

Afdeling Contaminanten            1982-06-25  
VERSLAG 82.52                    Pr.nr. 505.0410

Onderwerp: Bepaling nitraat in kaas.

Verzendlijst: directeur, direktie VKA, sektorhoofd (3x), afd.  
Contaminanten (4x), afd. Normalisatie (Humme),  
Projektbeheer, Projektleider (Traag), Oortwijn, Hollman,  
Elenbaas.



Projekt: Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van  
nitriet, nitraat en nitrosaminen.

Onderwerp: Bepaling nitraat in kaas.

---

Doel:

Het ontwikkelen van een methode voor de bepaling van nitraat in kaas met behulp van vloeistofchromatografie en U.V. detectie, alsmede het uitvoeren van een voorlopig intern vergelijkend onderzoek met de tot nu toe gebruikte methode n.l. de reductiemethode (1).

Samenvatting:

Nitraat is met deze methode te bepalen tot op het 1 mg/kg niveau. De recovery bedraagt ca. 95% op het 10 mg/kg niveau. Eventueel optredende interferenties kunnen door aanpassing van de zoutconcentratie van het eluens van nitraat gescheiden worden.

De resultaten voor een zestal monsters, verkregen met de vloeistofchromatografische methode en de methode m.b.v. de autoanalyser kwamen goed tot redelijk overeen.

Conclusie:

De ontwikkelde vloeistofchromatografische methode voldoet als bepalingsmethode.

---

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

Medewerker/samensteller: H.J. Keukens *st*

Projectleider: W.A. Traag

### Methode

De ontwikkelde methode, gedeeltelijk gebaseerd op die van Leuenberger et al (2) en Söderhjelm (3), is kortweg hieronder weergegeven.

Een gedeelte van het gehomogeniseerde kaasmonster wordt geëxtraheerd met water. Na centrifugeren wordt een gedeelte van het extract behandeld met Carrez I en II. Na opnieuw centrifugeren wordt een gedeelte geïnjecteerd op het HPLC-systeem. Als kolomvulling wordt Lichrosorb  $\text{NH}_2$  toegepast. Het eluens is een oplossing van kaliumdiwaterstoffosfaat met een pH van 3.

De extinctie wordt gemeten bij een golflengte van 210 nm.

### Resultaten

Met het eluens volgens Leuenberger et al (2), 10 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  opgelost in 1 liter ged. water waarvan de pH op 3 wordt gebracht met fosforzuur, bleek nauwelijks scheiding mogelijk tussen de kaasmatrix en de nitraatpiek (zie fig. 1).

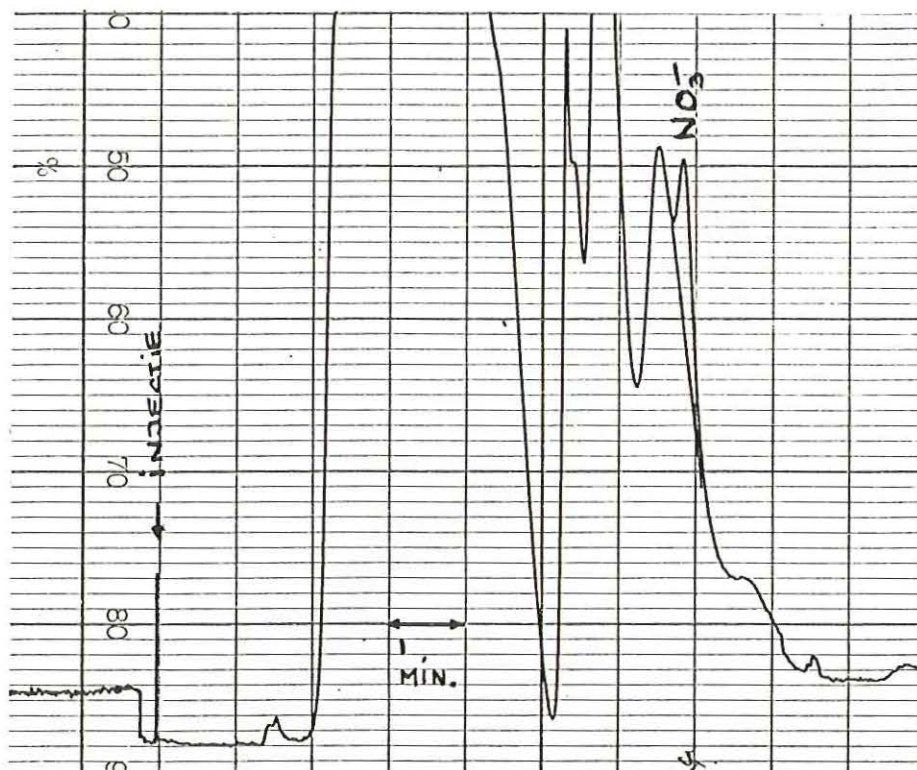


Fig. 1: Monster boerenkaas gechromatografeerd met eluens bevattend 10 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4/1.$ , pH = 3.

