

Project 101.7030

Niveaucontrole op CLRVV op de analyse van diergeneesmiddelen

Projectleider: H.J. Keukens

VERTROUWELIJK

Rapport 93.07

maart 1993

**BORGING VAN ONDERZOEKMETHODEN VOOR DIERGENEESMIDDELEN
UITGEVOERD DOOR HET CLRVV: RESULTATEN 1990 EN 1991**

H.J. Keukens

Medewerker: E.A.M. Boers

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

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 08370-75400

Telex 75180 RIKIL

Telefax 08370-17717

Copyright 1993, DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)

Vertrouwelijk rapport

Uit deze uitgave mag niets worden gereproduceerd en/of openbaar gemaakt worden door middel van fotokopie, microfilm, foto-offset of welk ander medium dan ook, zonder schriftelijke toestemming van de directeur.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur

hoofden onderzoekafdelingen (2x)

projectleider

PR en secretariaat (2x)

EXTERN:

Dienst Landbouwkundig Onderzoek

Directie Milieu, Kwaliteit en Voeding, dhr. C. Barel

Directie Wetenschap en Technologie, dhr. C. Verhoef

Veterinaire Dienst, dhr. P. Braam

Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieuhygiene, dhr. R. Stephany

Rijksdienst voor de keuring van Vee en Vlees, dhr. H.J. Tankink

Centraal Laboratorium - Rijksdienst voor de keuring van Vee en Vlees, dhr. L. Frijs

Ministerie van Welzijn, Volksgezondheid en Cultuur, Veterinaire Hoofdinspectie, dhr. A. Lam

INHOUD	<u>blz</u>
SAMENVATTING	3
1 INLEIDING	5
2 MATERIAAL EN METHODEN	5
3 RESULTATEN EN DISCUSSIE	6
4 CONCLUSIE	26
LITERATUUR	

SAMENVATTING

Het Centraal Laboratorium van de Rijksdienst voor de keuring van Vee en Vlees voert een drietal methoden met betrekking tot de analyse van residuen van diergeneesmiddelen uit onder borging van het RIKILT-DLO:

- de bepaling van chlooramfenicol in vlees met HPLC
- de bepaling van desoxycarbadox in nier met HPLC
- de bepaling van sulfonamiden in vlees met HPTLC.

Uit de resultaten van positieve controlemonsters met een bekende samenstelling en zowel positieve als negatieve controlemonsters met voor het CLRVV onbekende samenstelling blijkt dat genoemde methoden correct worden uitgevoerd.

Voor positieve controlemonsters, bekend en onbekend, voor de bepaling van chlooramfenicol werd een gemiddelde variatiecoëfficiënt gevonden van 12% en voor de bepaling van desoxycarbadox een gemiddelde variatiecoëfficiënt van 9,2% bij toevoegingsniveaus variërend van 2 tot 20 $\mu\text{g/kg}$ van de actieve stof.

Dit is aanzienlijk lager dan de volgens EEG richtlijn 89/610 toegestane waarde van 20% bij een toevoegingsniveau van 10 $\mu\text{g/kg}$.

Voor de dunne-laagmethode voor sulfonamiden blijkt het voor alle monsters mogelijk mengsels van verschillende sulfonamiden in één analysegang te detecteren op een niveau dat ligt tussen 5 en 20 $\mu\text{g/kg}$.

1 INLEIDING

Conform EEG richtlijn 64/433 zijn RIKILT-DLO en het RIVM aangewezen als nationaal referentie-laboratorium. Voor het RIKILT-DLO brengt dit in het kader van het Nationaal Plan Overige Stoffen een tweetal taken met zich mee. Enerzijds de ontwikkeling van methoden voor te analyseren stoffen, anderzijds de borging van deze methoden die door het CLRVV worden toegepast.

In dit rapport worden de resultaten van deze borging over de jaren 1990 en 1991 samengevat. De uitvoering van deze borging is gebaseerd op Amerikaanse eisen welke gesteld zijn aan borging van keuringsmethoden voor residuen van dierbehandelingsmiddelen.

Dat betekent dat bij elke analyseserie een positief controlemonster met een bekend gehalte van de te bepalen component wordt geanalyseerd en een onbekend monster waarvan de samenstelling alleen bekend is bij de borgende instantie. In een later stadium is ook overgegaan tot de bereiding van blanco materiaal omdat de afwezigheid van sommige residuen in vlees van winkelkwaliteit niet te garanderen is en omdat de versheid niet altijd aan de eisen voldoet.

In 1990 en 1991 kwam het volgende door het Centraal Laboratorium RVV uitgevoerde onderzoek naar diergeneesmiddelen voor borging in aanmerking:

- bepaling van chlooramfenicol in vlees
- bepaling desoxycarbadox in nier
- bepaling van sulfonamiden in vlees.

Voor andere bepalingen gold dat bereiding van stabiele borgingsmonsters onmogelijk is (bepaling furazolidon in vlees) of dat er door capaciteitsproblemen geen prioriteit aan kon worden gegeven (bepaling tranquilizers in nier).

De resultaten van de controlemonsters worden door het Centraal Laboratorium van de RVV één keer per maand gerapporteerd aan RIKILT-DLO.

2 MATERIAAL EN METHODEN

2.1 Chlooramfenicol

Voor het bereiden van controlemonsters voor de bepaling van chlooramfenicol wordt uitgegaan van spierweefsel van met chlooramfenicol behandelde varkens of slachtkippen.

Het positieve materiaal wordt verdund met blanco spierweefsel van de te onderzoeken diersoort. Voor de bereiding van de borgingsmonsters worden positief en blanco materiaal geanalyseerd volgens RSV A0402.

De uiteindelijke monsters bestemd voor de borging worden tenminste in tweevoud geanalyseerd door RIKILT-DLO. Worden de monsters qua homogeniteit en gehalte in orde bevonden dan worden

afzonderlijke porties monster afgewogen in extractiezakken en vervolgens na random nummering aangeboden aan het Centraal Laboratorium van de RVV. De monsters worden tot de daadwerkelijke analyse bewaard bij -20°C.

2.2 Desoxycarbadox

Uit onderzoek is gebleken dat desoxycarbadox in lever of nier van met carbadox behandelde slachtvarkens niet gedurende lange termijn stabiel is. Daarom kan bij de bereiding van borgingsmonsters niet uitgegaan worden van materiaal van behandelde dieren.

Er wordt daarom gebruik gemaakt van blanco niermonsters welke individueel verrijkt worden met een bekende hoeveelheid desoxycarbadox. Door de instabiliteit is het niet mogelijk grote series aan te maken.

De blanco niermonsters en de verrijkte niermonsters worden geanalyseerd conform RSV A0531. De procedure is verder conform de methode genoemd bij 2.1.

