

**A KINETIC FLOW INJECTION METHOD FOR  
DETERMINATION OF IODATE IN IODIZED SALT**

**KANOKRAT LUKKANAKUL**

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR  
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE  
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)  
FACULTY OF GRADUATE STUDIES  
MAHIDOL UNIVERSITY  
2003**

**ISBN 974-04-3467-3  
COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

การพัฒนาระบบ โพลินเจกชันเพื่อใช้ในการหาปริมาณไอโอดีนในเกลือเสริมไอโอดีน  
(A KINETIC FLOW INJECTION METHOD FOR DETERMINATION OF IODATE  
IN IODIZED SALT)

กนกรัตน์ ลักขณากุล 4336627 SCAI/M

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D.(Analytical Chemistry), ประพิน  
วีไลรัตน์, Ph.D.(Physical Chemistry)

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้เสนอระบบ โพลินเจกชันที่อาศัยวิธีทางจลนศาสตร์เพื่อหาปริมาณไอโอดีนใน  
เกลือเสริมไอโอดีน ระบบโพลินเจกชันดังกล่าวได้ถูกปรับปรุงมาจากระบบโพลินเจกชันสำหรับหา  
ปริมาณไอโอดีนในน้ำดื่มที่พัฒนาโดยนายณัฐวุฒิ เชิงชัน ปฏิบัติที่ใช้ในการวิเคราะห์ไอโอดีน คือ  
ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซีเรียม (IV) และอาร์เซนิก (III) ซึ่งมีไอโอดेटเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อย่างไรก็ตาม  
การผลิตเกลือเสริมไอโอดีนในประเทศไทยนั้น พบว่านิยมเติมไอโอดีนในรูปของไอโอดेटลงในเกลือ  
บริโภค ดังนั้น ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีที่นำเสนอข้างต้น ไอโอดेटจะต้องถูกรีดิวซ์กลายเป็น  
ไอโอดิดก่อน

อาร์เซนิก (III) ซึ่งมีอยู่ในระบบโพลินเจกชัน ได้ถูกนำมาใช้เป็นตัวรีดิวซ์สำหรับไอโอดेट  
โดยทำการศึกษาแบบ in-line ที่ทำให้เกิดการรบกวนของไอโอดेटไปเป็นไอโอดิดได้อย่างสมบูรณ์  
นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษา และพัฒนากระบวนการวิเคราะห์แบบโพลินเจกชัน ได้แก่ (ก) กระบวน  
การโพลินเจกชันแบบที่มีการหยุดไหลชั่วขณะโดยใช้วิธี full kinetic (ข) กระบวนการโพลินเจกชัน  
แบบที่มีการหยุดไหลชั่วขณะโดยใช้วิธี fixed-time (ค) กระบวนการโพลินเจกชันที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง  
และใช้วิธี fixed-time วิธีการที่นำเสนอทั้งหมดนี้ ให้กราฟมาตรฐานแบบเส้นตรงอยู่ในช่วงความ  
เข้มข้นของไอโอดेटคือ 100 ถึง 6,000 ไมโครกรัมต่อลิตร

วิธีแบบ full kinetic stopped-FI ให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ เท่ากับ 7.5 มิลลิกรัมต่อ  
กิโลกรัม, ค่าร้อยละของการคืนกลับเฉลี่ยเป็น 107 % (n=13) และมีค่าความแม่นยำของการวิเคราะห์ คือ  
RSD (n=3) เท่ากับ 0.83 % สำหรับวิธีแบบ fixed time stopped-FI ให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการ  
วิเคราะห์ (3 $\sigma$ ) เท่ากับ 1.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม, ค่าร้อยละของการคืนกลับเฉลี่ยเป็น 114 % (n=13)  
และให้ความแม่นยำของการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ คือ RSD (n=10) เท่ากับ 0.63 % ส่วนวิธีแบบ  
kinetic continuous-FI ให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (3 $\sigma$ ) เป็น 1.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม, ค่า  
ร้อยละของการคืนกลับเฉลี่ยเป็น 111 % (n=13) และให้ความแม่นยำของการวิเคราะห์ที่ดี คือ RSD  
(n=10) เป็น 0.17 %