Wordt hetzelfde monster gechromatografeerd met als eluens een oplossing van 5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4/1$ . met  $\text{pH} = 3$  dan blijkt  $\text{NO}_3^-$  wel te scheiden van de matrix.

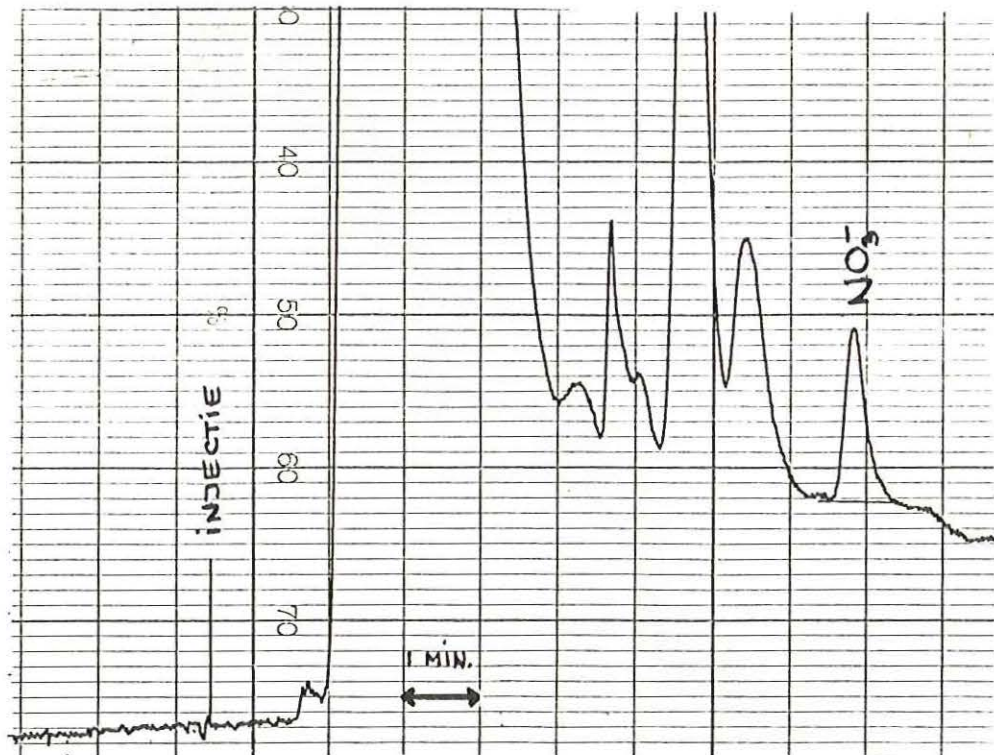


Fig. 2: Zelfde monster kaas als in fig. 1 echter met eluens 5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4/1$ ,  $\text{pH} = 3$ .

Om een indruk te krijgen van de betrouwbaarheid van de resultaten is een zestal monsters boerenkaas geanalyseerd waarvan de gehalten ook bepaald zijn met de autoanalyzer (= reductie methode) (1).

RIKILT-nr.	Gehalte $\text{NO}_3^-$ autoanalyzer	Gehalte $\text{NO}_3^-$ HPLC
15092	12,2	10,6
15112	8,4	8,7
15116	9,2	8,7
15130	30,6	33,7
15132	2,3	< 0,5
15139	10,8	11,3

Het gehalte is uitgedrukt in mg/kg.

De recovery van de HPLC-methode bedroeg 97%.

Opmerking

Het is niet uitgesloten dat door meting bij 210 nm bij andere kaas-  
soorten toch interferenties vanuit de matrix optreden welke niet van  
nitraat te scheiden zijn.

Literatuur

1. Fysische en chemische methoden voor onderzoek Bepaling van het nitriet - nitraatgehalte NEN 3764.
2. Leuenberger U., Gauch R., Rieder K., Baumgartner E.; Journal of Chrom., 202 (1980) 461.
3. Söderhjelm P.; ARLA, Stockholm (concept IDF-methode).