2.3 Sulfonamiden

Uitgangsmateriaal bij de bereiding van borgingsmonsters voor deze bepaling is spiervlees van met sulfonamiden behandelde slachtkuikens. Verdunning van de positieve vleesmonsters vindt plaats met blanco materiaal dat overeenkomt met de te analyseren diersoort.

Omdat het hier om een analysemethode gaat waarmee diverse sulfonamiden geanalyseerd kunnen worden, wordt de samenstelling van de borgingsmonsters gevarieerd voor wat betreft de concentratie maar ook voor wat betreft de aanwezige sulfonamiden. Het gehalte aan sulfonamiden in het uitgangsmateriaal en in de uiteindelijke borgingsmonsters wordt vastgesteld met de HPLC methode RSV A0645. De procedure is verder conform de methode genoemd bij 2.1.

3 RESULTATEN EN DISCUSSIE

3.1 Chlooramfenicol

3.1.1 Positieve referentiemonsters

In de jaren 1990 en 1991 zijn 4 partijen positief controle materiaal bereid. De code, het door RIKILT-DLO vastgestelde gehalte en de CLRVV resultaten zijn weergegeven in tabel 1.

Tabel 1: Codering, samenstelling en analyseresultaten voor de partijen positieve controlemonsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees.

Code	Datum aanmaak	RIKILT-DLO gehalte (ppb)	Gemiddelde CL-RVV	VC (%)	n
890612	12-06-'89	18,1	16,5	8,5	6
referentie 2	29-11-'89	17,3	16,4	11	84
referentie 3	14-06-'90	17,8	19,4	17	45
referentie 4	06-02-'91	18,3	20,1	7,6	16

Uit de resultaten van referentiemonster 2 bleek dat de bereide controlemonsters onder de toegepaste bewaarcondities (-20°C) niet onbeperkt houdbaar zijn. Daarom is op dat moment besloten kleinere series monsters (<60) aan te maken. Voor referentiemonster 3 werden aanvankelijk zeer afwijkende resultaten gemeten. Onder de bij het CL-RVV toegepaste condities bleek een storende component vrijwel samen te vallen met chlooramfenicol. Na overleg is dit probleem opgelost. De problemen komen tot uitdrukking in de hoge variatiecoëfficiënt voor referentie 3 (17%). Worden echter de eerste 8 resultaten buiten beschouwing gelaten dan blijkt de variatiecoëfficiënt 12% te bedragen.

De berekende variatiecoëfficiënt ligt ruim binnen de waarde welke voor de toegepaste methode is vastgesteld middels een internationaal vergelijkend onderzoek.

De toen bepaalde VC_R bedroeg gemiddeld 21% (Aerts 1989). De analyses van de positieve borgingsmonsters zijn dus correct uitgevoerd. Voor geen enkel positief controlemonster werd een negatief resultaat gerapporteerd.

Over de maanden september, oktober, november en december 1991 konden door capaciteitsproblemen geen positieve referentiemonsters voor de bepaling van chlooramfenicol worden aangemaakt c.q. geanalyseerd.

3.1.2 Blinde monsters

De chlooramfenicolgehalten van de blinde monsters worden per partij gevarieerd. De gehalten variëren van 1 tot 11 µg/kg. Het maximaal toegestane niveau voor chlooramfenicol bedraagt 10 µg/kg. De resultaten zijn weergegeven in tabel 2 t/m 9.

Tabel 2: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees ($\mu\text{g/kg}$; aanmaakdatum 1989-12-08.

Code	Analyse datum	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
CAP-VL-68	04-01-'90	5	5,6
CAP-VL-69	05-01-'90	10	10,5
CAP-VL-70	08-01-'90	1	0,7
CAP-VL-71	09-01-'90	10	7,7
CAP-VL-72	10-01-'90	<	mislukt
CAP-VL-73	11-01-'90	1	2,0
CAP-VL-74	12-01-'90	10	10,4
CAP-VL-75	15-01-'90	1	1,1
CAP-VL-76	17-01-'90	5	5,2
CAP-VL-77	19-01-'90	5	5,2
CAP-VL-78	23-01-'90	10	10,8
CAP-VL-79	25-01-'90	5	3,8
CAP-VL-80	29-01-'90	10	9,9
CAP-VL-81	30-01-'90	1	1,0
CAP-VL-82	31-01-'90	<	<
CAP-VL-83	01-02-'90	<	<
CAP-VL-84	02-02-'90	<	<
CAP-VL-85	05-02-'90	1	0,9
CAP-VL-86	06-02-'90	5	5,2
CAP-VL-87	07-02-'90	5	5,2
CAP-VL-88	09-02-'90	5	5,8
CAP-VL-89	12-02-'90	<	<
CAP-VL-90	13-02-'90	<	<
CAP-VL-91	14-02-'90	<	<
CAP-VL-92	15-02-'90	<	<
CAP-VL-93	19-02-'90	<	<
CAP-VL-94	20-02-'90	5	6,4
CAP-VL-95			mislukt
CAP-VL-96	22-02-'90	<	<
CAP-VL-97	02-03-'90	5	4,9
CAP-VL-98	05-03-'90	<	<
CAP-VL-99	06-03-'90	10	11,1
CAP-VL-100	07-03-'90	10	10,8
CAP-VL-101	08-03-'90	5	5,6
CAP-VL-102	03-03-'90	10	11,4
CAP-VL-103	12-03-'90	<	<
CAP-VL-104	16-03-'90	10	9,6
CAP-VL-105	16-03-'90	5	4,7
CAP-VL-106	19-03-'90	1	0,8
CAP-VL-107	21-03-'90	1	1,2
CAP-VL-108	22-03-'90	10	11,9
CAP-VL-109	29-03-'90	5	5,2
CAP-VL-110	09-04-'90	<	<
CAP-VL-111	05-04-'90	<	<
CAP-VL-112	06-04-'90	<	<
CAP-VL-113	11-04-'90	1	1,0
CAP-VL-114	12-04-'90	10	8,8

Tabel 3: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters van de partij met aanmaakdatum '89-12-08

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
1	1,3	0,96*	18
5	5,4	5,2	12
10	8,5	10,2	12

* Exclusief uitbijter waarde van 2,0 welke conform de Dixon test verwijderd is. (ISO 5725, 1986).

Tabel 4: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees ($\mu\text{g/kg}$); aanmaakdatum 1990-03-13.

