

VERSLAG 81.34

Pr.nr. 202.2010

1981-04-26

Samenvatting resultaten van het onderzoek van diverse producten en op de aanwezigheid van perchloorethyleen verricht gedurende de maanden maart en april.

Voorgaande verslagen: Tussentijdse verslagen dd. 1981-03-04 en 1981-03-10

Lab. Contaminanten

1981-04-06

VERSLAG 81.34

Pr.nr. 202.2010

Project: Onderzoek monsters diervoeders en grondstoffen in opdracht van AID.

Onderwerp: Samenvatting resultaten van het onderzoek van diverse producten op de aanwezigheid van perchloorethyleen verricht gedurende de maanden maart en april.

Voorgaande verslagen: Tussentijdse verslagen dd. 1981-03-04 en 1981-03-10

Doel:

Een overzicht te geven van de analyseresultaten van een door de AID opgezet inventarisatieonderzoek naar het perchloorethyleengehalte in veevoedergrondstoffen. Het heeft mede ten doel aan te geven in hoeverre de gestelde tolerantie, 50 microgram per kg, voor destructievetten en melen van dierlijke oorsprong op dit moment nog overschreden wordt. Aangeven in hoeverre ook dierlijke vetten perchloorethyleen bevatten.

Samenvatting:

Voor nederlandse destructievetten en diermelen blijkt het gehalte aan perchloorethyleen de tolerantie zelden te overschrijden. Importproducten, vooral destructievetten, blijken daarentegen meestal hoeveelheden perchloorethyleen te bevatten die de tolerantie ver te boven gaan.

In dierlijke vetten wordt een geringe hoeveelheid perchloorethyleen aangetroffen.

Conclusie:

De tolerantie, 50 microgram per kg, is voor nederlandse producten goed haalbaar.

Verantwoordelijk: ir L.G.M.Th. Tuinstra *15*

Medewerkers/Samenstellers: H.J. Keukens, J.J.M. Driessen *15*

1. Monstername

De monstername is verricht door de controleurs van de Algemene Inspectie Dienst in Eygelshoven en voor de dierlijke vetten door de Veeartsenijkundige Dienst.

2. Algemeen

De AID monsters zijn opgesplitst in twee groepen te weten:

I Veevoedergrondstoffen

II Mengvoerders.

De eerste groep is als volgt onderverdeeld:

a. Importproduct*

A. Destructievetten

b. Nederlands product

I Veevoedergrondstoffen

a. Importproduct*

B. Melen van dierlijke oorsprong

b. Nederlands product

* Voorzover dit aan de hand van het relaas te achterhalen was.

Mengvetten zijn aangegeven onder importproduct.

Aansluitend wordt nog een opsomming gegeven van eigen onderzoek verricht in vetmonsters genomen in het kader van het VREK-programma.

De monsters zijn geanalyseerd volgens de in de bijlage gegeven RIKILT methode (intern voorschrift F 60).

3. Resultaten

I Veevoedergrondstoffen

A Destructievetten

a. Importdestructievet

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14272	130
14448	100
14487	420

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14488	2100
14562	190
14565	32
14566	100
14567	1600
14568	49
14569	1300
14652	1930
14654	3100
14819	1,1
14820	3,7
14824	61
14941	360
14943	3,1
14944	62
15043	360
15044	940
15046	3,8
15047	3600
15048	900
15157	250
15160	60
15270	1300
15271	270
15368	2,7
15369	300
15592	150
15682	190
15684	2800
15747	110
15918	130
16203	54
16293	77
16420	105

b. Nederlands destructievet

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14655	0,12
14656	<0,03

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14657	<0,03
14658	<0,03
14659	<0,03
14660	<0,03
14662	<0,03
14663	<0,03
14821	<0,03
14942	<0,03
15045	0,38
15159	<0,03

B. Melen van dierlijke oorsprong

a. Importproducten

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Product</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14563	diermeel	1,4
14564	diermeel	590
14653	diermeel	0,93
15374	beendermeel	1,4
15375	beendermeel	<0,005
80438	bloedmeel	0,80
80443	diermeel	<0,005
80448	diermeel	<0,005
80453	diermeel	0,007
80458	diermeel	0,008
80463	diermeel	0,009
80468	diermeel	0,006
80473	diermeel	0,04
80478	diermeel	0,02
80483	diermeel	0,07
80488	diermeel	0,02
15925	vleesbeendermeel	0,15
80493	vismeeel	0,50
80498	diermeel	0,02
80503	vismeelpellets	0,08

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Product</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
80517	vismee1	0,01
80522	diermee1	0,01
80527	diermee1	0,04
80532	vismee1	0,06
80594	bloedmee1	0,005
80599	diermee1	0,01
80609	diermee1	0,02
80614	diermee1	0,06
80619	diermee1	0,005
80624	diermee1	0,41
80629	diermee1	0,65
80634	diermee1	0,44
80639	diermee1	65
80644	diermee1	5,0
80649	diermee1	0,03
80654	diermee1	0,06
80664	diermee1	1,3
80674	diermee1	11.719
80679	diermee1	1,5
80698	diermee1	0,72
80704	diermee1	0,05
80709	diermee1	0,07

b. Nederlandse producten

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Product</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
14486	diermee1	<0,005
14661	diermee1	<0,005
15158	diermee1	<0,005

II Mengvoeders

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
15059	0,79
15060	0,67

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
15278	0,32
15279	0,15
15280	11
15281	0,07
15282	1,1
15283	0,12

Opmerking

Onder nederlandse destructievetten of diermelen treft men alleen die resultaten aan van monsters waarvan duidelijk vast te stellen was dat het inderdaad onvermengde, nederlandse producten betrof.

