

# **RESIDUEN VAN DESINFECTANTIA IN IJS, GESLAGEN ROOM EN VLEES**

**K.M. Jonker**

**Voedsel en Waren Autoriteit  
Afdeling Laboratorium VP**

**Postbus 202  
7200 AE Zutphen  
tel: 0575 - 588100  
fax: 0575 - 588200  
E-mail: [OT@vwa.nl](mailto:OT@vwa.nl)**

**Oktober 2005**

## **INHOUD**

<b>Samenvatting</b>	<b>3</b>
<b>Trefwoorden</b>	<b>3</b>
<b>1. Inleiding</b>	<b>4</b>
<b>2. Materialen en methoden</b>	<b>4</b>
<b>2.1 Materialen</b>	<b>4</b>
<b>2.2 Methoden</b>	<b>4</b>
<b>3. Resultaten</b>	<b>4</b>
<b>4. Discussie</b>	<b>5</b>
<b>5. Conclusie</b>	<b>6</b>
<b>6. Literatuur</b>	<b>6</b>

## **SAMENVATTING**

In levensmiddelenbedrijven wordt regelmatig gebruik gemaakt van desinfectiemiddelen, zoals chloorisocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen (quats) en chlooramine-T. Na het desinfecteren dient grondig nagespoeld te worden met schoon water om het desinfectiemiddel te verwijderen en zo te voorkomen dat restanten in eetwaren komen. Residuen van desinfectiemiddelen kunnen bij inname door de mens schadelijk zijn voor de gezondheid. In de Regeling residuen van bestrijdingsmiddelen (Warenwet) zijn derhalve eisen gesteld aan het gehalte van residuen van desinfectiemiddelen, waaronder isocyanuurzuur, quats en p-TSA (het omzettingproduct van chlooramine-T) in voedingsmiddelen.

Toen met het beschikbaar komen van een LC-MS/MS een begin gemaakt werd met het onderzoek naar residuen van quaternaire ammoniumverbindingen werden vele overschrijdingen van de norm vastgesteld. Omdat niet duidelijk was of dit het gevolg was van een onjuist gebruiksvoorschrift of onzorgvuldig naspoelen door de gebruikers, werd besloten om gedurende een bepaalde periode niet op te treden tegen overschrijdingen van minder dan 10 x de norm. Inmiddels worden weer maatregelen genomen bij overschrijding van de norm.

In de periode van 1 juni t/m 15 juli 2005 zijn door de VWA/Keuringsdiensten van Waren 292 monsters ijs, geslagen room en vleeswaren genomen en onderzocht op isocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen en p-TSA met een vastgestelde LC-MS/MS methode.

Overschrijdingen van de norm voor quats werden gevonden in 14 (4,8%) van de monsters en voor p-TSA in 5 (1,7%) van de monsters. Overschrijdingen van de norm voor isocyanuurzuur werden niet gevonden. De hoogste overschrijdingen (tot 20 x de norm) werden gevonden in geslagen room. Hierin werden ook de meeste (17%) overschrijdingen van de norm voor quats gevonden.

Uit de resultaten van het huidige onderzoek ontstaat de indruk dat er een lichte verbetering is opgetreden wat betreft te hoge residuen van quats en dat voor p-TSA het aantal overschrijdingen op hetzelfde niveau is gebleven als bij eerder onderzoek.

Betere gebruiksvoorschriften, meer aandacht voor het naspoelen en optreden tegen overschrijdingen van de norm zullen moeten leiden tot verdere vermindering van te hoge residuen van desinfectiemiddelen, waaronder quats, in levensmiddelen.

## **TREFWOORDEN**

Isocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen, p-TSA, ijs, geslagen room, vleesproducten.

