



Application Note AN-P-085

Überwachung von Jod in natürlichen Ressourcen

Verbesserte Methode für die Jodidanalyse durch IC und Amperometrie

Neben Meeresfrüchten und Eiern zählen Milchprodukte zu den drei wichtigsten natürlichen Jodquellen [1,2]. Jod ist für die menschliche Gesundheit ein essentieller Mineralstoff, da es z.B. für die Produktion von Schilddrüsenhormonen benötigt wird [1–3]. Diese Hormone sind besonders wichtig für die Entwicklung des Gehirns und der Nerven im Säuglingsalter. Eine übermäßige Aufnahme dieses Spurenelements kann jedoch auch gesundheitliche Probleme verursachen [1–3]. Daher ist die Überwachung der Jodaufnahme beim Menschen sowie dessen Gehalt in natürlichen Ressourcen von

großem Interesse.

Die vorgestellte Methode beschreibt die Bestimmung von freiem Jodid in Milchproben unter Verwendung der **Metrohm Low Volume Inline-Dialyse** zur automatisierten Probenvorbereitung vor der Injektion in einen Ionenchromatographen (IC) und anschließender amperometrischer Detektion im Gleichstrommodus (DC). Um kontinuierlich reproduzierbare Ergebnisse im DC-Modus zu erhalten, wurde eine spezielle flexiPAD-Methode als automatischer Reinigungszyklus verwendet.

Die automatische Inline-Dialyse reduziert den

Zeitaufwand für die manuelle Probenvorbereitung, wodurch der Probendurchsatz, die Arbeitseffizienz

Drei verschiedene, im Handel erhältliche Milchproben wurden auf ihren Jodidgehalt untersucht. Die Milchproben wurden vor der Analyse manuell mit

und die Reproduzierbarkeit erhöht werden.

Reinstwasser mit einem Verdünnungsfaktor von 20 verdünnt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Metrohm Low Volume Inline-Dialyse wurde als automatisierte Probenvorbereitungstechnik verwendet. Der zu bestimmende Analyt (Iodid, I^-) kann die Dialysemembran (0,2 μm , Celluloseacetat) passieren, während größere Moleküle (z. B. Proteine und Enzyme, die in Milch enthalten sind) nicht hindurch gehen können und in den Abfall gelangen. Für den elektrochemischen Nachweis von Iodid wurde der Metrohm IC Amperometric Detector im DC-Modus eingesetzt. Eine Silber-Arbeits Elektrode wurde in einer Dünnschichtzelle zusammen mit einer

Ag/AgCl-Referenzelektrode verwendet.

In der Vergangenheit hat der Nachweis von Jodid mit IC im DC-Modus bei längeren Probenserien zu einer geringen Reproduzierbarkeit geführt, da das Signal durch die Passivierung der Arbeitselektrode im Laufe der Zeit abnimmt. Daher wurde für diese Analyse eine zusätzliche flexiPAD-Methode entwickelt, bei der die Arbeitselektrode nach jeder Bestimmung automatisch gereinigt wird, um eine Verschmutzung der Elektrode zu vermeiden. Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist auch bei längeren Probenserien gewährleistet.

ERGEBNISSE

Es wurden drei verschiedene Milchproben auf ihren Jodidgehalt analysiert (Tabellen 1–3). Die natürliche Jodidkonzentration in den Proben reichte von unterhalb der Nachweisgrenze der Methode bis zu 141 $\mu g/L$. Für alle drei Proben wurden Versuche mit

drei verschiedenen Aufstockungskonzentrationen durchgeführt, wobei die Wiederfindungsraten im Bereich von 94–107 % lagen.

Die Wiederfindungsraten wurden mit der folgenden Formel berechnet:

$$R = \frac{[100 \cdot c_f]}{[c_u + c_a]}$$

R Wiederfindungsrate [%]

c_f Konzentration der angereicherten Probe [$\mu g/L$]

c_u Konzentration der nicht angereicherten Probe [$\mu g/L$]

c_a Konzentration des der Probe zugesetzten Analyten [$\mu g/L$]

Tabelle 1. Ergebnisse der Aufstockungsversuche Bio-Vollmilch. Die Probe wurde mit 50, 100 und 200 µg/L Jodid versetzt.