Code	Analyse datum	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
CAP-VL-115	12-04-'90	10	7,0
CAP-VL-116	17-04-'90	10	9,9
CAP-VL-117	18-04-'90	1	1,6
CAP-VL-118	19-04-'90	5	3,1
CAP-VL-119	20-04-'90	<	<
CAP-VL-120	23-04-'90	10	8,4
CAP-VL-121	24-04-'90	<	<
CAP-VL-122	25-04-'90	1	<
CAP-VL-123	26-04-'90	5	4,2
CAP-VL-124	27-04-'90	10	8,2
CAP-VL-125	01-05-'90	<	<
CAP-VL-126	02-05-'90	5	3,8
CAP-VL-127	04-05-'90	1	0,9
CAP-VL-128	07-05-'90	<	<
CAP-VL-129	08-05-'90	10	9,1
CAP-VL-130	09-05-'90	<	<
CAP-VL-131	10-05-'90	5	3,9
CAP-VL-132	11-05-'90	5	2,9
CAP-VL-133	14-05-'90	10	8,6
CAP-VL-134	15-05-'90	5	4,3
CAP-VL-135	18-05-'90	<	<
CAP-VL-136	21-05-'90	10	7,3
CAP-VL-137	22-05-'90	10	7,5
CAP-VL-138	23-05-'90	<	2,6
CAP-VL-139	25-05-'90	10	7,8
CAP-VL-140	28-05-'90	5	3,0
CAP-VL-141	30-05-'90	10	8,2
CAP-VL-142	31-05-'90	<1	1,3
CAP-VL-143	01-06-'90	1	0,5
CAP-VL-144	05-06-'90	1	<1
CAP-VL-145	06-06-'90	10	9,6
CAP-VL-146	08-06-'90	1	<1
CAP-VL-147	14-06-'90	<	<
CAP-VL-148	19-06-'90	<	<
CAP-VL-149	21-06-'90	<	<
CAP-VL-150	22-06-'90	1	<
CAP-VL-151	25-06-'90	5	5,9
CAP-VL-152	28-06-'90	5	mislukt
CAP-VL-153	29-06-'90	1	4,6
CAP-VL-154	12-07-'90	1	4,4
CAP-VL-155	20-07-'90	1	4,2
CAP-VL-156	24-07-'90	<	4,2
CAP-VL-157	26-07-'90	<	<1
CAP-VL-158	27-07-'90	5	3,7
CAP-VL-159	02-08-'90	5	4,3

Tabel 5: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters met aanmaakdatum 1990-03-13

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
1	0,9	-*	-
5	5,8	3,9	24
10	9,8	8,3	11

* niet berekend omdat gedurende een langere periode de detectiegrens van 1 $\mu\text{g/kg}$ niet gehaald werd en omdat er gedurende een korte periode interferenties in het chromatogram werden waargenomen.

Tabel 6: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees ($\mu\text{g/kg}$; aanmaakdatum 1990-08-07.

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
CAP-VL-160	13-08-'90	<1	<1
CAP-VL-161	15-08-'90	1	1,5
CAP-VL-162	16-08-'90	1	1,3
CAP-VL-163	20-08-'90	6	5,7
CAP-VL-164	27-08-'90	6	6,3
CAP-VL-165	31-08-'90	11	12,9
CAP-VL-166	05-09-'90	11	11,8
CAP-VL-167	07-09-'90	1	1,1
CAP-VL-168	14-09-'90	6	6,0
CAP-VL-169	28-09-'90	1	1,1
CAP-VL-170	01-10-'90	6	5,5
CAP-VL-171	10-10-'90	<1	<1
CAP-VL-172	18-10-'90	6	5,3
CAP-VL-173	23-10-'90	1	0,7
CAP-VL-174	25-10-'90	<1	<1
CAP-VL-175	08-11-'90	1	mislukt
CAP-VL-176	16-11-'90	1	1,0
CAP-VL-177	19-11-'90	6	5,1
CAP-VL-178	22-11-'90	11	11,0
CAP-VL-179	29-11-'90	11	9,9
CAP-VL-180	13-12-'90	<1	<1
CAP-VL-181	17-12-'90	1	1,0
CAP-VL-182	24-12-'90	6	6,6
CAP-VL-183	31-12-'90	6	5,3
CAP-VL-184	04-01-'91	<1	<1
CAP-VL-185	08-01-'91	<1	<1
CAP-VL-186	14-01-'91	6	5,2
CAP-VL-187	25-01-'91	1	1,2
CAP-VL-188	29-01-'91	<1	<1
CAP-VL-189	20-02-'91	<1	<1
CAP-VL-190	22-02-'91	11	11,0
CAP-VL-191	01-03-'91	11	6,8
CAP-VL-192	20-03-'91	<1	<1
CAP-VL-193	22-03-'91	11	10,5
CAP-VL-194			mislukt
CAP-VL-195	25-03-'91	1	1,3
CAP-VL-196	28-03-'91	11	11,6
CAP-VL-197	02-04-'91	11	11,0
CAP-VL-198	09-04-'91	11	10,5
CAP-VL-199	12-04-'91	6	5,6

Tabel 7: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters met aanmaakdatum 1990-08-07

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
1	1,2	1,1	20
6	5,8	5,7*	8,9
11	11,2	11,1*	7,9

* onder uitsluiting van het resultaat van monster CAP-VL-191 conform de Dixon-test (ISO 5725; 1986).

Tabel 8: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees ($\mu\text{g/kg}$); aanmaakdatum 1991-02-11

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
CAP-VL-200	16-04-'91	11	12,4
CAP-VL-201	19-04-'91	6	5,9
CAP-VL-202	24-04-'91	6	6,9
CAP-VL-203	26-04-'91	1	1,5
CAP-VL-204	06-05-'91	11	12,4
CAP-VL-205	17-05-'91	1	1,3
CAP-VL-206	23-05-'91	<1	<1
CAP-VL-207	27-05-'91	6	6,4
CAP-VL-208	30-05-'91	<1	<1
CAP-VL-209	03-06-'91	1	1,4
CAP-VL-210	10-06-'91	11	11,8
CAP-VL-211	13-06-'91	6	6,0
CAP-VL-212	21-06-'91	6	6,6
CAP-VL-213	26-06-'91	<1	<1
CAP-VL-214	02-07-'91	<1	<1
CAP-VL-215	04-07-'91	11	11,2
CAP-VL-216	05-07-'91	11	9,6
CAP-VL-217	08-07-'91	11	11,6
CAP-VL-218	16-07-'91	1	1,3
CAP-VL-219	23-07-'91	6	6,7
CAP-VL-220	01-08-'91	1	1,6
CAP-VL-221	09-08-'91	<1	1,6
CAP-VL-222	12-08-'91	<1	1,5
CAP-VL-223	16-08-'91	6	7,3
CAP-VL-224	20-08-'91	11	12,8
CAP-VL-225	22-08-'91	<1	<1

Na overleg is besloten om de rest van de serie (226-269) niet meer te analyseren omdat de kwaliteit van de monsters sterk terugliep wat bleek uit het voorkomen van talrijke interfererende componenten. Door capaciteitsproblemen bij RIKILT-DLO is het niet mogelijk geweest tijdens nieuwe monsters aan te maken.

