



Application Note AN-P-085

Monitoraggio dello iodio nelle fonti naturali

Metodo superiore per l'analisi dello ioduro mediante IC e amperometria

I latticini sono tra le prime tre fonti naturali di iodio, le altre due sono i frutti di mare e le uova [1,2]. Lo iodio è un minerale essenziale per la salute umana, dove è necessario, ad esempio, per la produzione di ormoni tiroidei [1–3]. Questi ormoni sono particolarmente importanti per lo sviluppo cerebrale e neurale durante l'infanzia. Tuttavia, l'assunzione eccessiva di questo oligoelemento può anche causare problemi di salute [1–3]. Pertanto, il monitoraggio dell'assunzione di iodio per l'uomo e il suo contenuto nelle fonti naturali sono di grande interesse.

Il metodo presentato descrive la determinazione dello ioduro libero nei campioni di latte utilizzando **Metrohm Low Volume Inline Dialysis** per la preparazione automatizzata del campione prima dell'iniezione in un cromatografo ionico (IC) e il successivo rilevamento amperometrico in modalità corrente continua (DC). È stato applicato un **ciclo di pulizia automatico** utilizzando un metodo flexiPAD dedicato per garantire risultati continui e riproducibili quando si utilizza la modalità DC. Inline Dialysis riduce il tempo necessario per la

preparazione manuale del campione, il che aiuta ad aumentare la produttività del campione, l'efficienza della manodopera e la ripetibilità tramite

l'automazione.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Tre diversi campioni di latte disponibili in commercio sono stati analizzati per il loro contenuto di ioduro. I campioni di latte sono stati diluiti manualmente con

acqua ultrapura con un fattore di diluizione di 20 prima dell'analisi.

ANALISI

Metrohm Low Volume Inline Dialysis è stata utilizzata come tecnica di preparazione automatizzata dei campioni. L'analita di interesse (cioè ioduro, I⁻) può passare attraverso la membrana di dialisi (0,2 µm, acetato di cellulosa), mentre le molecole più grandi (ad esempio, proteine ed enzimi presenti nel latte) non possono passare e vengono trasferite ai rifiuti.

Il rilevatore amperometrico Metrohm IC in modalità DC è stato utilizzato per il rilevamento elettrochimico dello ioduro. Un elettrodo di lavoro in argento è stato utilizzato in una cella a strato sottile insieme a un elettrodo di riferimento Ag/AgCl.

Storicamente, il rilevamento dello ioduro con IC utilizzando la modalità DC ha portato a una bassa riproducibilità durante serie di campioni più lunghe a causa della riduzione del segnale causata dalla passivazione dell'elettrodo di lavoro nel tempo. Pertanto, è stato sviluppato un metodo flexiPAD aggiuntivo per questa situazione e applicato per pulire automaticamente l'elettrodo di lavoro dopo ogni determinazione per evitare l'incrostazione dell'elettrodo. La riproducibilità dei risultati è garantita, anche per serie di campioni più lunghe.

RISULTATI

Tre diversi campioni di latte sono stati analizzati per il loro contenuto di ioduro (**Tabelle 1-3**). La concentrazione di ioduro naturale nei campioni variava da sotto il limite di rilevabilità del metodo fino a 141 µg/L. Per tutti e tre i campioni è stato eseguito

uno studio con tre diverse concentrazioni di spiking, in cui i recuperi erano compresi tra il 94 e il 107%.

I valori di recupero sono stati calcolati utilizzando la seguente formula:

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

R recupero [%]

c_f concentrazione del campione arricchito [µg/L]

c_u concentrazione del campione non fortificato [µg/L]

c_a concentrazione dell'analita aggiunto al campione [µg/L]

Tabella 1. Risultati dello studio di spiking del latte intero biologico. Il campione è stato arricchito con 50, 100 e 200 µg/L di ioduro.

Campione 1	I ⁻ concentrazione (µg/L)	Recupero (%)
Naturale [I ⁻]	141	–
Campione arricchito con 50 µg/L I ⁻	189	99
Campione arricchito con 100 µg/L I ⁻	251	104
Campione arricchito con 200 µg/L I ⁻	363	106

Tabella 2. Risultati dello studio di aggiunta del latte intero normale. Il campione è stato arricchito con 50, 100 e 200 µg/L di ioduro.