Probe 1	I ⁻ Konzentration (µg/l)	Wiederfindung (%)
natürliches [I ⁻]	141	–
Probe dotiert mit 50 µg/LI ⁻	189	99
Probe dotiert mit 100 µg/LI ⁻	251	104
Probe dotiert mit 200 µg/LI ⁻	363	106

Tabelle 2. Ergebnisse der Aufstockungsversuche von normaler Vollmilch. Die Probe wurde mit 50, 100 und 200 µg/L Jodid versetzt.

Probe 2	I ⁻ Konzentration (µg/l)	Wiederfindung (%)
natürliches [I ⁻]	105	–
Probe dotiert mit 50 µg/LI ⁻	157	101
Probe dotiert mit 100 µg/LI ⁻	200	98
Probe dotiert mit 200 µg/LI ⁻	304	100

Tabelle 3. Ergebnisse der Aufstockungsversuche einer anderen Bio-Vollmilchmarke. Die Probe wurde mit 50, 100 und 200 µg/L Jodid versetzt.

Probe 3	I ⁻ Konzentration (µg/l)	Erholung (%)
natürliches [I ⁻]	<LOD	–
Probe dotiert mit 50 µg/LI ⁻	78.4	107
Probe dotiert mit 100 µg/LI ⁻	124	100
Probe dotiert mit 200 µg/LI ⁻	210	94