Tabel 9: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve monsters van batch 1991-02-11.

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
1	1,3	1,4	9,2
6	5,9	6,5	7,5
11	11,9	11,7	9,1

Uit de gevonden waarden voor de positieve controlemonsters en de onbekende controlemonsters blijkt dat de uitvoering van de toegepaste analysemethode en de kwaliteit van de geprepareerde controlemonsters correct is.

Volgens EEG richtlijn 89/610/EEG mag de variatiecoëfficiënt (VC) van het gemiddelde niet hoger zijn dan 15% voor gehalten boven 10 $\mu\text{g/kg}$, 20% bij gehalten tussen 1 en 10 $\mu\text{g/kg}$ en 30% bij gemiddelde gehalten tot en met 1 $\mu\text{g/kg}$.

Aleen voor de partij met aanmaakdatum 1990-03-13 werd hier tijdelijk niet aan voldaan. Uit de resultaten blijkt dat gedurende korte periode te hoge waarden werden gevonden (CAP-VL 153 t/m 156) en dat een detectiegrens van 1 $\mu\text{g/kg}$ niet haalbaar was (CAP-VL 143, 144, 146 en 150). Na overleg met het CL-RVV en aanmaak van een nieuwe partij controlemateriaal bleken de problemen opgelost. Uit de tabellen 7 en 9 blijkt dat de analyses van onbekende positieve controlemonsters steeds beter wordt uitgevoerd. Bij de laatste batch dd. 1991-02-11 bleek de variatiecoëfficiënt nauwelijks meer niveau-afhankelijk. Een detectiegrens van 1 $\mu\text{g/kg}$ is dan ook mogelijk indien voldoende routine verkregen is met de methode.

Vals negatieve resultaten zijn alleen gerapporteerd voor vier monsters met een gehalte van 1 $\mu\text{g/kg}$. Dit is niet geheel buiten verwachting omdat de bepaalbaarheidsgrens eerder is vastgesteld op 1,6 $\mu\text{g/kg}$ (Aerts, 1989). Vals positieve resultaten zijn gerapporteerd voor 3 blanco monsters met een maximum van 4,2 $\mu\text{g/kg}$. Deze resultaten werden veroorzaakt door interferende componenten die waarschijnlijk door bederf zijn ontstaan.

3.2 Desoxycarbadox in nier

3.2.1 Positieve controlemonsters

Aanvankelijk is de methode voor de bepaling van desoxycarbadox alleen geborgd door analyse van onbekende controlemonsters. Pas later, vanaf 1990-05-09 zijn ook positieve controlemonsters aangemaakt. Over de jaren 1990 en 1991 zijn in totaal 6 partijen positieve controlemonsters aangemaakt. De samenstelling en de samenvatting van de analyseresultaten zijn gegeven in tabel 10.

Tabel 10: Codes, samenstelling en resultaten voor de partijen positief controle materiaal voor de bepaling van desoxycarbadox in nier.

Code	RIKILT-DLO resultaat ($\mu\text{g/kg}$)	CL-RVV resultaat		
		gemiddelde	VC (%)	waarnemingen
170490	5,2	4,4	9,6	40
130890	5,8	5,4	7,0	25
221090	8,8	9,6	7,4	40
240191	10,5	10,8	6,9	40
080591	9,8	9,9	5,4	39
060891	9,4	9,5	6,5	40

Uit de resultaten blijkt dat de methode zeer goed wordt uitgevoerd. Een variatiecoëfficiënt lager dan 10% bij een niveau van de te meten component van 10 $\mu\text{g/kg}$ of minder is uitzonderlijk laag. De gemeten variatiecoëfficiënt is zelfs lager dan deze welke vastgesteld is bij het testen van de ontwikkelde methode. Deze bedroeg destijds 11% (Binnendijk 1991). Voor geen enkel monster werd een vals negatief resultaat gerapporteerd.

3.2.2 Onbekende controlemonsters

Voor de bereiding van onbekende controlemonsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier worden homogenaten van blanco niermonsters verrijkt met desoxycarbadox op niveaus tussen 0 en 10 $\mu\text{g/kg}$. De resultaten zijn weergegeven in de tabellen 11 t/m 26.

Tabel 11: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxy-carbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$); aanmaakdatum 1989-12-11

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
Desoxy-24	03-01-'90	10	12,6
Desoxy-25	04-01-'90	<1	<1
Desoxy-26	08-01-'90	10	12,0
Desoxy-27	09-01-'90	10	13,8
Desoxy-28	10-01-'90	<1	<1
Desoxy-29	11-01-'90	5	6,1
Desoxy-30	15-01-'90	5	4,8
Desoxy-31	16-01-'90	10	8,8
Desoxy-32	17-01-'90	10	9,6
Desoxy-33	18-01-'90	5	4,8
Desoxy-34	23-01-'90	<1	<1
Desoxy-35	24-01-'90	10	8,7
Desoxy-36	30-01-'90	5	4,7
Desoxy-37	31-01-'90	10	9,2
Desoxy-38	05-02-'90	<1	<1
Desoxy-39	06-02-'90	<1	<1
Desoxy-40	07-02-'90	<1	<1
Desoxy-41	08-02-'90	5	4,6

Tabel 12: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier; aanmaakdatum 1989-12-11.

Niveau µg/kg	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
5	4,8	5,0	12
10	9,2	10,7	19

Tabel 13: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier (µg/kg); aanmaakdatum 1990-01-26

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
Desoxy-42	12-02-'90	5	4,5
Desoxy-43	13-02-'90	11	9,5
Desoxy-44	14-02-'90	<1	<1
Desoxy-45	20-02-'90	<1	<1
Desoxy-46	21-02-'90	11	9,5
Desoxy-47	27-02-'90	5	4,3
Desoxy-48	28-02-'90	5	4,9
Desoxy-49	06-03-'90	<1	<1
Desoxy-50	07-03-'90	11	8,6
Desoxy-51	08-03-'90	<1	<1
Desoxy-52	12-03-'90	11	9,1
Desoxy-53	13-03-'90	<1	<1
Desoxy-54	14-03-'90	5	4,4
Desoxy-55	15-03-'90	5	4,4
Desoxy-56	16-03-'90	5	5,0
Desoxy-57	20-03-'90	11	10,0
Desoxy-58	21-03-'90	<1	<1
Desoxy-59	23-03-'90	11	10,1
Desoxy-60	27-03-'90	<1	<1
Desoxy-61	28-03-'90	5	5,9
Desoxy-62	30-03-'90	5	5,7
Desoxy-63	03-04-'90	11	10,2
Desoxy-64	04-04-'90	11	11,3
Desoxy-65	10-04-'90	5	4,8
Desoxy-66	11-04-'90	5	4,9
Desoxy-67	17-04-'90	<1	<1
Desoxy-68	18-04-'90	<1	<1
Desoxy-69	19-04-'90	<1	<1
Desoxy-70	20-04-'90	<1	<1
Desoxy-71	23-04-'90	<1	<1
Desoxy-72	24-04-'90	11	8,2
Desoxy-73	25-04-'90	5	3,6
Desoxy-74	26-04-'90	11	8,9
Desoxy-75	02-05-'90	11	11,4
Desoxy-76	02-05-'90	<1	<1
Desoxy-77	03-05-'90	5	4,8
Desoxy-78	04-05-'90	11	9,4
Desoxy-79	07-05-'90	11	10,7
Desoxy-80	08-05-'90	5	4,5

