



Application Note AN-P-085

Monitoreo de yodo en fuentes naturales

Método superior para el análisis de yoduros por CI y amperometría

Los productos lácteos se encuentran entre las tres principales fuentes naturales de yodo; las otras dos son los mariscos y los huevos [1,2]. El yodo es un mineral esencial para la salud humana, donde es necesario, por ejemplo, para la producción de hormonas tiroideas [1–3]. Estas hormonas son especialmente importantes para el desarrollo cerebral y neural en la infancia. Sin embargo, la ingesta excesiva de este oligoelemento también puede causar problemas de salud [1–3]. Por lo tanto, es de gran interés monitorear la ingesta de yodo para los humanos, así como su contenido en fuentes

naturales.

El método presentado describe la determinación de yoduro libre en muestras de leche utilizando **Diálisis en línea de bajo volumen de Metrohm** para la preparación automatizada de muestras antes de la inyección en un cromatógrafo iónico (IC) y la posterior detección amperométrica en modo de corriente continua (CC). Un **ciclo de limpieza automático** se aplicó el uso de un método flexiPAD dedicado para garantizar resultados continuos y reproducibles cuando se usa el modo DC.

La diálisis en línea reduce el tiempo necesario para la

preparación manual de muestras, lo que ayuda a aumentar el rendimiento de las muestras, la eficiencia

laboral y la repetibilidad mediante la automatización.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Se analizaron tres muestras diferentes de leche comercialmente disponibles para determinar su contenido de yoduro. Las muestras de leche se

diluyeron manualmente con agua ultrapura con un factor de dilución de 20 antes del análisis.

EXPERIENCIA

Diálisis en línea de bajo volumen de Metrohm se utilizó como técnica automatizada de preparación de muestras. El analito de interés (es decir, yoduro, I⁻) pueden atravesar la membrana de diálisis (0,2 µm, acetato de celulosa), mientras que las moléculas más grandes (p. ej., proteínas y enzimas que están presentes en la leche) no pueden atravesarla y se transfieren a los desechos.

El detector amperométrico Metrohm IC en modo CC se utilizó para la detección electroquímica de yoduro. Se utilizó un electrodo de trabajo de plata en una celda de capa delgada junto con un electrodo de

referencia Ag/AgCl.

Históricamente, la detección de yoduro con IC usando el modo DC ha resultado en una baja reproducibilidad durante series de muestras más largas debido a la reducción de la señal causada por la pasivación del electrodo de trabajo con el tiempo. Por lo tanto, se desarrolló un método flexiPAD adicional para esta situación y se aplicó para limpiar automáticamente el electrodo de trabajo después de cada determinación para evitar la contaminación del electrodo. La reproducibilidad de los resultados está garantizada, incluso para series de muestras más largas.

RESULTADOS

Se analizaron tres muestras de leche diferentes para determinar su contenido de yoduro (Tablas 1–3). La concentración de yoduro natural en las muestras varió desde por debajo del límite de detección del método hasta 141 µg/L. Se realizó un estudio con tres

concentraciones adicionales diferentes para las tres muestras, donde las recuperaciones estuvieron en el rango de 94–107%.

Los valores de recuperación se calcularon utilizando la siguiente fórmula:

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

recuperación [%]

_f concentración de muestra fortificada [µg/L]

_{tu} concentración de muestra no fortificada [µg/L]

_a concentración de analito añadido a la muestra [µg/L]

Tabla 1. Resultados del estudio de adición de leche entera orgánica. La muestra se enriqueció con 50, 100 y 200 µg/L de yoduro.

Muestra 1	I ⁻ concentración (µg/L)	Recuperación (%)
Natural [I ⁻]	141	–
Muestra enriquecida con 50 µg/L I ⁻	189	99
Muestra enriquecida con 100 µg/L I ⁻	251	104
Muestra enriquecida con 200 µg/L I ⁻	363	106

Tabla 2. Resultados del estudio de adición de leche entera regular. La muestra se enriqueció con 50, 100 y 200 µg/L de yoduro.

Muestra 2	I ⁻ concentración (µg/L)	Recuperación (%)
Natural [I ⁻]	105	–
Muestra enriquecida con 50 µg/L I ⁻	157	101
Muestra enriquecida con 100 µg/L I ⁻	200	98
Muestra enriquecida con 200 µg/L I ⁻	304	100

Tabla 3. Resultados del estudio de adición de otra marca de leche entera orgánica. La muestra se enriqueció con 50, 100 y 200 µg/L de yoduro.

Muestra 3	I ⁻ concentración (µg/L)	Recuperación (%)
Natural [I ⁻]	<LOD	–
Muestra enriquecida con 50 µg/L I ⁻	78,4	107
Muestra enriquecida con 100 µg/L I ⁻	124	100
Muestra enriquecida con 200 µg/L I ⁻	210	94

