

# Störung der massenspektrometrischen Elementanalytik in Lebensmitteln durch Metalle der Seltenen Erden und Wolfram

N. Pröhls, Krefeld, L. Viehweger, Halle (Saale), T. Kapp, Berlin, D. Reimann, Berlin

§ 64 LFGB-Arbeitsgruppe Elementanalytik des BVL, Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“ der LChG

Wenn Metalle der **Seltenen Erden** in der Probe enthalten sind (z.B. im Fall mineralischer Nahrungsergänzungsmittel), können die doppelt geladenen Isotope zur Störung der Arsen- und Selenbestimmung führen.

**Wolfram** kann durch Abrieb von Walzen aus Wolframstahl in das Lebensmittel eingetragen werden, wenn eine Vermahlung beispielsweise im Herstellungsprozess des Lebensmittels stattgefunden hat. So kann es zu schweren Störungen der Quecksilber- und Thalliumbestimmung kommen.

Durch die Anwendung einer Kollisions- bzw. Reaktionszelle sind diese Störungen nicht ohne Weiteres zu beseitigen.

Die Ergebnisse der gemeinsamen Methodenentwicklung der Arbeitsgruppe „Elemente und ihre Verbindungen“ der LChG und der § 64 LFGB-AG „Elementanalytik“ des BVL fließen aktuell in die Methodenvalidierungsstudie nach ISO 5725-2 zur Bestimmung verschiedener Elemente mittels ICP-MS nach Druckaufschluss unter Salzsäurezusatz mit ein.

Folgende Störungen sind bei der Bestimmung von **Arsen** zu beachten:

| Analyt (relative Häufigkeit) | Masse/Ladung (m/z) | Interferenz (relative Häufigkeit)                            |
|------------------------------|--------------------|--|
|                              | 74,5               | $^{149}\text{Sm}^{2+}$ (13,8%)                               |
| $^{75}\text{As}$ (100%)      | 75,0               | $^{150}\text{Sm}^{2+}$ (7,4%), $^{150}\text{Nd}^{2+}$ (5,6%) |
|                              | 75,5               | $^{151}\text{Eu}^{2+}$ (47,8%)                               |

Beispiele für wichtige Störungen bei der Bestimmung von **Selen**:

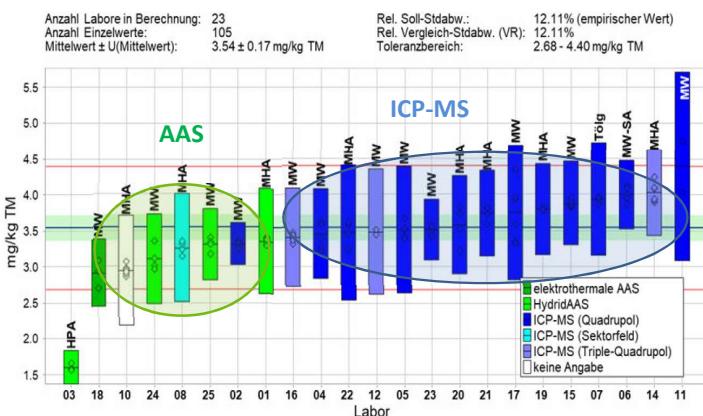
| Analyt (relative Häufigkeit) | Masse/Ladung (m/z) | Interferenz (relative Häufigkeit)                             |
|------------------------------|--------------------|---|
|                              | 77,5               | $^{155}\text{Gd}^{2+}$ (14,8%)                                |
| $^{78}\text{Se}$ (23,8%)     | 78,0               | $^{156}\text{Gd}^{2+}$ (20,5%), $^{156}\text{Dy}^{2+}$ (0,1%) |
|                              | 78,5               | $^{157}\text{Gd}^{2+}$ (15,7%)                                |