ERGEBNISSE

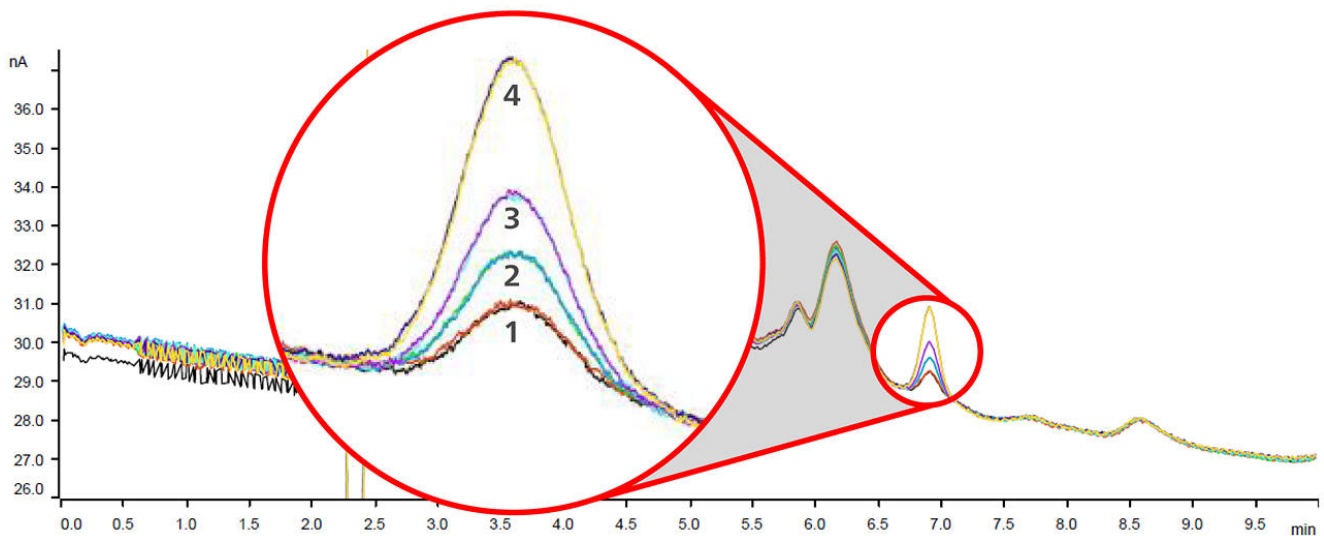


Abbildung 1. Überlagerung von Chromatogrammen aus den Aufstockungsversuchen, die an Probe 2 durchgeführt wurden. Jodidanalysen wurden mit einem 930 Compact IC Flex durchgeführt, der mit Dialyse ausgestattet war. Die Trennung wurde auf einer Metrosep-A-Supp-17-150/4.0-Säule durchgeführt. Inlay: 1) In der reinen Probe wurde eine natürliche Jodidkonzentration von 105 µg/L bestimmt. 2) Die Probe wurde mit 50 µg/L Jodid versetzt und die ermittelte Konzentration betrug 157 µg/L. 3) Die Probe wurde mit 100 µg/L Jodid versetzt und die ermittelte Konzentration betrug 200 µg/L. 4) Die Probe wurde mit 200 µg/L Jodid versetzt und die ermittelte Konzentration betrug 304 µg/L.

ERGEBNISSE

Die Nachweisgrenze (LOD) für dieses Verfahren wurde nach dem Signal-Rausch-Verhältnis sowie gemäß DIN 32645 bestimmt. Die LOD wurde mit 36

µg/L (S/N) bzw. 27 µg/L (DIN 32465) berechnet.

Nachfolgende Formel wurde zur Berechnung der LOD nach dem Signal-Rausch-Verhältnis verwendet:

$$LOD = \frac{\frac{CONC}{HGT}}{3 \cdot Noise}$$

Nachweisgrenze [µg/L]
 Analytkonzentration [µg/L]
 Peakhöhe des Analyten [nA]
 Basislinienrauschen [nA]

FAZIT

Diese IC-Methode bietet eine unkomplizierte, schnelle und empfindliche Lösung zur reproduzierbaren Bestimmung der Jodidkonzentration in Milch. Die Verwendung eines automatisierten Reinigungsverfahrens für die Arbeitselektrode reduziert die Verschmutzung der Elektrode und

erhöht den Probendurchsatz ohne zusätzliche manuelle Arbeit. Die Low-Volume-Inline-Dialyse ermöglicht eine automatische Probenvorbereitung, die die Effizienz der Methode insgesamt erhöht und gleichzeitig die Analysekosten erheblich senkt.

REFERENZEN

1. Sakai, N.; Escho, O. J.; Mukai, M.
Jodkonzentrationen in konventioneller und Bio-Milch im Nordosten der USA *Molkerei* **2022**, 3 (2), 211–219.
2. van der Reijden, O. L.; Zimmermann, M. B.; Galetti, V. Jod in Milch: Quellen, Konzentrationen und Bedeutung für die menschliche Gesundheit. *Best Practise Res Clin Endocrinol Metab* **2017**, 31 (4), 385–395.
3. Gunnarsdottir, I.; Dahl, L. Jodaufnahme in der menschlichen Ernährung: Eine systematische Literaturübersicht. *Lebensmittel- und Ernährungsforschung* **2012**.

Internal reference: AW IC CH6-1428-102020

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



IC-Ausrüstung: Inline-Dialyse Low Volume

Zubehörset zur schnellen Inline-Dialyse. Zur Verwendung mit dem 858 Professional Sample Processor und einer zusätzlichen 2-Kanal-Peristaltikpumpe.



858 Professional Sample Processor – Pump

Der 858 Professional Sample Processor – Pump verarbeitet Proben von 500 µL bis 500 mL. Der Probentransfer erfolgt entweder mit der eingebauten bidirektionalen Zweikanal-Peristaltikpumpe oder mittels eines 800 Dosino.



Metrosep A Supp 17 - 150/4.0

Die Trennsäule Metrosep A Supp 17 - 150/4.0 ist die Säule der Wahl für Anionenbestimmungen, die eine gute Trennleistung und kurze Trennzeiten bei Raumtemperatur erfordern. Die maximale Flussrate von 1.4 mL/min bietet hierzu die Möglichkeit zur Optimierung der Bestimmung. Die Metrosep A-Supp-17-Säulen überzeugen durch ein gutes Preis/Leistungsverhältnis.