

## Steckbrief „Unsere speziellen Elemente“

Zum internationalen Jahr des Periodensystems der Elemente 2019 hat sich die Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“ mit ihren persönlichen Lieblings- und Hass-Elementen oder neutraler ausgedrückt mit ihren „speziellen Elementen“ auseinandergesetzt. Im Rahmen einer Sitzung wurden sehr individuelle Kurzvorträge präsentiert, die wir ab der Ausgabe 04/2020 in Form eines Steckbriefes präsentieren. Wir haben dabei ganz bewusst die Brille als Elementanalytiker nicht abgenommen, um die Lesenden an unserer Sicht auf das jeweilige Element teilhaben zu lassen. Wir geben keine Garantie auf Vollständigkeit oder Neutralität, verzichten auf Informationen, die aus allgemein zugänglicher Literatur zugänglich ist und auch auf damit verbundene Literaturhinweise. Viel Spaß bei der Lektüre unserer Steckbriefe!

### Iod $_{53}\text{I}$

Iod ist ein sehr interessantes Element für Elementanalytiker. Aus den schwarzgrauen Kristallblättchen sublimiert beim Erhitzen ein blauvioletter Dampf, wovon sein Name abgeleitet ist (griech.  $\text{ιο-ειδής}$  = veilschwarzfarbig). In der Erdkruste ist es so selten wie Thallium oder einige Seltene Erden (0,5 g/t). Dennoch kann es preiswert aus Algen und Seetang gewonnen werden, da es dort biochemisch angereichert ist.

Iod ist ein wichtiges Spurenelement und Bestandteil der Schilddrüsenhormone. Für eine ausreichende Allgemeinversorgung der Bevölkerung wird es Kochsalz zugesetzt (iodiertes Speisesalz).

Die Bestimmung der Iodgehalte in Lebensmitteln erfordert eine völlig andere analytische Vorgehensweise bei Aufschluss und Bestimmung gegenüber der bekannten Elementanalytik. Iodbestimmungen sind ein schönes Beispiel, wie das chemische Verhalten eines Elements die Analytik vorgibt und die üblichen Multielementmethoden bei Aufschluss und Bestimmung zu krassen Fehlern führen.

In Lebensmitteln kommt fast ausschließlich Iodid vor. Dadurch ergeben sich bei einem oxidativen Aufschluss mit Salpetersäure durch die Oxidation zu Ioddampf große Verluste, selbst in geschlossenen Quarzgefäßen. Die einzige Alternative für einen Aufschluss ist die Verbrennung in Sauerstoffatmosphäre nach Schöniger. Auch wenn es dafür eine moderne Variante gibt, die mit Sauerstoffüberdruck arbeitet, erfordert diese Aufschlussart generell großes handwerkliches Geschick.

Für Routineuntersuchungen bietet sich eine alkalische Extraktion an, bei der die in Lebensmitteln vorkommenden Iodverbindungen quantitativ extrahiert werden (DIN EN 15111). Hier gab es bei der Methodenentwicklung mehrere Lerneffekte: Ammoniak als

Alkali schied wegen seiner Flüchtigkeit aus, Kalium- oder Natriumhydroxid sind wegen der Salzbelastung ausgesprochen ungünstig für die nachfolgende Bestimmung mit ICP-MS oder ICP-OES. Durch Zufall ist man auf Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) gestoßen, das gut handhabbar ist und eine hohe Alkalität aufweist. Allerdings war das in Europa (vor ca. 20 Jahren) verfügbare TMAH erheblich mit Iod verunreinigt. Die Lösung war, ein TMAH für die Halbleiterherstellung aus Japan zu beziehen. Damit waren die Probleme aber noch nicht alle beseitigt. Eine Extraktion bei 90 °C über drei Stunden in einem geschlossenen Gefäß ist zwar technisch nicht schwierig, allerdings ist das Gefäßmaterial entscheidend für die Durchführbarkeit. So schieden alle Kunststoffmaterialien aus, auch die in der Elementanalytik so beliebten Polyfluorkunststoffe, da sie zu unlöslichen Memoryeffekten führten. Verschraubbare Erlenmeyer aus Glas, ein Gefäßmaterial das in der Elementanalytik nur Nachteile aufweist, waren die idealen Extraktionsgefäße und für die Laboratorien eine machbare Variante, auch wenn ein gewisser Aufwand und Sonderweg im Vergleich zu anderen Elementen notwendig war.

Für die Bestimmungen der niedrigen Iodkonzentrationen in Lebensmitteln wird die ICP-MS bei  $m/z$  127 eingesetzt. Obwohl nur dieses eine Isotop zu Verfügung steht, wurden bis jetzt keine Störungen beobachtet. Dennoch erfordert die Bestimmung besondere Maßnahmen: die alkalische Trägerlösung sorgt für das Auswaschen von absorbierten Iodresten aus den Kunststoffschläuchen. Mehrere Stunden oder auch Tage braucht es, bis der Blindwert stabil ist. Besser ist es, alle Kunststoffschläuche (PTFE- und Pumpschläuche) vor der Messung von Iodgehalten durch neue zu ersetzen und diese ausschließlich für die Iodbestimmung zu verwenden.

Die ICP-OES eignet sich für hohe Iodkonzentrationen, z. B. in Speisesalz bei 178 nm. Wegen einer Phosphorstörung kann diese Linie aber nicht für Algen oder Seetang verwendet werden.

### Kontakt

Kerstin Schöberl  
Obfrau der AG Elemente und Elementspezies  
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Karlsruhe  
Abteilungsleitung 1, Elementanalytik  
Weißenburger Str. 3  
76187 Karlsruhe  
Tel.: 0721/ 926-3617  
kerstin.schoeberl@cva.ka.bwl.de  
<https://www.cva-ka.de>

doi. 10.1002/lemi.202100209