4. Conclusies

- De onderzochte importdestructievetten overschrijden alle de gestelde tolerantie.
- Nederlandse destructievetten overschrijden de tolerantie een enkele keer en dan in veel mindere mate.
- In melen van dierlijke oorsprong, zowel import als nederlands product, blijkt het perchloorethyleengehalte, een enkele uitzondering daar gelaten, aanzienlijk lager dan in de geïmporteerde destructievetten. Toch zou er in ca. 30 procent van de onderzochte monsters nog sprake zijn van een tolerantieoverschrijding.

Resultaten perschloorethyleen onderzoek monsters vet genomen in het kader van het VREK-programma

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Product</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
12028	kalfsvet	0,05
12029	kalfsvet	0,07
12370	kalfsvet	0,04
12371	kalfsvet	0,08
12563	kalfsvet	0,06
12567	kalfsvet	0,06
12032	rundvet	0,06
12035	rundvet	0,05
12365	rundvet	0,06
12406	rundvet	0,06

<u>RIKILT-nr.</u>	<u>Product</u>	<u>Gehalte in mg/kg</u>
12562	rundvet	0,09
12566	rundvet	0,05
11965	varkensvet	0,08
11968	varkensvet	0,11
11969	varkensvet	0,10
12211	varkensvet	0,10
12214	varkensvet	0,05

Verzendlijst: Van Doesburgh, Sectorchefs, Contaminanten (5x), VKA dhr.
Mo1 (20x), AID Eyselshoven dhr. v. Dijk (4x), V.D.

Ke/W

Intern analysevoorschrift F 60

De bepaling van perchloorethyleen in
vetten van dierlijke en plantaardige
oorsprong, totaalvoeder, diermeel, eieren
en vlees.

Afdeling Contaminanten.

1e oplage (1981-03-13)

Afdeling Contaminanten

Intern Analysevoorschrift F 60

1e oplage (1981-03-13)

De bepaling van perchloorethyleen in vetten van dierlijke en plantaardige oorsprong, totaalvoeder, diermeel, eieren en vlees.

1. Doel en toepassingsgebied

Perchloorethyleen wordt soms toegepast in het productieproces van beender of diermeel om vetten uit kadavers te extraheren. Het vet, het beender- en/of diermeel kunnen gebruikt worden als grondstoffen voor veevoeder. Restanten perchloorethyleen kunnen met behulp van dit voorschrift bepaald worden in diermeel, vetten, totaalvoeder, eieren en vlees. De recovery is voor de diverse producten beter dan 90%. De detectiegrens is in alle gevallen lager dan 50 ppb (zie opm. 8.1).

2 Principe

Het vet wordt uit het product geextraheerd met pentaan. Van de pentaanfractie wordt een gedeelte gezuiverd over aluminiumoxide waarna perchloorethyleen gaschromatografisch bepaald wordt met behulp van een elektronen invangdetector (EC).

3 Reagentia

3.1 Pentaan, gedestilleerd.

Controleer de pentaan op zuiverheid door injectie van 1 ul in de gebruikte gaschromatograaf. Bij de gewenste versterking mogen er in het chromatogram geen pieken voorkomen die interfereren met perchloorethyleen (zie opm. 8.2).

3.2 Aluminiumoxide basisch (Woelm) activiteit 1.

Desactiveer de aluminiumoxide met 9% gedemineraliseerd water (w/w).

3.3 Kwartsglaswol, minimaal 24 uur uitgestookt bij 135°C in een droogstoof ter verwijdering van EC-storende bestanddelen.

- 3.4 Natriumsulfaat watervrij.
- 3.5 Standaard perchloorethyleen.
Maak met behulp van pentaan een oplossing die een concentratie heeft van 0,01 ug perchloorethyleen per ml.

4 Glaswerk + apparatuur

- 4.1 Medicijnflesjes 100 ml met schroefdop en teflon inlage.
- 4.2 Chromatografiebuizen.
Inwendige diameter 0,65-0,70 cm voorzien van een vloeistofreservoir. Lengte: 30 cm.
- 4.3 Schudmachine.
- 4.4 Waring Blendor.
- 4.5 Soxhlet apparatuur zonder overloopmechanisme.
- 4.6 Verwarmd zandbad.
- 4.7 Gaschromatograaf b.v. Tracor 550.
Kolom: Teenax GC 60-80 Mesh; inwendige diameter 3 mm; lengte 1,80 meter.
Detector: Electroneninvangdetector.