## 1 INLEIDING

Voor een goede hygiënische bedrijfsvoering is het ontsmetten van bereidplaats en apparatuur beslist noodzakelijk. Hiervoor staat een aantal desinfectiemiddelen zoals chloor-isocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen (quats) en chlooramine-T ter beschikking. Na het desinfecteren dient grondig nagespoeld te worden met schoon water om het desinfectiemiddel te verwijderen en zo te voorkomen dat restanten in eetwaren komen. In de Regeling residuen van bestrijdingsmiddelen (Warenwet) (6.1) zijn maximaal toegelaten gehalten aan residuen van deze desinfectantia opgenomen en daarom wordt door de Voedsel en Waren Autoriteit (VWA) onderzoek verricht naar de aanwezigheid van residuen van de eerder genoemde desinfectantia in levensmiddelen. De maximaal toegelaten gehalten bedragen voor isocyanuurzuur 1 mg/kg, voor para-tolueensulfonzuur (p-TSA), het omzettingsproduct van chlooramine-T, 0,1 mg/kg en voor quats (uitgedrukt als cetyltrimethylammoniumchloride) 0,5 mg/kg. Met de ingebruikname van meetapparatuur voor vloeistofchromatografie met massaspectrometrische detectie (LC-MS/MS) kwamen gevoelige methoden beschikbaar voor de bepaling van deze desinfectantia.

Bij eerder onderzoek is gebleken dat residuen van desinfectantia en in het bijzonder van quaternaire ammoniumverbindingen vooral in geslagen room, maar ook in ijs en vleesproducten in te hoge gehalten kunnen voorkomen (6.6 – 6.8) als gevolg van onvoldoende naspoelen na desinfectie. Dit onderzoek werd uitgevoerd om een indruk te krijgen van de huidige stand van zaken.

## 2 MATERIALEN EN METHODEN

### 2.1 Materialen

In de periode van 1 juni t/m 15 juli 2005 zijn door de VWA/Keuringsdiensten van Waren per dienst ca. 60 monsters ijs, geslagen room en vleeswaren genomen. In totaal werden 292 monsters genomen en onderzocht op isocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen en p-TSA. De monsters werden aangeleverd bij VWA/KWV Oost, waar het onderzoek werd uitgevoerd.

### 2.2 Methoden

Voor onderzoek op isocyanuurzuur en p-TSA werd gebruik gemaakt van de LC-MS methode (6.5). Voor onderzoek op quaternaire ammoniumverbindingen werd de eerder gepubliceerde, gevalideerde methode gebruikt (6.2 – 6.4). De monsters werden geëxtraheerd met aangezuurde acetonitril. Vervolgens werden de extracten onderzocht op quaternaire ammoniumverbindingen met behulp van vloeistofchromatografie met massaspectrometrische detectie (LC/MS). Voor alle onderzochte stoffen lag de aantoonbaarheidsgrens lager dan éénvijfde maal de norm.

## 3 RESULTATEN

Tabel 1 geeft een overzicht van het aantal onderzochte monsters en per desinfectans het aantal monsters waarin het desinfectans kon worden aangetoond, het aantal monsters boven de norm en het aantal maatregelen. Isocyanuurzuur werd slechts in 5 van de 292 monsters aangetoond. De gehalten lagen ruim onder de norm. Bij dit onderzoek naar desinfectantia werden gehalten boven 10 x de norm alleen gevonden in geslagen room (quats: 6,2%, p-TSA: 1,5%). De hoogste overschrijding was zowel voor de quats als voor p-TSA ongeveer gelijk aan 20 x de norm. In alle gevallen werd bij overschrijding van de norm een maatregel genomen.

**Tabel 1. Resultaten onderzoek van levensmiddelen op isocyanuurzuur, quaternaire ammoniumverbindingen en p-TSA**

	Aantal	Isocyanuurzuur			Quaternaire aminen			p-TSA		
		Aanwezig	> norm	Maatregel	Aanwezig	> norm	Maatregel	Aanwezig	> norm	Maatregel
Ijs	116	4	0		18	1	SW	2	1	SW
Melkijs	1				1	0		1	0	
Milkshake	3				1	0		1	0	
Roomijs	2									
Waterijs	1									
Yoghurtijs	2									
Geslagen room	65				30	11	2 SW, 9 BR	4	1	BR
Slagroomgebak	3				1	0				
Puddinggebak	1									
Filet americain	5				2	0				
Gehakt	50				8	1	SW	2	2	2 SW
Gehakt gekruid	2									
Tartaar	22				4	1	SW			
Saucijs	4				1	0		1	1	SW
Vlees	10	1	0		4	0				
Vlees gekruid	4				4	0				
Vleeswaar	1									
<b>Totaal</b>	<b>292</b>	<b>5</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>74</b>	<b>14</b>	<b>14</b>	<b>11</b>	<b>5</b>	<b>5</b>

#### 4 DISCUSSIE

Toen met het beschikbaar komen van een LC-MS/MS een begin gemaakt werd met het onderzoek naar residuen van quaternaire ammoniumverbindingen werden vele overschrijdingen van de norm vastgesteld. Omdat niet duidelijk was of dit het gevolg was van een onjuist gebruiksvorschrift of onzorgvuldig naspoelen door de gebruikers, werd besloten om gedurende een bepaalde periode niet op te treden tegen overschrijdingen van minder dan 10 x de norm. Inmiddels worden weer maatregelen genomen bij overschrijding van de norm.