Folgende Störungen sind bei der Bestimmung von **Quecksilber** und **Thallium** zu beachten:

| Analyt | Isotop            | Störung durch  |
|--------|-------------------|--|
| Hg     | $^{200}\text{Hg}$ | $^{184}\text{W}^{16}\text{O}^+$ , $^{183}\text{W}^{16}\text{O}^{1\text{H}^+}$  |
|        | $^{201}\text{Hg}$ | $^{184}\text{W}^{16}\text{O}^{1\text{H}^+}$ , $^{185}\text{Re}^{16}\text{O}^+$ |
|        | $^{202}\text{Hg}$ | $^{186}\text{W}^{16}\text{O}^+$  |
|        | $^{204}\text{Hg}$ | $^{204}\text{Pb}^+$  |
| Tl     | $^{203}\text{Tl}$ | $^{186}\text{W}^{17}\text{O}^+$ , $^{187}\text{Re}^{16}\text{O}^+$             |
|        | $^{205}\text{Tl}$ | $^{187}\text{Re}^{18}\text{O}^+$ , $^{192}\text{Pt}^{13}\text{C}^+$            |

**Empfehlung:** Ausgewählte Signalintensitäten im Bereich m/z 149 bis 164 sowie m/z 182 bis 186 sollten grundsätzlich auf erhöhte Zählraten hin überprüft werden, um die Anwesenheit relevanter Störungen durch **Neodym**, **Samarium**, **Gadolinium**, **Europium**, **Dysprosium**, **Terbium** oder **Wolfram** im konkreten Fall erkennen zu können.

**Beispiel Arsen: Eignungsprüfung „Elemente in einem mineralischen Nahrungsergänzungsmittel“, BVL, 2022**



Kollektivbildung in Abhängigkeit von der verwendeten Messtechnik mutmaßlich durch erhebliche Sm- und Nd-Gehalte der Matrix

## Strategien zur Störungsbeseitigung bzw. Minderung bei Arsen und Selen

- Bei Massenspektrometern mit mehreren Massenanalysatoren bietet sich eine Massenverschiebung  $^{75}\text{As}^+$   $\rightarrow$   $^{75}\text{As}^{16}\text{O}^+$  bzw.  $^{78}\text{Se}^+$   $\rightarrow$   $^{78}\text{Se}^{16}\text{O}^+$  durch Einleiten von Sauerstoff in die Reaktionszelle und Einstellung des nachfolgenden Massenfilters auf m/z=91 bzw. m/z=94 an.
- Bei Nutzung von Geräten mit Kollisions- bzw. Reaktionszelle kann zusätzlich eine Verringerung der Peakbreite (bspw. von m/z=0,7 auf m/z=0,3) und/oder die Etablierung einer Korrekturgleichung unter Einbeziehung der Interferenten hilfreich sein. Teilweise bieten die Applikationslabore der Hersteller entsprechende Lösungen an.
- Im Zweifel kann die Bestimmung mit einem alternativen Verfahren wie bspw. der Hydrid-AAS parallel durchgeführt werden, um den Einfluss der Störung im konkreten Einzelfall einschätzen zu können.

## Strategien zur Störungsbeseitigung bzw. Minderung bei Quecksilber und Thallium

- Diese Störungen sind mit Kollisions- bzw. Reaktionszelle prinzipiell nicht und mit Geräten mit mehreren Massenanalysatoren nur unter schweren Einbußen der Bestimmungsgrenze zu beseitigen
- Die Isotope  $^{201}\text{Hg}^+$  und  $^{205}\text{Tl}^+$  zeigen die geringste Anfälligkeit für Störungen gegenüber der Anwesenheit von Wolfram und werden daher vorzugsweise für die Auswertung empfohlen.
- Rhenium nicht als internen Standard verwenden
- Im Zweifel kann die Bestimmung mit einem alternativen Verfahren wie bspw. der Kaltdampf-AAS für Quecksilber parallel durchgeführt werden, um den Einfluss der Störung im konkreten Einzelfall einschätzen zu können.