Tabel 14: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier; aanmaakdatum 1990-01-26

Niveau µg/kg	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
5	4,8	4,7	12
11	10,6	9,8	10

Tabel 15: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$);
aanmaakdatum 1990-04-17

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
DCBX-1	09-05-'90	<1	<1
DCBX-2	10-05-'90	<1	<1
DCBX-3	15-05-'90	<1	<1
DCBX-4	15-05-'90	10	9,4
DCBX-5	16-05-'90	2	1,5
DCBX-6	16-05-'90	10	8,8
DCBX-7	17-05-'90	10	9,5
DCBX-8	21-05-'90	10	9,5
DCBX-9	22-05-'90	<1	<1
DCBX-10	23-05-'90	10	9,0
DCBX-11	30-05-'90	2	1,4
DCBX-12	31-05-'90	10	10,2
DCBX-13	05-06-'90	2	1,7
DCBX-14	06-06-'90	<1	<1
DCBX-15	07-06-'90	10	8,9
DCBX-16	11-06-'90	2	1,7
DCBX-17	12-06-'90	<1	<1
DCBX-18	13-06-'90	<1	<1
DCBX-19	14-06-'90	2	2,1
DCBX-20	18-06-'90	10	12,5
DCBX-21	19-06-'90	10	11,5
DCBX-22	20-06-'90	2	1,7
DCBX-23	25-06-'90	2	1,1
DCBX-24	26-06-'90	<1	<1
DCBX-25	27-06-'90	10	9,8
DCBX-26	28-06-'90	2	1,9
DCBX-27	03-07-'90	10	9,1
DCBX-28	04-07-'90	<1	<1
DCBX-29	05-07-'90	<1	<1
DCBX-30	09-07-'90	10	9,1
DCBX-31	10-07-'90	2	2,0
DCBX-32	11-07-'90	2	1,8
DCBX-33	12-07-'90	2	1,8
DCBX-34	16-07-'90	<1	<1
DCBX-35	17-07-'90	2	2,1
DCBX-36	18-07-'90	10	8,5
DCBX-37	20-07-'90	<1	<1
DCBX-38	24-07-'90	2	1,7
DCBX-39	25-07-'90	10	9,4
DCBX-40	30-07-'90	<1	<1

Tabel 16: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde controlemonsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier; aanmaakdatum 1990-04-17

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	2,0	1,7	16
10	10,4	9,7	11

Tabel 17: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$);
aanmaakdatum 1990-08-13

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
DCBX-1	17-08-'90	2	1,6
DCBX-2	20-08-'90	10	10,6
DCBX-3	21-08-'90	6	6,0
DCBX-4	22-08-'90	2	1,9
DCBX-5	23-08-'90	2	2,4
DCBX-6	24-08-'90	<1	<1
DCBX-7	27-08-'90	2	2,2
DCBX-8	28-08-'90	2	2,2
DCBX-9	29-08-'90	<1	<1
DCBX-10	30-08-'90	10	13,7
DCBX-11	03-09-'90	2	2,1
DCBX-12	04-09-'90	<1	<1
DCBX-13	05-09-'90	6	5,1
DCBX-14	06-09-'90	10	10,4
DCBX-15	10-09-'90	6	5,0
DCBX-16	11-09-'90	<1	<1
DCBX-17	12-09-'90	6	4,8
DCBX-18	14-09-'90	10	10,8
DCBX-19	18-09-'90	<1	<1
DCBX-20	19-09-'90	<1	<1
DCBX-21	20-09-'90	10	10,8
DCBX-22	25-09-'90	10	10,9
DCBX-23	26-09-'90	<1	<1
DCBX-24	28-09-'90	2	2,5
DCBX-25	02-10-'90	10	10,4

Tabel 18: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier; aanmaakdatum 1990-08-13.

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	2,4	2,1	14
6	5,8	5,2	10
10	10,2	11,1	10

Tabel 19: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$):
aanmaakdatum 1990-11-05.

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CI-RVV
DCBX-26	07-11-'90	10	9,4
DCBX-27	09-11-'90	<1	<1
DCBX-28	13-11-'90	5	5,1
DCBX-29	29-11-'90	2	1,9
DCBX-30	15-11-'90	10	9,4
DCBX-31	19-11-'90	5	5,1
DCBX-32	20-11-'90	2	2,0
DCBX-33	21-11-'90	10	10,5
DCBX-34	23-11-'90	<1	<1
DCBX-35	26-11-'90	2	1,9
DCBX-36	27-11-'90	2	2,0
DCBX-37	28-11-'90	<1	<1
DCBX-38	30-11-'90	5	4,2
DCBX-39	03-12-'90	2	2,0
DCBX-40	04-12-'90	<1	<1
DCBX-41	04-12-'90	<1	<1
DCBX-42	06-12-'90	5	4,2
DCBX-43	10-12-'90	<1	<1
DCBX-44	11-12-'90	10	9,8
DCBX-45	12-12-'90	2	1,9
DCBX-46	14-12-'90	10	9,7
DCBX-47	18-12-'90	<1	<1
DCBX-48	19-12-'90	5	4,3
DCBX-49	21-12-'90	10	9,4
DCBX-50	24-12-'90	<1	<1
DCBX-51	31-12-'90	2	2,0
DCBX-52	03-01-'91	2	1,8
DCBX-53	04-01-'91	5	4,3
DCBX-54	08-01-'91	2	1,2
DCBX-55	09-01-'91	10	9,4
DCBX-56	11-01-'91	5	mislukt
DCBX-57	11-01-'91	5	4,5
DCBX-58	14-01-'91	10	8,2
DCBX-59	15-01-'91	5	4,8
DCBX-60	16-01-'91	<1	<1
DCBX-61	18-01-'91	5	10,0
DCBX-62	22-01-'91	10	9,5
DCBX-63	23-01-'91	10	8,5
DCBX-64	25-01-'91	<1	<1
DCBX-65	29-01-'91	2	1,7

Tabel 20: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt van positieve blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier; aanmaakdatum 1990-11-05

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	1,9	1,8	13
5	4,3	4,6*	8,3
10	8,8	9,4	6,9