Campione 2	I ⁻ concentrazione (µg/L)	Recupero (%)
Naturale [I ⁻]	105	–
Campione arricchito con 50 µg/L I ⁻	157	101
Campione arricchito con 100 µg/L I ⁻	200	98
Campione arricchito con 200 µg/L I ⁻	304	100

Tabella 3. Risultati dello studio di aggiunta di un'altra marca di latte intero biologico. Il campione è stato arricchito con 50, 100 e 200 µg/L di ioduro.

Campione 3	I ⁻ concentrazione (µg/L)	Recupero (%)
Naturale [I ⁻]	<LOD	–
Campione arricchito con 50 µg/L I ⁻	78.4	107
Campione arricchito con 100 µg/L I ⁻	124	100
Campione arricchito con 200 µg/L I ⁻	210	94



Figure 1. Sovrapposizione dei cromatogrammi dai test di spiking eseguiti sul Campione 2. Le analisi dello ioduro sono state eseguite con un 930 Compact IC Flex dotato di dialisi. La separazione è stata eseguita su una colonna Metrosep A Supp 17 - 150/4.0. Inlay: 1) Il campione è stato misurato e la concentrazione di ioduro naturale è stata determinata pari a 105 µg/L. 2) Il campione è stato arricchito con 50 µg/L di ioduro e la concentrazione determinata è stata di 157 µg/L. 3) Il campione è stato arricchito con 100 µg/L di ioduro e la concentrazione determinata è stata di 200 µg/L. 4) Il campione è stato arricchito con 200 µg/L di ioduro e la concentrazione determinata è stata di 304 µg/L.

Il limite di rilevamento (LOD) per questo metodo è stato determinato in base al rapporto segnale/rumore e anche in conformità con DIN 32645. LOD è stato calcolato come 36 µg/L (S/N) e 27 µg/L (DIN 32465),

rispettivamente.

Per il calcolo del LOD in base al rapporto segnale/rumore è stata utilizzata la seguente formula:

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

LOD Limite di rilevamento [µg/L]

CONC Concentrazione dell'analita [µg/L]

HGT Apice dell'analita [nA]

Noise Rumore della determinazione [nA]

CONCLUSIONE

Questo metodo IC offre una soluzione semplice, rapida e sensibile per l'analisi riproducibile della concentrazione di ioduro nel latte. L'utilizzo di un metodo di pulizia automatizzato per l'elettrodo di lavoro riduce l'imbrattamento dell'elettrodo e

aumenta la produttività del campione senza alcun lavoro manuale aggiuntivo. Low Volume Inline Dialysis consente la preparazione automatica del campione, aumentando l'efficienza del metodo e riducendo notevolmente i costi di analisi.

RIFERIMENTI

1. Sakai, N.; Esho, O. Y.; Mukai, M. Iodine Concentrations in Conventional and Organic Milk in the Northeastern U.S. *Dairy* **2022**, 3 (2), 211–219.
2. van der Reijden, O. L.; Zimmermann, M. B.; Galetti, V. Iodine in Dairy Milk: Sources, Concentrations and Importance to Human Health. *Best Pract Res Clin Endocrinol Metab* **2017**, 31 (4), 385–395.
3. Gunnarsdottir, I.; Dahl, L. Iodine Intake in Human Nutrition: A Systematic Literature Review. *Food & Nutrition Research* **2012**.

Internal reference: AW IC CH6-1428-102020

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Equipaggiamento IC: dialisi in linea Low Volume

Kit di accessori per la dialisi in linea veloce. Per l'utilizzo con l'858 Professional Sample Processor e un'ulteriore pompa peristaltica a 2 canali.



858 Professional Sample Processor – Pump

L'858 Professional Sample Processor – Pump per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 µL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene attraverso la pompa peristaltica bidirezionale a doppio canale integrata o tramite un 800 Dosino.



Metrosep A Supp 17 - 150/4,0

La colonna di separazione Metrosep A Supp 17 - 150/4,0 è la colonna d'elezione per la determinazione degli anioni che richiedono una buona prestazione di separazione e tempi brevi di separazione a temperatura ambiente. La portata massima di 1,4 mL/min fornisce proprio la possibilità di ottimizzare la determinazione. Le colonne Metrosep A Supp 17 convincono con un buon rapporto prezzo / prestazioni.