



**STUDIES OF FLOW INJECTION TECHNIQUE FOR
DETERMINATION OF IODINE IN URINE
BY CATALYTIC REACTION**

NUANLAOR RATTANAWIMARNWONG

อธิบดี
จาก
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**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**

2000

ISBN 974-664-345-2

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
N969s
2000
c.2
44986 c.2

4036377 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;
M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : URINARY IODINE/ STOP-FLOW INJECTION/ CATALYTIC
REACTION

NUANLAOR RATTANAWIMANWONG: STUDIES OF FLOW INJECTION
TECHNIQUE FOR DETERMINATION OF IODINE IN URINE BY CATALYTIC
REACTION THESIS ADVISOR: DUANGJAI NACAPRICHA, Ph. D., PRAPIN
WILAIRAT, Ph. D., JUWADEE SHIOWATANA, Ph. D. 104 p. ISBN 974-664-345-2

The level of urinary iodine (UI) is often used as a biochemical indicator in the assessment of iodine deficiency. In this work, the use of flow injection technique for UI determination was studied. The determination was based on the catalytic effect of iodide in redox reaction between Ce(IV) and As(III). The reduction in yellow color of Ce(IV) is measured spectrophotometrically at 420 nm. The change in absorbance of Ce(IV) and after the reaction, which has taken place for a fixed time interval is related to the amount of iodide present in the reaction. For the analysis, urine samples and standards were digested with 28% w/v chloric acid.

This work presents the use of stop-FI mode as an alternative method of the continuous-FI developed by S. Muangkaew. The system was based on the above catalytic reaction. Optimum conditions such as mixing geometry, sample volume, 'go-stop' interval and 'stop-go' interval were investigated. Over the concentration range studied (0-200 $\mu\text{g I/L}$), the signal was directly proportional to the iodide concentration. The detection limit was 2.3 $\mu\text{g I/L}$. Average total recovery was 99% ($n=8$). The method gave satisfactorily low % RSD ($n=10$) of 0.25%, although the operational procedure was carried out manually. Method comparison, performed on 11 samples, showed no significant difference between the results obtained from four methods (i.e. batch, stop-FI, continuous-FI and ICP-MS). The agreement suggests that the stop-FI method, developed in this work, can efficiently substitute the conventional batch, continuous-FI and ICP-MS methods.

Because the digestion step using chloric acid is difficult to perform and has problems related to environmental contamination, the necessity of sample treatment prior to analysis was re-examined. The kinetic profile of urine (without sample clean up) was studied in comparison with iodide standard. For convenience, the technique of stop-flow injection, stop-FI, was used for the kinetic studies. With this mode of FI, kinetic study was performed to a) confirm the order of the reaction, b) determine the rate constant and c) study the interferent effects. The results confirmed that sample treatment is necessary in determination of UI when the redox reaction between Ce (IV) and As (III) is employed.

FI methods incorporating gas diffusion or dialysis (microfiltration) were tested for on-line sample treatment instead of acid digestion. However, it was found that it was not possible to use these types of treatment in the FI approach, especially under the condition used. Therefore, digestion with chloric acid must still be used to inactivate a variety of interfering substances in urine.

4036377 SCAI/M : สาขาวิชา: เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์:

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นวลละออ รัตนวิมานวงศ์: การศึกษาเทคนิคฟลอสอินเจกชันซึ่งอาศัยปฏิกิริยาที่มีการเร่งสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ (STUDIES OF FLOW INJECTION TECHNIQUE FOR DETERMINATION OF IODINE IN URINE BY CATALYTIC REACTION) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D., ประทีม วิไลรัตน์, Ph.D., ยุวดี เชี่ยววัฒนา, Ph.D., 104 หน้า. ISBN 974-664-345-2

ปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ มักจะใช้เป็นดัชนีบ่งชี้ถึงสภาพการขาดสารไอโอดีนในประชากร จึงได้ศึกษาเทคนิคฟลอสอินเจกชันเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ ซึ่งเทคนิคดังกล่าวอาศัยปฏิกิริยาระหว่าง Ce(IV) และ As(III) โดยมีไอโอดีนเป็นคะตะลิสต์ เมื่อปฏิกิริยาคำเนินไปถึงของ Ce(IV) จะลดลง และที่ลดลงของ Ce(IV) นี้จะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณไอโอดีนที่มีอยู่ในปฏิกิริยา ในการวิเคราะห์จะต้องทำการย่อยตัวอย่างน้ำปัสสาวะ และ สารละลายมาตรฐานไอโอดีนก่อนที่จะฉีดเข้าสู่ระบบฟลอสอินเจกชัน

ในงานวิจัยนี้ได้เสนอการใช้เทคนิค stop-FI เพื่อเป็นอีกทางเลือกหนึ่ง นอกเหนือจากเทคนิค continuous-FI ซึ่งพัฒนาโดยเสาวภา เมืองแก้ว ที่มีอยู่เดิมโดยอาศัยปฏิกิริยาเดียวกัน และได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ อาทิ ลักษณะการผสมของสารในท่อ, ปริมาณตัวอย่างที่ฉีด, ช่วงเวลาดังแต่ฉีดตัวอย่างจนกระทั่งปิดปั๊ม และ ช่วงเวลาที่ทำการหยุดปั๊ม จากสภาวะที่เหมาะสมพบว่าสำหรับความเข้มข้นของไอโอดีนในช่วงที่ทำการศึกษา ตั้งแต่ 0-200 ไมโครกรัมต่อลิตร สัญญาณที่ได้แปรผันตรงกับความเข้มข้นของไอโอดีน โดยค่าขีดจำกัดต่ำสุดคือ 2.3 มิลลิกรัมต่อลิตร ร้อยละของการกลับคืนเฉลี่ยเท่ากับ 99 เปอร์เซ็นต์ (n=8) วิธีการที่พัฒนานี้ให้ความแม่นยำของการวิเคราะห์ที่น่าพอใจ คือมีค่า %RSD เท่ากับ 0.25 เปอร์เซ็นต์ (n=10) เมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองที่ได้จาก 4 เทคนิคได้แก่ เทคนิค Batch, stop-FI, continuous-FI และ ICP-MS พบว่าจากการวิเคราะห์น้ำปัสสาวะจำนวน 11 ตัวอย่าง ให้ผลการทดลองที่ไม่แตกต่างกัน อย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นระบบ stop-FI ที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถใช้แทนวิธี Batch continuous-FI และ ICP-MS ได้

เนื่องจากการย่อยดังกล่าวมีความยุ่งยากและทำให้เกิดก๊าซซึ่งเป็นพิษต่อร่างกาย ดังนั้นความจำเป็นในขั้นตอนนี้จึงถูกนำมาศึกษาอีกครั้ง โดยอาศัยข้อมูลทางจลนศาสตร์ที่ได้จากตัวอย่างเทียบกับสารมาตรฐานไอโอดีน และเพื่อความสะดวกในทางปฏิบัติจึงได้นำเทคนิคฟลอสอินเจกชันที่มีการหยุดไหลบางขณะ (stop-FI) มาใช้ในการศึกษาจลนศาสตร์เพื่อ 1) ยืนยันอันดับของปฏิกิริยา 2) หาค่าคงตัวของปฏิกิริยา และ 3) ศึกษาผลของสารรบกวนของปฏิกิริยา

เทคนิคฟลอสอินเจกชันที่เชื่อมกับหน่วยของ gas diffusion หรือ dialysis ได้ถูกนำมาศึกษาเพื่อการเตรียมตัวอย่างโดยตรงแทนวิธีเตรียมตัวอย่างด้วยการย่อยแบบเดิม แต่พบว่าเทคนิคดังกล่าวมีความเป็นไปได้น้อย ดังนั้นการย่อยตัวอย่างด้วยกรรคอลลอริกยังมีความจำเป็นเพื่อลดผลกระทบจากสารรบกวนที่มีอยู่ในน้ำปัสสาวะต่อไป