In ruim 25 procent van de monsters werden residuen van quats gevonden, terwijl dit voor p-TSA bijna 4 procent was. Voor p-TSA is dit duidelijk minder dan bij vorige onderzoeken. Omdat gehalten ruim onder de norm niet altijd geregistreerd zijn, wil dit niet zeggen dat quats en p-TSA in deze verhouding gebruikt worden.

Uit de resultaten van dit onderzoek blijkt dat in bijna 5 procent van de op quats onderzochte monsters de norm werd overschreden. Bij een eerder uitgevoerd uitgebreider onderzoek (6.8) was dit ruim 8 procent. Voor p-TSA was dit bijna 2 procent, ongeveer gelijk met het eerder uitgevoerde onderzoek. Het hogere percentage voor quats ten opzichte van p-TSA wordt waarschijnlijk veroorzaakt doordat resten van quats moeilijker te verwijderen zijn dan resten van p-TSA, dus ten gevolge van onvoldoende naspoelen.

Evenals in eerdere onderzoeken worden in geslagen room de meeste overschrijdingen voor quats gevonden. Het percentage afwijkingen (17% versus 23-29%) is wel lager dan bij eerdere onderzoeken.

## 5 CONCLUSIE

De vele overschrijdingen van de norm voor quats in geslagen room vormen nog steeds een reden van zorg en deze zullen verder teruggebracht moeten worden. Incidentele hoge gehalten van desinfectantia, zoals hier gevonden voor p-TSA in geslagen room, kunnen altijd voorkomen en zijn een reden om regelmatig voedingsmiddelen te onderzoeken op residuen van quats en p-TSA. Gebruikers zullen door de leverancier van quats moeten worden voorzien van een correct gebruiksvoorschrift. Beter gebruiksvoorschriften, meer aandacht voor het naspoelen en optreden tegen overschrijdingen van de norm zullen moeten leiden tot verdere vermindering van te hoge residuen van desinfectiemiddelen, waaronder quats, in levensmiddelen.

## 6 LITERATUUR

- 6.1 *Regeling residuen van bestrijdingsmiddelen, Bijlage II.* Staatscourant 54, 31 januari 1984
- 6.2 M. van Bruijnsvoort, J. Rooselaar, A.G. Stern and K.M. Jonker. 2004. *Determination of quaternary ammonium disinfectants in food products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry.* J. AOAC Int. 87: 1016-1020.
- 6.3 Jonker, K.M. en Rooselaar, J. 2003. *Bepaling van quaternaire ammoniumverbindingen in ijs, melk en gehakt met behulp van vloeistofchromatografie met tandem massa spectrometrie.* De Ware(n)-Chemicus 33: 45-52.
- 6.4 SOP CHE01-WV102. 2004. *Bepaling van quaternaire ammoniumverbindingen en p-tolueensulfonamide in ijs, geslagen room, pudding, babyvoeding en gehakt met behulp van LC-MS/MS.* VWA/Keuringsdienst van Waren.
- 6.5 SOP CHE01-OT457. 2003. *Bepaling van isocyanuurzuur en p-tolueensulfonamide in milkshake, ijs, slagroom en gehakt met behulp van LC-MS/MS.* VWA/Keuringsdienst van Waren.
- 6.6 Jonker, K.M., Rooselaar, J. en Ottink, S.J.M. 2003. *Onderzoek naar quaternaire ammoniumverbindingen in ijs en geslagen room.* De Ware(n)-Chemicus 33: 53-55.
- 6.7 Jonker, K.M., Rooselaar, J. en Ottink, S.J.M. 2003. *Onderzoek naar quaternaire ammoniumverbindingen in vlees en vleesproducten.* De Ware(n)-Chemicus 33: 249-252.
- 6.8 Jonker, K.M. en Wit, B. 2005. *Residuen van p-TSA en quaternaire ammoniumverbindingen in levensmiddelen in de periode 2003/2004.* Rapport VWA/Keuringsdienst van Waren.