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณไอโอดีนที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างเกลือ จำนวนสิบสามตัวอย่าง ด้วยวิธี  
ทางสถิติแบบ ANOVA พบว่าผลที่ได้จากวิธีวิเคราะห์ทั้งสี่ซึ่งได้แก่ วิธีแบบ full kinetic stopped-FI,  
วิธีแบบ fixed time stopped-FI, วิธีแบบ kinetic continuous-FI และวิธีแบบ colorimetric-FI ให้ผล  
วิเคราะห์ซึ่งไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นเท่ากับ 95 % ผลดังกล่าวนี้ แสดง  
ให้เห็นว่ากระบวนการที่นำเสนอในงานนี้ทั้งสามวิธี สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ไอโอดีนในตัวอย่างเกลือ  
ได้ อย่างไรก็ตาม วิธีแบบ kinetic continuous-FI ได้ถูกเลือกสำหรับการนำไปใช้ประโยชน์จริงในการ  
หาปริมาณไอโอดีนในเกลือเสริมไอโอดีน วิธีดังกล่าวนี้สามารถวิเคราะห์จำนวนตัวอย่างได้มากที่สุด คือ  
90 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

**A KINETIC FLOW INJECTION METHOD FOR DETERMINATION OF IODATE IN IODIZED SALT**

KANOKRAT LUKKANAKUL 4336627 SCAI/M

M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

THESIS ADVISORS : DUANGJAI NACAPRICHA, Ph.D.(ANALYTICAL CHEMISTRY),  
PRAPIN WILAIRAT, Ph.D.(PHYSICAL CHEMISTRY)**ABSTRACT**

A kinetic flow injection (FI) method for measuring iodine content in iodized salt was developed. This system was modified from the FI system for analysis of iodine in drinking water that was developed by N. Choengchan. The analytical method is based on the catalytic effect of iodide for the reaction between Ce (IV) and As (III). In Thailand, supplement of iodine is carried out using the iodate form especially in table salt. Therefore, prior to the catalytic analysis, iodate must be first reduced to iodide.

Arsenous acid, which already exists in the system, was employed as the reducing agent for iodate. The optimization of the FI system was studied to gain an in-line complete reduction of iodate. Three operational methods were investigated and developed. These methods are (a) full kinetic stopped-FI method, (b) the fixed time stopped-FI method and (c) kinetic continuous-FI method. All methods gave linear calibration plots in the working range of 100 to 6,000  $\mu\text{g I/L}$ .

For the full kinetic stopped-FI method, the detection limit was 7.5 mg I/kg salt. Average total recovery was 107 % (n=13) with RSD (n=3) of 0.83 %. For the fixed time stopped-FI method, the limit of detection ( $3\sigma$ ) was 1.1 mg I/kg salt. The method gave average total recovery as 114 % (n=13) and provided satisfactorily low % RSD (n=10) of 0.63 %. For the kinetic continuous-FI method, the detection limit ( $3\sigma$ ) was found to be 1.3 mg I/kg salt. Average total recovery was 111 % (n=13). This technique gave reasonably good repeatability in term of RSD as 0.17 % (n=10).

Method validation for ten iodized salt samples and three synthetic samples showed no significant difference between iodine contents obtained from four methods (i.e. the full kinetic stopped-FI method, the fixed time stopped-FI method, the kinetic continuous-FI method and the colorimetric-FI method). This agreement implied that all proposed operational methods developed in this work are applicable. However, for real application in commercial iodized salt, the kinetic continuous-FI method was chosen. This method provided the highest sample throughput of 90 samples/h.

**KEY WORDS : IODATE / IODINE / FLOW INJECTION / SANDELL AND  
KOLTHOFF METHOD/ IODIZED SALT**

136 P. ISBN 974-04-3467-3