* onder uitsluiting van het resultaat van monster DCBX-61 conform de Dixon-test (ISO 5725; 1986)

Tabel 21: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$);
aanmaakdatum 1991-01-30

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
DCBX-66	05-02-'91	5	5,0
DCBX-67	06-02-'91	10	10,7
DCBX-68	08-02-'91	10	10,4
DCBX-69	12-02-'91	2	1,9
DCBX-70	13-02-'90	5	5,0
DCBX-71	15-02-'91	5	4,9
DCBX-72	20-02-'91	2	2,0
DCBX-73	22-02-'91	2	1,9
DCBX-74	25-02-'91	10	11,1
DCBX-75	26-02-'91	2	2,0
DCBX-76	27-02-'91	<1	<1
DCBX-77	28-02-'91	<1	<1
DCBX-78	05-03-'91	<1	<1
DCBX-79	06-03-'91	2	1,7
DCBX-80	11-03-'91	2	1,8
DCBX-81	12-03-'91	10	10,5
DCBX-82	13-03-'91	<1	<1
DCBX-83	18-03-'91	10	9,4
DCBX-84	19-03-'91	2	1,5
DCBX-85	20-03-'91	10	10,8
DCBX-86	22-03-'91	<1	<1
DCBX-87	26-03-'91	2	1,7
DCBX-88	27-03-'91	<1	<1
DCBX-89	03-04-'91	10	11,9
DCBX-90	04-04-'91	5	4,6
DCBX-91	08-04-'91	5	5,3
DCBX-92	09-04-'91	10	11,5
DCBX-93	10-04-'91	5	4,5
DCBX-94	12-04-'91	5	5,1
DCBX-95	16-04-'91	10	10,4
DCBX-96	17-04-'91	<1	<1
DCBX-97	18-04-'91	5	5,2
DCBX-98	22-04-'91	2	1,6
DCBX-99	23-04-'91	2	1,7
DCBX-100	24-04-'91	10	10,6
DCBX-101	29-04-'91	<1	<1
DCBX-102	02-05-'91	5	5,3
DCBX-103	03-05-'91	<1	<1
DCBX-104	07-05-'91	<1	<1
DCBX-105	08-05-'91	5	5,0

Tabel 22: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt voor positieve blinde monsters voor de bepaling van
desoxy-carbadox in nier; aanmaakdatum 1991-01-30.

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	1,9	1,8	9,5
5	5,3	5,0	5,4
10	10,5	10,7	6,3

Tabel 23: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$);
aanmaakdatum 1991-05-15

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
DCBX-106	22-05-'91	2	1,9
DCBX-107	21-05-'91	10	10,3
DCBX-108	23-05-'91	<1	<1
DCBX-109	23-05-'91	2	2,1
DCBX-110	28-05-'91	10	10,1
DCBX-111	29-05-'91	5	5,3
DCBX-112	04-06-'91	2	2,2
DCBX-113	05-06-'91	5	5,3
DCBX-114	11-06-'91	10	10,0
DCBX-115	12-06-'91	2	2,4
DCBX-116	14-06-'91	5	mislukt
DCBX-117	14-06-'91	10	10,0
DCBX-118	18-06-'91	<1	<1
DCBX-119	19-06-'91	5	4,3
DCBX-120	20-06-'91	10	10,9
DCBX-121	25-06-'91	<1	<1
DCBX-122	26-06-'91	2	2,2
DCBX-123	02-07-'91	5	4,6
DCBX-124	03-07-'91	2	2,0
DCBX-125	09-07-'91	<1	<1
DCBX-126	10-07-'91	5	5,0
DCBX-127	12-07-'91	10	10,4
DCBX-128	16-07-'91	<1	0,8
DCBX-129	17-07-'91	5	5,1
DCBX-130	23-07-'91	<1	0,7
DCBX-131	24-07-'91	10	9,5
DCBX-132	25-07-'91	5	5,0
DCBX-133	26-07-'91	2	3,6
DCBX-134	30-07-'91	2	2,1
DCBX-135	31-07-'91	<1	1,9
DCBX-136	02-08-'91	10	9,7
DCBX-137	03-08-'91	<1	<1
DCBX-138	06-08-'91	2	2,0
DCBX-139	07-08-'91	10	10,8
DCBX-140		<1	mislukt
DCBX-141	13-08-'91	10	9,9
DCBX-142	14-08-'91	5	5,5
DCBX-143	16-08-'91	2	2,1
DCBX-144	20-08-'91	<1	<1
DCBX-145	21-08-'91	5	4,7

Tabel 24: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt voor positieve monsters voor de bepaling van desoxy-carbadox in nier; aanmaakdatum 1991-05-15.

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	1,9	2,1	6,9
5	4,8	5,0	7,7
10	9,0	10,2	4,4

Tabel 25: Resultaten blinde monsters voor de bepaling van desoxy-carbadox in nier ($\mu\text{g/kg}$):
aanmaakdatum 1991-08-07.

Code	Datum analyse	Gehalte RIKILT-DLO	Resultaat CL-RVV
DCBX-146	23-08-'91	2	2,0
DCBX-147	27-08-'91	2	2,1
DCBX-148	28-08-'91	5	4,7
DCBX-149	29-08-'91	<1	<1
DCBX-150	03-09-'91	10	8,9
DCBX-151	04-09-'91	5	4,6
DCBX-152	06-09-'91	2	1,7
DCBX-153	09-09-'91	<1	<1
DCBX-154	10-09-'91	10	9,5
DCBX-155	11-09-'91	2	2,0
DCBX-156	16-09-'91	5	5,3
DCBX-157	17-09-'91	<1	<1
DCBX-158	18-09-'91	10	9,1
DCBX-159	20-09-'91	10	10,3
DCBX-160	24-09-'91	5	4,5
DCBX-161	25-09-'91	10	9,3
DCBX-162	01-10-'91	10	9,5
DCBX-163	02-10-'91	2	1,9
DCBX-164	04-10-'91	2	2,1
DCBX-165	07-10-'91	<1	<1
DCBX-166	08-10-'91	5	4,9
DCBX-167	09-10-'91	1	<1
DCBX-168	11-10-'91	2	1,6
DCBX-169	15-10-'91	10	9,4
DCBX-170	16-10-'91	10	9,7
DCBX-171	22-10-'91	2	2,1
DCBX-172	23-10-'91	5	4,7
DCBX-173	29-10-'91	2	2,3
DCBX-174	30-10-'91	10	9,9
DCBX-175	01-11-'91	5	5,0
DCBX-176	05-11-'91	2	2,4
DCBX-177	06-11-'91	<1	0,7
DCBX-178	12-11-'91	10	10,1
DCBX-179	13-11-'91	5	5,0
DCBX-180	15-11-'91	5	5,1
DCBX-181	18-11-'91	5	4,9
DCBX-182	19-11-'91	<1	<1
DCBX-183	20-11-'91	<1	<1
DCBX-184	22-11-'91	<1	<1
DCBX-185	26-11-'91	<1	0,6

Tabel 26: Gemiddelde en variatiecoëfficiënt voor positieve monsters voor de bepaling van desoxy-carbadox in nier; aanmaakdatum 1991-08-07

Niveau $\mu\text{g/kg}$	RIKILT-DLO gemiddelde	CL-RVV resultaat	
		gemiddelde	VC (%)
2	2,0	2,0	12
5	4,8	4,9	5,0
10	9,4	9,6	4,6

Voor de maand december 1991 konden door tekort aan personeel geen referentiemonsters voor de bepaling van desoxy-carbadox worden aangeleverd.