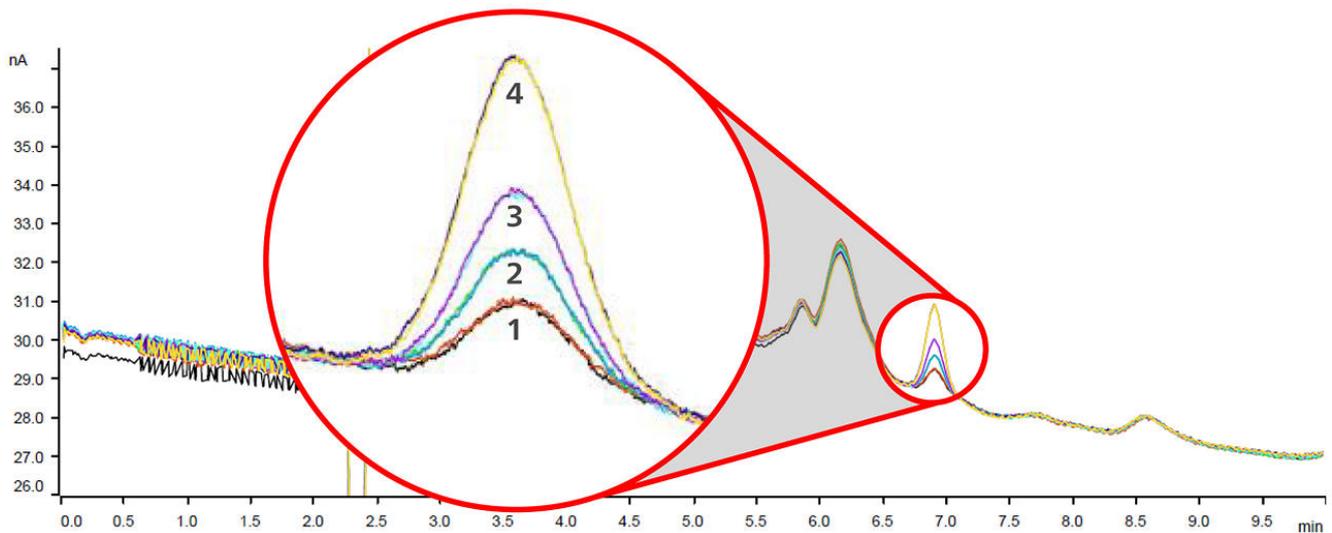


Figura 1. Superposición de cromatogramas de las pruebas de adición realizadas en la Muestra 2. Los análisis de yoduro se realizaron con un 930 Compact IC Flex equipado con diálisis. La separación se realizó en una columna Metrosep A Supp 17 - 150/4.0. Incrustación: 1) Se midió la muestra y se determinó que la concentración de yoduro natural era de 105 µg/L. 2) La muestra se enriqueció con 50 µg/L de yoduro y la concentración determinada fue de 157 µg/L. 3) La muestra se enriqueció con 100 µg/L de yoduro y la concentración determinada fue de 200 µg/L. 4) La muestra se enriqueció con 200 µg/L de yoduro y la concentración determinada fue de 304 µg/L.

El límite de detección (LOD) para este método se determinó de acuerdo con la relación señal/ruido y también de acuerdo con DIN 32645. El LOD se calculó como 36 µg/L (S/N) y 27 µg/L (DIN 32465),

respectivamente.

Se utilizó la siguiente fórmula para el cálculo del LOD según la relación señal/ruido:

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

Límite de detección [µg/L]
 Concentración de analito [µg/L]
 Altura del analito [nA]
 Ruido de la determinación [nA]

CONCLUSIÓN

Este método IC ofrece una solución sencilla, rápida y sensible para el análisis reproducible de la concentración de yoduro en la leche. La utilización de un método de limpieza automatizado para el electrodo de trabajo reduce el ensuciamiento del electrodo y aumenta el rendimiento de la muestra sin

ningún trabajo manual adicional. La diálisis en línea de bajo volumen permite la preparación automática de muestras, lo que aumenta la eficacia global del método y reduce considerablemente los costes de análisis.

REFERENCIAS

1. Sakai, N.; Esho, O. Y.; Mukai, M.
Concentraciones de yodo en leche convencional y orgánica en el noreste de EE. UU. *Lácteos* **2022**, *3* (2), 211–219.
2. van der Reijden, O. I.; Zimmerman, M. B.; Galetti, V. Yodo en leche de vaca: fuentes, concentraciones e importancia para la salud humana. *Best Pract Res Clin Endocrinol Metab* **2017**, *31* (4), 385–395.
3. Gunnarsdottir, I.; dahl, I. Ingesta de yodo en la nutrición humana: una revisión sistemática de la literatura. *Investigación de Alimentos y Nutrición* **2012**.

Internal reference: AW IC CH6-1428-102020

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



Juego de accesorios CI: diálisis inline Low Volume
Set de accesorios para una diálisis inline rápida. Para el uso con el 858 Professional Sample Processor y una bomba peristáltica bicanal adicional.



858 Professional Sample Processor – Pump

El 858 Professional Sample Processor – Pump procesa muestras de 500 μL a 500 mL. La transferencia de muestras se realiza por medio de la bomba peristáltica de dos canales bidireccional integrada o con un 800 Dosino.



Metrosep A Supp 17 - 150/4,0

La columna de separación Metrosep A Supp 17 - 150/4,0 es la columna predilecta para las determinaciones de aniones que precisan una buena eficacia de separación y tiempos de separación cortos a temperatura ambiente. El máximo flujo de 1,4 mL/min proporciona en estos casos la posibilidad de optimizar la determinación. Las columnas Metrosep A Supp 17 convencen por su buena relación calidad-precio.