5 Werkwijze

5.1 Extractie

5.1.1 Vetten.

Weeg 1 g van het gehomogeniseerde monster af in een maatcilinder van 25 ml. Los het vet op in pentaan. Vul aan naar 20 ml met pentaan en meng.

5.1.2 Diermeel, beendermeel, totaal voeders.

Weeg 5 g van het gemalen monster af in een medicijnflesje van 100 ml. Voeg 25 ml pentaan toe, schud 30 minuten op een schudmachine (zie opmerking 8.3). Laat vaste deeltjes bezinken.

5.1.3 Eieren.

Scheid de dooier van het eiwit. Weeg zowel dooier als eiwit. Verwrijf de dooier met natriumsulfaat tot een droog poeder verkregen is. Breng dit mengsel in een glazen soxhletextractiehuls waarin zich een prop glaswol bevindt. Sluit de huls ook aan de bovenkant af met glaswol. Extraheer 3 uur met behulp van pentaan in een soxhlet. Spoel de pentaanfase via natriumsulfaat over in een maatkolf van 200 ml met pentaan, vul aan en meng.

5.1.4 Vlees.

Breng 50 g product in een Waring Blendor. Marcereer zo lang tot een homogeen monster is verkregen. Verwrijf hiervan 10 g met natriumsulfaat. Werk verder volgens 5.1.3 vanaf "Breng dit mengsel ...", maar spoel over in een maatkolf van 100 ml.

5.2 Clean-up

Vul een chromatografiëbuis waarin zich een propje kwartsglaswol bevindt met 2 g gedesactiveerde aluminiumoxide 9% H₂O, spoel met 5 ml pentaan en verwerp deze fractie. Plaats een maatcilinder van 5 ml onder de kolom en breng 1 ml van het extract verkregen volgens 5.1 op de kolom. Elueer achtereenvolgens met 1 en 2 ml pentaan. Breng deze hoeveelheden pentaan op de kolom als het vloeistoffront de bovenzijde van de aluminiumoxide juist bereikt heeft.

Damp het eluaat in tot 2,0 ml op een zandbad van 40°C met behulp van een zachte stikstofstroom (zie opm. 8.4).

6 Gaschromatografische condities

6.1 Gasinstellingen

Draaggas/purge: argon-methaan.
Flow door de kolom: 50 ml/min.
Purge: 10 ml/min.

6.2 Temperatuurinstellingen

Injector: 170°C.
Detector: 320°C.
Kolomoven: 170°C.

6.3 Gevoeligheid

De absolute gevoeligheid voor perchloorethyleen bedraagt ca. 1,7 x 10⁻¹⁴ g sec⁻¹.

Bij een 1 mV recorder moet 15 pg ongeveer een halve schaal uitslag veroorzaken.

7 Identificatie en berekening

Injecteer 1 ul van het extract verkregen volgens 5.2 op de kolom. Doe dit ook met de zuivere standaard perchloorethyleen (zie 3.5). Identificatie vindt plaats aan de hand van de retentietijd van de zuivere standaard (zie opm. 8.5), quantificatie aan de hand van de hoogte c.q. het oppervlak van het monster ten opzichte van de standaardpiek.

8 Opmerkingen

8.1 De detectiegrenzen zijn:

- vetten 25 ppb op productbasis
- diermeel 5 ppb op productbasis
- eieren 5 ppb op heeleibasis
- vlees 5 ppb op productbasis.

8.2 Het is noodzakelijk bij iedere serie monsters een blanco chemicaliën te analyseren.

8.3 Voeg aan zeer eiwitrijke producten 5 ml gedemineraliseerd water toe.

8.4 Bij een te hoge stikstofstroom of te hoge temperatuur bestaat de mogelijkheid dat er verliezen optreden aan perchloorethyleen.

8.5 Bevestiging is mogelijk met behulp van een capillaire CP-Sil 5 of SE-30 kolom. De kolomoven wordt op 40°C gebracht. Injecteer splitloos 1 ul op de kolom. Wacht vier minuten en verhoog daarna de temperatuur van de kolom snel, 40°C/min., tot 220°C.

Verantwoordelijk: de scheikundige ir L.G.M.Th.Tuinstra^o

Samensteller : H. Keukens⁴⁰

cc: afd.normalisatie, bibliotheek (15x), Buizer, afd.Contaminanten(3x)
Produktschap voor Veevoeder (25x)

Ke/W

F60.4

INJECTIE 1: 1 µL. BLAND CHEMICALIËN.

INJECTIE 2: 1 µL. STAND. PERCHLORETHYLEEN 0,01 µg/mL.

INJECTIE 3: 1 µL. MONSTER VET ; 5 mg/mL.

GASCHROMATOGRAAF: TRACEOR
550

KOLON: TEENAX GC: 60-30 M.

OVEN: 170°C

IN2: 170°C

DETECTOR: 320°C