Omdat de blinde monsters voor de bepaling van desoxycarbadox telkens op een vergelijkbare manier zijn aangemaakt is het zinvol de verschillende batches met elkaar te vergelijken.

Niveau	Variatiecoëfficiënten CL-RVV resultaten voor verschillende partijen							
$\mu\text{g/kg}$	89/12/11	90/01/26	90/04/17	90/08/13	90/11/05	91/01/30	91/05/15	91/08/07
2			17	14	13	10	7	12
5	12	12		10	8	5	8	5
10	20	10	11	10	7	6	4	5

Uit dit overzicht blijkt dat na het verkrijgen van enige ervaring met de analysemethode een variatiecoëfficiënt van circa 10% of zelfs lager mogelijk is.

Daarmee wordt, gelet op het zeer lage meetniveau, ruimschoots voldaan aan de eerder genoemde EEG richtlijn die een toegestane spreiding van 20% aangeeft voor de analyse van referentiemonsters met gehalten tussen 1 en 10 $\mu\text{g/kg}$.

Over 1990 en 1991 is geen enkele maal een vals negatief resultaat gerapporteerd. Daarentegen werd in totaal vijf maal een vals positief resultaat gerapporteerd voor een blanco monster.

De gerapporteerde gehalten waren echter laag ($< 1,9 \mu\text{g/kg}$). Opvallend is daarbij dat de vals positieve resultaten kort na elkaar gerapporteerd werden namelijk tussen 16/07/1991 en 31/07/1991. Dit is des te meer opvallend omdat vrijwel in de zelfde periode, vanaf 01/08/1991 problemen van vergelijkbare aard optraden voor de controlemonsters voor de bepaling van chlooramfenicol in vlees (zie tabel 8). Mogelijk is er sprake geweest van technische problemen met betrekking tot de koeling van de monsters waardoor bederf is opgetreden.

Uit de resultaten blijkt dat de bepaling van desoxycarbadox in nier zeer correct wordt uitgevoerd door het CL-RVV en dat de toegepaste methode een uitstekende reproduceerbaarheid kent.

3.3 Sulfonamiden

3.3.1 Positieve controlemonsters

In totaal zijn in de jaren 1990 en 1991 2 partijen positieve controlemonsters voor de bepaling van sulfonamiden in vlees aangemaakt. De resultaten van de HPLC analyse zijn gegeven in tabel 27.

Tabel 27: Code, samenstelling en analyseresultaten van positieve controlemonsters voor de bepaling van sulfamethazine in vlees.

Code	Aantal monsters	Gehalte sulfamethazine $\mu\text{g/kg}$	Analyseresultaten CL-RVV	
			positief	negatief
SFM ref. 2	25	7,6	25	0
SFM ref. 3	50	11,6	50	0

Uit de resultaten blijkt dat het aantonen van 10 $\mu\text{g/kg}$ sulfamethazine in vlees met de toegepaste methode geen problemen oplevert.

In alle gevallen werd voor een monster met een gehalte van circa 10 $\mu\text{g/kg}$ een positief resultaat gevonden.

3.3.2 Onbekende controlemonsters

De onbekende controlemonsters werden per zending gevarieerd in samenstelling voor wat betreft het aantal sulfonamiden en in concentratie.

Samenstelling en resultaten zijn gegeven in tabel 28 t/m 30.

Tabel 28: Resultaten van de analyse door het CL-RVV en de samenstelling van onbekende controlemonsters voor de bepaling van sulfonamiden: aanmaakdatum 1989-06-05.

Code	Datum analyse	Verwacht gehalte*	Resultaat CL-RVV
SFM-VL-10	12-01-'90	D	mislukt
SFM-VL-11	15-01-'90	E	negatief
SFM-VL-12	19-01-'90	E	negatief
SFM-VL-13	22-01-'90	D	SDX
SFM-VL-14	16-02-'90	E	negatief
SFM-VL-15	22-02-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-16	23-02-'90	D	SDX
SFM-VL-17	16-03-'90	B	SD,SDD,SDX,SQX
SFM-VL-18	22-03-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-19	26-03-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-20	29-03-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-21	17-04-'90	C	SD,SDX
SFM-VL-22	19-04-'90	E	negatief
SFM-VL-23	20-04-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-24	07-05-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-25	10-05-'90	D	SDX
SFM-VL-26	11-05-'90	E	negatief
SFM-VL-27	16-05-'90	D	SDX
SFM-VL-28	15-06-'90	E	negatief
SFM-VL-29	18-06-'90	B	SD,SDX
SFM-VL-30	20-06-'90	D	mislukt
SFM-VL-31	22-06-'90	A	SD,SDD
SFM-VL-32	09-07-'90	D	SDX
SFM-VL-33	10-07-'90	B	SD,SDX
SFM-VL-34	23-07-'90	B	SD,SDX
SFM-VL-35	25-07-'90	C	SDD,SDX
SFM-VL-36	10-08-'90	C	SDD,SDM
SFM-VL-37	17-08-'90	B	mislukt
SFM-VL-38	23-08-'90	C	SDD,SDM

* Samenstelling:

- A - 8 µg/kg sulfadiazine (SD); 6 µg/kg sulfamethazine (SDD)
- B - 8 µg/kg sulfadiazine (SD); 14 µg/kg sulfadimethoxine (SDM);
20 µg/kg sulfadoxine (SDX); 5 µg/kg sulfaquinoxaline (SQX)
- C - 12 µg/kg sulfamethazine (SDD); 14 µg/kg sulfadimethoxine (SDM)
- D - 20 µg/kg sulfadoxine (SDX)
- E - blanco.

Tabel 29: Resultaten van de analyse door het CL-RVV en de samenstelling van onbekende controlemonsters voor de bepaling van sulfonamiden; aanmaakdatum 1990-09-05.

