

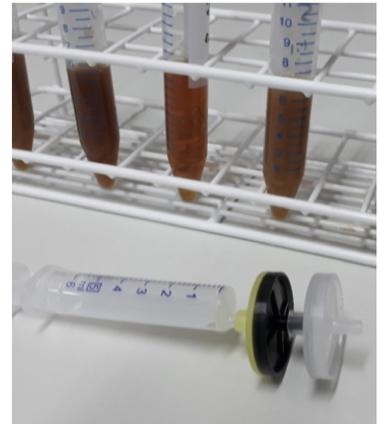
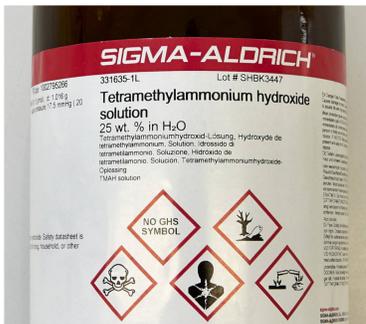
# Bestimmung von Iod in Lebensmitteln Vergleich von DIN EN 15111 und ISO 20647 mit Praxistipps der AG „Elemente und Elementspezies“



K. Schöberl - Karlsruhe, S. Pieper - Berlin, N. Prühs - Krefeld, L. Viehweger - Halle,  
T.A. Kemper - Friedrichsdorf, F. Stückrath - Erlangen, D. Nette - Hamburg

Es werden zwei genormte Iodbestimmungsmethoden verglichen. Große Unterschiede gibt es beim Anwendungsbereich, dem Extraktionsmittel und bei den hergestellten Extrakten.

DIN EN 15111	Vorteile - Nachteile 😊 ☹️	ISO 20647
Alle Lebensmittel 😊 universeller Anwendungsbereich	Anwendungsbereich	nur für Säuglingsnahrung + Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene
0,1 - 0,5 g	Einwaage	1,0 g
TMAH ☹️ Höhere Giftigkeit als KOH <chem>C[N+](C)(C)O</chem>	Extraktion im Trockenschrank oder Wasserbad	KOH
90 °C / 3 h		105 °C / 1 h oder offener Mikrowellenaufschluss
☹️ Extrakte 1 Tag haltbar	Stabilisierung	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /NH <sub>4</sub> OH 😊 Extrakte 1 Woche haltbar
Filtration 0,45 µm bei Bedarf zentrifugieren	Abtrennung fester Bestandteile	Filtration 1 µm
<sup>128</sup> Te - 9,0 eV 😊 Ionisierungsenergie nahe am Iod	Interner Standard und Ionisierungsenergie <sup>127</sup> I - 10,5 eV	<sup>141</sup> Pr - 5,5 eV ☹️ Ionisierungsenergie deutlich niedriger als Iod ☹️ Online-Zugabe kritisch
😊 nur Austausch von Pumpen- und Probenschläuchen notwendig ☹️ alternativ Spülzeiten von 6-8 Stunden oder mehr	ICP-MS am Gerät werden sowohl saure Aufschlüsse als auch Iod gemessen	☹️ Kompletter Umbau notwendig (Schläuche, Zerstäuber, Injektorrohr, Sprühkammer, Lochblenden) andernfalls lange Spülzeiten
0,5 µg/l in der Messlösung 0,05 mg/kg feste Probe	LOQ Werte aus verschiedenen Labors kein signifikanter Unterschied	0,2 µg/l in der Messlösung 0,04 mg/kg feste Probe



## Einwaage

- Verdickungsmittel: Einwaage reduzieren, z.B. auf 50 mg
- Milchpulver: Herstellung eines Slurrys



## Abtrennung fester Bestandteile

- Filtration durch einen Membranfilter kann bei quellenden, stärkehaltigen oder sehr fein vermahlenden Proben Probleme bereiten.
- Glasfaservorfilter (10-1µm) oder Filterstapel z.B. GD/X25 Whatman helfen
  - handwarme Proben lassen sich leichter filtrieren
  - generell nur so viel filtrieren wie zur Messung notwendig



## Stärkehaltige Proben

- z.B. Kleinkindernahrung auf Getreidebasis
- Abbau der Stärke mit Amylase bei 40 °C über Nacht (Probe in 10 ml Wasser + 10 ml Amylase-Phosphatpuffer suspendieren). Dann mit TMAH versetzen und wie in der Norm angegeben extrahieren.
- Amylase-Phosphatpuffer: 1,78 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> + 2,88 g Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> in 500 ml Messkolben einwiegen und in 400 ml Wasser auflösen. Dann mit 10% Essigsäure bzw. 0,1N NaOH den pH-Wert auf 7,00 ± 0,05 einstellen und mit Wasser auffüllen. Puffer in ein 500 ml Becherglas geben, 2,5 ml α-Amylase zugeben und mind. 20 min rühren. Täglich frisch herstellen.

allgemeine  
Tipps

## Extraktion

- Gefäße: wiederverwendbar + memoryfrei sind verschraubbare Erlenmeyer aus Glas oder Gefäße aus PPCO
- Neue PP-Gefäße dürfen nur einmal verwendet werden
- Mineral- und Heilwässer nach Verdünnung oder bei geringem Gesamtsalzgehalt auch direkt messbar



Gefäß aus  
Poly-  
Propylen-  
COpolymer

## ICP-MS

- Messsystem muss mit der Extraktionslösung (TMAH oder KOH) stabil laufen; Stabilisierung wird beschleunigt durch Austausch der Pumpen- und Probenezuführungsschläuche
- Interner Standard sollte in Masse und Ionisierungsenergie möglichst nahe beim Iod liegen
- KOH-Ablagerungen auf den Lochblenden notwendig zum stabilen Betrieb; Blockaden im Transportsystem führen zu driftenden Signalintensitäten
- Signifikanter Verschleiß des Zerstäubers durch KOH, im Betrieb können Injektorrohr und Lochblenden verstopfen



ICP-MS-Lochblenden  
mit KOH-Ablagerungen

## Auf den Punkt gebracht

- Hohe Salzfracht im ICP-MS durch KOH-haltige Extrakte
- bei KOH-Extrakten hoher Reinigungsaufwand oder Probeneinführungssystem komplett tauschen, um ICP-MS für andere Analysen einzusetzen
- TMAH-Extrakte belasten das ICP-MS nicht und verursachen deutlich weniger Umbauaufwand
- Tellur als interner Standard ermöglicht bessere Korrektur von Matrixeinflüssen
- Slurrys sind nach beiden Verfahren möglich
- KOH-Extrakte belasten gesamtes Probeneinführungssystem
- KOH ist weniger giftig
- Haltbarkeit von TMAH-Extrakten nur 1 Tag