

Afdeling Zware Metalen 1982-12-06
Verslag 82.99 pr.nr. 505.0500

Onderwerp: Uitwisselingsonderzoek voor
de bepaling van lood en cadmium in
suikerbietenpulp.

Verzendlijst: directeur, direktie V.K.A., Afdeling Zware Metalen (6x),
afd. Normalisatie/Harmonisatie (Humme), afd.
Projektbeheer, Huijbregts (IRS)

Projekt: Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van diverse zware metalen en spoorelementen.

Onderwerp: Uitwisselingsonderzoek voor de bepaling van lood en cadmium in suikerbietenpulp.

Doel:

In het kader van een uitwisselingsonderzoek tussen het RIKILT en het IRS nagaan of verschillende methoden van onderzoek voor de bepaling van lood en cadmium in suikerbietenpulp vergelijkbare resultaten opleveren.

Samenvatting:

Met het IRS (Instituut voor Rationele Suikerproduktie) is een ontwikkelingsonderzoek uitgevoerd betreffende de bepaling van lood en cadmium in suikerbietenpulp. Het initiatief daartoe is genomen door het IRS. In verband met de elk jaar in september terugkerende suikerbietencampagne had dit instituut de behoefte aan een goede methode voor de bepaling van cadmium in bovengenoemde produkten.

Conclusie:

De resultaten van het uitwisselingsonderzoek zijn dusdanig dat er op grond van de t-toets geen significant verschil in niveau van de gehalten van lood en cadmium, gevonden door de laboratoria, is aan te tonen. Ook de onderlinge verschillen in gevonden gehalten zijn klein. De verassingsprocedure van het RIKILT verdient de voorkeur boven de natte destructie volgens het IRS omdat enerzijds het gebruik van zuren tot een minimum beperkt blijft en anderzijds de verassingsprocedure veel sneller is.

Verantwoordelijk: drs N.G. van der Veen *AV*

Medewerker(s)/Samensteller(s): drs N.G. van der Veen, H.J. Horstman en
J.P.C. Hovens

Projektleider: drs N.G. van der Veen

1. Inleiding.

Op initiatief van het IRS (Instituut voor Rationele Suikerproductie) werd het RIKILT gevraagd mee te doen aan een uitwisselingsonderzoek voor de bepaling van cadmium in suikerbietenpulp (pulpbrokjes). Op verzoek van het RIKILT werd besloten naast cadmium ook lood mee te nemen in het onderzoek omdat dit element in hetzelfde destruaat bepaald kan worden. Reeds eerder heeft het IRS een uitwisselingsonderzoek op lood uitgevoerd met instituten, gevestigd in Engeland en Duitsland (1). Die resultaten waren bevredigend.

De reden voor dit onderzoek is dat suikerbietenpulp en hiervan afgeleide produkten een essentieel bestanddeel kunnen vormen van dierlijke voedermiddelen (1) en dat het juist daarom van belang is te weten wat de gehalten van toxische elementen in deze voedermiddelen kunnen zijn. Met name geldt dit voor de elementen als lood en cadmium, die via het verkeer of via industriële uitstoot landbouwprodukten kunnen contamineren, hetzij door depositie op de gewassen, hetzij door opname via grond en water.

Elk jaar start omstreeks september de suikerbietencampagne. Om de grote hoeveelheid geogste produkten te kunnen beoordelen op bovengenoemde elementen is het van belang een methode voorhanden te hebben die juiste resultaten oplevert en zo min mogelijk arbeidsintensief is.

2. Experimenteel gedeelte.

2.1 Monstervoorbereiding

De monstervoorbereiding werd uitgevoerd door het IRS (2). Het RIKILT ontving 10 gemalen monsters, verpakt in plastic potten (van ieder monster 4x5 gram).

2.2 Bepaling van lood en cadmium

a. IRS: 5 g monster werd gedurende 72 uur bij kamertemperatuur met salpeterzuur gedestruerd (2). Na afzuigen werd over een papierfilter verdund naar 100 ml 32,5% salpeterzuur. 25 ml van het verkregen destruaat werd na verdunnen tot 100 ml behandeld met waterstofperoxide bij verhoogde temperatuur. Voor verdere details zij verwezen naar de literatuur (1).

De gehalten werden m.b.v. elektrothermische-AAS (grafietoven) gemeten en berekend middels standaardadditie (1).

b. RIKILT: 1 g monster werd afgewogen (tot op 1 mg nauwkeurig) in een kwartskroesje. Toegevoegd werd 2,5 ml magnesiumnitraatoplossing (10 g in 100 ml water) en 2,5 ml 65% salpeterzuur. Op een kookplaat werd ingedampt tot droog. Vervolgens werd de kroes (afgedekt met kwarts deksel) in een moffeloven (voorzien van een kwarts binnenbekleding) gebracht. Er werd geprogrammeerd verast bij een temperatuur oplopend tot 450°C (programmeersnelheid 50°C/uur). Het monster werd gedurende 8 à 9 uur op deze temperatuur gehouden. Er werd met 1 ml salpeterzuur naverast. Indien nodig werd het naverassen herhaald tot de as koolstofvrij was.

