

17 SEP 1999



**FLOW INJECTION SYSTEM FOR URINARY IODINE
DETERMINATION**

SAOWAPHA MUANGKAEW

**With compliments
of**

วิมลวรรณ น. นวนาน

**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**

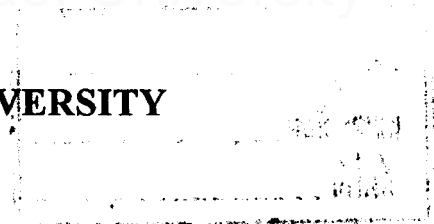
1999

ISBN 974-662-238-2

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
S2298
1999.

042810 e.1



3936639 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY ; M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : URINARY IODINE / FLOW INJECTION ANALYSIS

SAOWAPHA MUANGKAEW : FLOW INJECTION SYSTEM FOR URINARY IODINE DETERMINATION. THESIS ADVISORS : DUANGJAI NACAPRICHA Ph.D., JUWADEE SHIOWATANA Ph.D., CHATVALEE KALAMBAHETI, Ph.D., 108 p. ISBN 974-662-238-2

Content of urinary iodine (UI) has long been used as a marker for iodine deficiency. In this work, a flow injection system for urinary iodine determination was developed. The determination was based on catalytic effect of iodide in redox reaction between Ce (IV) and As (III). The course of the reaction could be followed by the disappearance of yellow color as the Ce (IV) was reduced. The rate of this color disappearance, measured as changes in absorbance of Ce (IV) was directly proportional to the amount of iodide catalyst.

Before the analysis, urine samples and iodine standards (potassium iodate) were digested. The digestion condition was modified from the widely use chloric acid method. The new condition employed a smaller volume of chloric acid. For this work, the volume ratio of 28% (w/v) chloric acid to urine was 1.2:1. The digestion was performed at 100°C and completed within 1 hour. The digested urine was directly injected into the FI system.

Within the FI system, the injected sample zone was merged with a merging stream of the redox pair before the mixing in a 200 cm glass reaction coil. To enhance sensitivity, the reaction coil was immersed in a thermostatic water bath at 43°C. The changes in Ce (IV) concentration, related to the concentration of iodide, were detected spectrometrically at 420 nm. Optimum condition such as flow rate, length of reaction coil, bath temperature, sample volume and reagent concentrations were investigated. For low concentration range (10-100 µg I/L), the signal was directly proportional to iodine concentration. For high concentration range (100-500 µg I/L), the signal was directly proportional to the logarithm of iodide concentration. The detection limit (3σ) was 3 µg I/L. Average total recovery was 99% (n=8). The method gave satisfactorily low %RSD (n=10) of 1.4 for the whole procedure of analysis. Method comparison, performed on 13 samples, showed no significant difference between the proposed method and the conventional batch analysis. This implies that the FI method can be used as an alternative to the conventional method. There are some advantages to the FI method over the conventional method such as higher sample throughput and better precision. Furthermore, the FI method can be fully automated.

3936639 SCAI/M

: สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ :

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

เสาวภา เมืองแก้ว : ระบบฟลอสอินเจคชันสำหรับการวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ
(FLOW INJECTION SYSTEM FOR URINARY IODINE DETERMINATION)

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ดวงใจ นาคะปรีชา Ph.D., ยุกติ เชี่ยววัฒนา Ph.D., ชัชวลิ
กะลัมพะเทติ Ph.D., 108 หน้า, ISBN 974-662-238-2

เนื่องจากปริมาณไอโอดีนที่ถูกขับออกมาในปัสสาวะได้ถูกใช้เป็นตัวชี้วัดสำหรับบ่งชี้ภาวะการขาดสารไอโอดีนของร่างกาย จึงได้พัฒนาระบบฟลอสอินเจคชันเพื่อใช้สำหรับตรวจวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ ซึ่งระบบดังกล่าวอาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่าง Ce (IV) และ As (III) โดยมีไอโอดีคเป็นแคตะลิสต์ เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปสีของ Ce (IV) จะลดลงซึ่งปริมาณไอโอดีคมีความสัมพันธ์กับอัตราการจางลงของสีของ Ce (IV) ที่ลดลงเมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปโดยติดตามค่าการดูดกลืนแสงของ Ce (IV)

ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำปัสสาวะและสารละลายมาตรฐานไอโอดีน (โพแทสเซียมไอโอเดต) ต้องผ่านการย่อยด้วยกรดคลอริกก่อนที่จะฉีดเข้าสู่ระบบฟลอสอินเจคชัน โดยกระบวนการย่อยได้ปรับปรุงจากวิธีการย่อยสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะแบบ batch ซึ่งวิธีการย่อยใหม่นี้ใช้ปริมาณกรดคลอริกน้อยกว่า โดยมีอัตราส่วนของกรดคลอริก 28% (w/v) ต่อตัวอย่างน้ำปัสสาวะเป็น 1.2:1 โดยปริมาตร ย่อยที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นฉีดตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้วเข้าสู่ระบบฟลอสอินเจคชัน

ในระบบวิเคราะห์แบบฟลอสอินเจคชัน โจนของตัวอย่างจะเคลื่อนที่เข้าผสมกับกระแสของคู่ปฏิกิริยารีดอกซ์ ผสมและเร่งปฏิกิริยาคด้วยความร้อนภายใน reaction coil ซึ่งทำด้วยแก้วยาว 200 เซนติเมตรแช่อยู่ในอ่างน้ำซึ่งควบคุมอุณหภูมิ ณ 43°C อันเป็นการเพิ่มความไวของการวิเคราะห์ สีหรือความเข้มข้นของ Ce (IV) ที่สัมพันธ์กับปริมาณไอโอดีคจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ 420 นาโนเมตร ในการทดลองครั้งนี้ได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ด้วย อาทิ อัตราการไหล ความยาวของ reaction coil อุณหภูมิอ่างน้ำ ปริมาตรสารตัวอย่าง และความเข้มข้นของสาร จากสภาวะที่เหมาะสมพบว่า สำหรับความเข้มข้นในช่วงต่ำ (10-100 ไมโครกรัมไอโอดีคต่อลิตร) สัญญาณมีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับความเข้มข้นของไอโอดีน ส่วนความเข้มข้นในช่วงสูง (100-500 ไมโครกรัมไอโอดีคต่อลิตร) สัญญาณมีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับค่าลอการิทึมของความเข้มข้น ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์เท่ากับ 3 ไมโครกรัมไอโอดีคต่อลิตร (3σ) ร้อยละของการคืนกลับเฉลี่ยเท่ากับ 99% (n=8) วิธีการที่พัฒนานี้ให้ความแม่นยำของการวิเคราะห์ที่น่าพอใจ โดยมีค่า %RSD = 1.4 (n=10) เมื่อเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนที่ถูกขับออกมาในน้ำปัสสาวะจากจำนวน 13 ตัวอย่าง เทียบกับวิธีการวิเคราะห์แบบ batch ที่นิยมใช้ทั่วไปพบว่า ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นวิธีการที่พัฒนาขึ้นนี้จึงสามารถใช้แทนที่วิธี batch ได้ นอกจากนี้การวิเคราะห์แบบฟลอสอินเจคชันที่พัฒนาขึ้นยังมีข้อดีเหนือกว่าวิธี batch กล่าวคือ มีความรวดเร็วและแม่นยำสูงกว่า เนื่องจากระบบช่วยลดความผิดพลาดที่มาจากผู้ทดลองได้ นอกจากนี้ยังสามารถพัฒนาให้เป็นวิธีการวิเคราะห์แบบอัตโนมัติได้ต่อไป