Code	Datum analyse	Verwacht gehalte*	Resultaat CL-RVV
SFM-VL-39	19-09-'90	B	SDD, SDX
SFM-VL-40	20-09-'90	C	SD,SDD,SDX
SFM-VL-41	21-09-'90	D	negatief
SFM-VL-42	08-10-'90	A	SDX
SFM-VL-43	12-10-'90	D	negatief
SFM-VL-44	15-10-'90	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-45	02-11-'90	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-46	05-11-'90	D	negatief
SFM-VL-47	12-11-'90	D	negatief
SFM-VL-48	11-12-'90	B	SDD,SDX
SFM-VL-49	17-12-'90	C	SD,SDD,SDX
SFM-VL-50	18-12-'90	C	SD,SDD,SDX
SFM-VL-51	07-01-'91	A	SDX
SFM-VL-52	10-01-'91	C	SD,SDD,SDX
SFM-VL-53	11-01-'91	C	SD,SDD,SDX
SFM-VL-54	17-01-'91	E	mislukt
SFM-VL-55	07-02-'91	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-56	12-02-'91	D	negatief
SFM-VL-57	13-02-'91	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-58	11-03-'91	B	SDD,SDX
SFM-VL-59	14-03-'91	A	SDX
SFM-VL-60	15-03-'91	A	SDX
SFM-VL-61	05-04-'91	B	SDD,SDX
SFM-VL-62	10-04-'91	A	SDX
SFM-VL-63	15-04-'91	C	SD,SDD,SDX/SDM
SFM-VL-64	25-04-'91	D	negatief
SFM-VL-65	08-05-'91	C	SD,SDD,SDX/SDM
SFM-VL-66	13-05-'91	B	SDD,SDX
SFM-VL-67	30-05-'91	A	SDX/SDM
SFM-VL-68	24-06-'91	A	SDX
SFM-VL-69	25-06-'91	A	SDX/SDM
SFM-VL-70	27-06-'91	B	SDD,SDX
SFM-VL-71	11-07-'91	D	negatief
SFM-VL-72	18-07-'91	E	SD,SDD,SDX/SDM
SFM-VL-73	19-07-'91	D	negatief
SFM-VL-74	05-08-'91	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-75	16-08-'91	E	SD,SDD,SDX
SFM-VL-76	19-08-'91	B	SDD,SDX/SDM
SFM-VL-77	12-09-'91	B	SDD,SDX/SDM
SFM-VL-78	23-09-'91	C	SD,SDD,SDX/SDM

* Samenstelling:

- A - 5 µg/kg sulfadoxine (SDX)
- B - 10 µg/kg sulfamethazine (SDD); 10 µg/kg sulfadoxine (SDX)
- C - 10 µg/kg sulfadiazine (SD); 10 µg/kg sulfamethazine (SDD);
15 µg/kg sulfadimethoxine (SDM); 5 µg/kg sulfadoxine (SDX)
- D - blanco
- E - 15 µg/kg sulfadiazine (SD); 10 µg/kg sulfamethazine (SDD);
10 µg/kg sulfadimethoxine (SDM).

Tabel 30: Resultaten van de analyse door het CL-RVV van onbekende controlemonsters voor de bepaling van sulfonamiden; aanmaakdatum 1991-05-24.

Code	Datum analyse	Verwacht gehalte*	Resultaat CL-RVV
SFM-VL-79	26-09-'91	A	SD,SDD
SFM-VL-80	10-10-'91	E	negatief
SFM-VL-81	14-10-'91	E	negatief
SFM-VL-82	25-10-'91	B	mislukt
SFM-VL-83	25-10-'91	A	SD,SDD
SFM-VL-84	08-11-'91	C	SDX
SFM-VL-85	14-11-'91	E	negatief
SFM-VL-86	15-11-'91	B	negatief
SFM-VL-87	20-11-'91	D	SDD,SDM/SDX
SFM-VL-88	21-11-'91	C	SDM/SDX
SFM-VL-89	22-11-'91	A	SD,SDD
SFM-VL-90	25-11-'91	B	negatief
SFM-VL-91	26-11-'91	D	SDD,SDM/SDX
SFM-VL-92	28-11-'91	E	negatief
SFM-VL-93	02-12-'91	A	SD,SDD
SFM-VL-94	05-12-'91	C	SDM/SDX
SFM-VL-95	06-12-'91	B	negatief
SFM-VL-96	09-12-'91	D	SDD,SDM/SDX
SFM-VL-97	10-12-'91	A	SDD
SFM-VL-98	16-12-'91	C	SDM/SDX
SFM-VL-99	17-12-'91	D	SDD,SDM/SDX

* Samenstelling:

- A - 5 µg/kg sulfadiazine (SD); 10 µg/kg sulfamethazine (SDD)
- B - blanco
- C - 20 µg/kg sulfadoxine (SDX)
- D - 5 µg/kg sulfamethazine (SDD); 20 µg/kg sulfadimethoxine (SDM)
- E - blanco

Uit de resultaten van de onbekende controlemonsters blijkt dat het CL-RVV de analysemethode zeer correct uitvoert. De resultaten tonen aan dat het mogelijk is een combinatie van sulfonamiden met concentraties van circa 10 µg/kg aan te tonen. Alleen sulfadoxine (SDX) en sulfadimethoxine (SDM) blijken op de dunne laag plaat vrijwel samen te vallen. Dit is echter van minder belang omdat het hier gaat om een screeningsmethode. Uit de resultaten blijkt overigens ook dat de schatting van gehalten op basis van de dunne laag gegevens zeer dicht in de buurt komt van het gedoseerde gehalte.

CONCLUSIES

De analyses van chlooramfenicol, desoxycarbadox en sulfonamiden in het kader van het Nationaal Plan Overige Stoffen, het VREK programma en de Vleeskeuringswet worden door het CL-RVV correct uitgevoerd. Gelet op de kwaliteit van de resultaten moet het mogelijk zijn om de frequentie van de analyse van controlemonsters op termijn aan te passen. De manier van aanpak, namelijk het aanleveren van diepgevroren monsters blijkt goed te voldoen.

Aan de EEG normen voor de herhaalbaarheid van de analyse van referentiemonsters wordt duidelijk voldaan.

LITERATUUR

Aerts M.M.L., Keukens H.J., Werdmuller G.A.; J. Assoc. Off. Anal. Chem. 72, nr. 4 (1989) pag. 570-576.

Binnendijk G.M., Aerts M.M.L., Keukens H.J.; J. Chromatogr, 541 (1991) 401-410.

ISO 5725: 1986-09-15

RSV (RIKILT Standaard Voorschrift)

A0402: Vlees - Bepaling en/of bevestiging van chlooramfenicol - HPLC - UV of UV/Vis Diode Array detectie.

A0531: Varkensvlees, lever en nier - Bepaling van carbadox en desoxycarbadox - HPLC

A0644: Vlees - Screening van sulfonamiden en dapson - HPTLC.

Publicatieblad van de Europese Gemeenschap; 32ste jaargang, nr. L351 dd. 2 december 1989; richtlijn 89/610/EEG.