Aan de verkregen as werd 0,5 ml 30% zoutzuur toegevoegd en 4,5 ml water, waarna onder eventueel verwarmen de as werd opgelost.

Met behulp van 5 ml natriumacetaat-azijnzuur buffer (102,5 g natriumacetaat, 7,5 g natriumtartraat en 102 g ijsazijn oplossen in 500 ml water en verdunnen tot 1 liter. Indien nodig pH op $4,7 \pm 0,1$ brengen met ijsazijn of ammonia 25%) werd de inhoud overgebracht in het meetvat van de polarograaf. Indien nodig de pH op 3 à 3,5 brengen met 30% zoutzuur of 25% ammonia.

Het gehalte wordt m.b.v. standaardadditie voltammetrisch bepaald (heroplossingsvoltammetrie) in het traject van -0,850 tot -0,300 Volt. De halfwaardepotentialen bedroegen voor cadmium en lood respectievelijk -0,625 en -0,425 Volt.

(Gemeten werd op een polarograaf Metrohm E 506).

3. Resultaten.

Tabel I geeft de resultaten van het onderzoek van monsters suikerbietenpulp, onderzocht door het RIKILT en het IRS.

In deze tabel zijn ook de verschillen in gevonden gehalten tussen het RIKILT en het IRS opgenomen. Tevens werd het gemiddelde van die verschillen alsmede de standaarddeviaties berekend. Om te toetsen of de verschillen ook significant waren, is de t-faktor berekend.

4. Discussie.

Voor de beide onderzochte elementen geldt, op grond van de t-toets, toegepast op de verschillen per monster, dat tussen de laboratoria geen significant verschil in niveau is aan te tonen

($t_{\alpha} = 0,05$; $\varphi = 9 = 2,262$).

Ook de onderlinge verschillen in de gevonden gehalten zijn klein. Wat de destructie van het monstermateriaal betreft, heeft de methode van het RIKILT het voordeel dat er weinig salpeterzuur gebruikt wordt (slechts voor het naverassen) en dat deze destructie veel sneller verloopt.

5. Samenvatting en conclusie

Met het IRS is een uitwisselingsonderzoek uitgevoerd betreffende de bepaling van lood en cadmium in suikerbietenpulp. De resultaten zijn dusdanig dat er op grond van de t-toets geen significant verschil in het niveau van de gehalten van lood en cadmium tussen de laboratoria is aan te tonen. De verassingsprocedure van het RIKILT verdient de voorkeur omdat hierbij enerzijds het gebruik van zuren veel minder is dan bij het IRS, en anderzijds de procedure veel sneller verloopt.

6. Literatuur

1. P.B. Koster, P. Raats, D. Hibbert, R.T. Philipsen, H. Schiweck, G. Steinle. Int. Sugar Journal 83 (1981) 291-296.
2. P.B. Koster, P. Raats, D. Hibbert, R.T. Philipson, H. Schiweck, G. Steinle. Int. Sugar Journal 77 (1975) 299-305.

Tabel I Gehalten aan lood en cadmium in suikerbietenpulp, bepaald door RIKILT en IRS (Gehalten opgegeven in mg/kg droog produkt)

RIKILT-nummer	IRS-code	Pb		Cd		Verschil IRS-RIKILT	
		RIKILT 1)	IRS 2)	RIKILT 1)	IRS 2)	Pb	Cd
19553	A	1,7	2,0	0,36	0,34	+ 0,3	- 0,02
19554	B	2,1	2,2	0,19	0,20	+ 0,1	+ 0,01
19555	C	1,0	1,1	0,35	0,34	+ 0,1	- 0,01
19556	D	2,3	2,1	0,19	0,21	- 0,2	+ 0,02
19557	E	1,7	1,4	0,74	0,70	- 0,3	- 0,04
19558	F	2,4	2,6	0,62	0,64	+ 0,2	+ 0,02
19559	G	1,5	1,8	0,28	0,30	+ 0,3	+ 0,02
19560	H	1,9	1,9	0,17	0,17	0,0	0,00
19561	I	1,1	1,3	0,31	0,38	+ 0,2	+ 0,07
19562	J	1,8	2,3	0,41	0,49	+ 0,5	+ 0,08
gemiddeld verschil s (verschil)						+ 0,12	+ 0,015
s (gem. verschil)						0,24	0,037
t						0,076	0,012
						1,58	1,28

- 1) Droge verassing, meting door middel van voltammetrie.
 2) Natte destructie, meting door middel van elektrothermische AAS.