	83-03-04	v	2,5	0,1	<0,2	0,0
147490	23987	83-03-02	v	5	0,1	<0,2	0,0
147491	23988	83-03-02	v	4	0,1	<0,2	0,0
147493	23989	83-03-02	v	5	0,0	<0,2	0,0
147511	23990	83-03-08	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147512	23991	83-03-08	m	2	0,0	<0,2	0,0
147514	23992	83-03-08	v	6	0,1	<0,2	0,0
147515	23993	83-03-08	v	3	0,2	<0,2	0,0
147516	23994	83-03-08	v	4	0,0	<0,2	0,0
147532	23995	83-03-07	v	5	0,0	<0,2	0,0
147533	23996	83-03-07	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147534	23997	83-03-07	v	1,5	0,0	<0,2	0,0
147536	24966	83-03-11	m	2	0,0	<0,2	0,0
147537	24967	83-03-10	m	2	0,0	<0,2	0,0
147538	24968	83-03-10	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147540	24969	83-03-10	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147541	24970	83-03-10	m	1,5	0,0	<0,2	0,0
147542	24971	83-03-10	v	2	0,0	<0,2	0,0
147543	24972	83-03-10	v	3	0,0	<0,2	0,0
147550	24973	83-03-10	m	2	0,0	<0,2	0,1
147551	24974	83-03-11	v	6	0,1	<0,2	0,0

Vervolg tabel 4.

RIV nummer	RIKILT nummer 83/	Slacht-datum	m/v	Leef-tijd	DES-RIA Celite BCO	DES-RIA Celite RIKILT	DES-RIA HPLC RIV
				jaar	µg/l	µg/l	µg/l
147552	24975	83-03-11	v	6	0,0	<0,2	0,0
147553	24976	83-03-11	v	7	0,2	<0,2	0,0
147554	24977	83-03-10	v	>4	0,0	<0,2	0,0
147555	24978	83-03-11	v	3	0,0	<0,2	0,0
147556	24979	83-03-11	v	2	0,1	<0,2	0,0
147557	24980	83-03-11	v	3	0,3	<0,2	0,1
147588	24981	83-03-15	v	2	0,0	<0,2	0,0
147589	24982	83-03-15	v	5	0,0	<0,2	0,1
147590	24983	83-03-15	v	5	0,0	<0,2	0,1
147591	24984	83-03-14	v	12	0,0	<0,2	0,0
147649	24985	83-03-18	v	3,5	0,2	<0,2	0,0
147651	24986	83-03-18	m	3	0,0	<0,2	0,1
147652	24987	83-03-18	v	>4	0,1	<0,2	0,0
147657	24989	83-03-17	v	2,5	0,0	<0,2	0,0
147660	24991	83-03-17	v	4	0,0	<0,2	0,0
147662	24993	83-03-17	v	4	0,0	<0,2	0,0
147673	24995	83-03-22	m	1,5	0,3	<0,2	0,0
147674	24996	83-03-22	v	6	0,1	<0,2	0,1
147675	24997	83-03-22	v	4	0,0	<0,2	0,1
147676	24998	83-03-21	v	4	0,1	<0,2	0,1
147677	24999	83-03-21	v	3	0,0	<0,2	0,1
147678	25000	83-03-21	m	2,5	0,1	<0,2	0,1
147680	25002	83-03-21	m	2,5	0,1	<0,2	0,0
147681	25003	83-03-21	v	5	0,1	<0,2	0,0
147682	25004	83-03-21	v	6	0,0	<0,2	0,1
147683	25005	83-03-21	v	2,5	0,1	<0,2	0,0
147684	25006	83-03-21	v	3	0,0	<0,2	0,1
147685	25007	83-03-21	m	4,2	0,1	<0,2	0,0
147686	25008	83-03-21	m	3	0,0	<0,2	0,1

\+ = de aanwezigheid van DES werd aangetoond
\- = de aanwezigheid van DES werd niet aangetoond
* = monsters "verdacht", zie tekst

geen m.m. = geen monstermateriaal meer voorhanden voor het uitvoeren van de analyse
n.b. = geen bepaling uitgevoerd.

Lijst van afkortingen

BCO	Stichting Bergschot Centrum van Onderzoek, Breda
DE	Dienestrol
DES	Diethylstilbestrol
DLC	Dunne-laagchromatografie
GCMS	Gaschromatografie-massaspectrometrie
HEX	Hexestrol
HPLC	Hogedrukvloeistofchromatografie
ppb	Delen per miljard = massafractie: 10^{-9} = µg/kg, voor urine in de praktijk µg/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

E.H.J.M. Jansen en R.W. Stephany
Bewakingsonderzoek naar de aanwezigheid van anabole stoffen in runderurine. Periode januari tot april 1983.
RIVM Rapport nr. 368302 001, februari 1984.

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 chromatography.
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 steroiden in de sport- en veterinaire wereld". Groningen, 14 december 1984.
(Met Nederlandse bibliografie.)