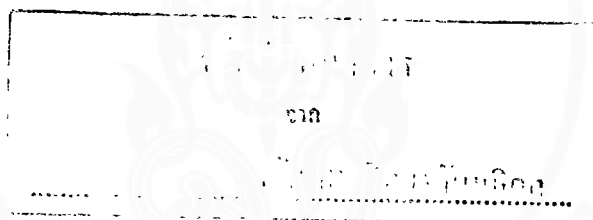


**INVESTIGATION OF CATALYTIC DETERMINATION OF
IODIDE IN FLOW INJECTION TECHNIQUE**

NAMFON TONGTAVEE



**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 974-664-317-7

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

74
142
500
02
45018 e.2

4036378 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;
M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : IODIDE / CATALYTIC DETERMINATION /
FLOW INJECTION

NAMFON TONGTAVEE : INVESTIGATION OF CATALYTIC
DETERMINATION OF IODIDE IN FLOW INJECTION TECHNIQUE. THESIS
ADVISORS: DUANGJAI NACAPRICHA Ph. D., PRAPIN WILAIRAT Ph. D., 121
p., ISBN 974-664-317-7.

A flow injection (FI) system employing the catalytic behavior of iodide on the decomposition of FeSCN^{2+} in the presence of nitrite was used to determine trace iodide at the parts per billion level. The system was operated using two modes, the normal continuous mode and the stopped-flow mode.

In the continuous mode, the absorbance of the flowing sample plug was recorded on a x/t recorder. In the stopped-flow mode, the flow was stopped after a certain time interval when the reaction zone had reached the observation cell. The stopped-flow mode was developed to increase the sensitivity of the analysis. Quantitation of iodide using the stopped-flow mode was carried out by two methods. One was based on the calibration of the absorbance signal at a fixed time and the concentration of iodide. The second method employed calibration between the rate of reaction and the analyte concentration.

Detection limits were found to be 4.2 ngI/mL ($3S/N$, $n=10$) for the continuous mode and 1.2 ngI/mL (3σ , $n=10$) for the stopped-flow mode. The two modes gave satisfactory precision although the flow was stopped by manually switching off the pump. For iodide at a low concentration (20 ngI/mL) the relative standard deviation (RSD) were found to be 4.9% ($n=10$) for continuous mode and 3.1% for stopped-flow mode. For a solution of 180 ngI/mL, which was the upper concentration limit, RSD for the continuous mode was 0.9%. RSD of 2.0% was found for the stopped-flow mode for the upper limit of 80 ngI/mL.

Comparison of the FI system, performed on 11 samples, showed some differences between the four methods, namely the present FI method, FI with the Sandell-Kolthoff method (both in continuous mode), the potentiometric method using iodide selective electrode (ISE) and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). However the present FI method can be further developed as an alternative method for determination of iodide.

4036378 SCAI/M: สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;
วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นำฝน ทองทวี : การศึกษาปฏิกิริยาชนิดที่มีการเร่งสำหรับวิเคราะห์ไอโอไดด์ปริมาณน้อยด้วยเทคนิคฟลอสอินเจกชัน (INVESTIGATION OF CATALYTIC DETERMINATION OF IODIDE IN FLOW INJECTION TECHNIQUE) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ดวงใจ นาคะปรีชา Ph. D., ประพิณ วิไลรัตน์ Ph. D. 121 หน้า, ISBN 974-664-317-7

ระบบฟลอสอินเจกชันที่อาศัยปฏิกิริยาคะตะไลติกของไอโอไดด์ที่รบกวนการเกิดสมดุลของเหล็ก (III) ไฮโอไซยานตทำให้มีปริมาณลดลงในสถานะที่มีไนไตรท์นั้นได้นำมาใช้สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไอโอไดด์ในระดับนาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ระบบดังกล่าวสามารถวิเคราะห์ปริมาณได้ 2 วิธีคือ แบบชนิดมีการไหลของสารอย่างต่อเนื่อง และแบบที่มีการหยุดการไหลของสารบางขณะ

ในระบบแบบที่มีการไหลของสารอย่างต่อเนื่องนั้น ค่าการดูดกลืนแสงของท่อนสารละลายที่เปลี่ยนแปลงไปจะถูกบันทึกโดยต่อเนื่องด้วยเครื่องบันทึกสัญญาณแบบ x/t สำหรับภายใต้ระบบแบบที่มีการหยุดไหลของสารบางขณะนั้น การไหลของสารซึ่งต่อมาได้ทำการหยุดไหลภายหลังการฉีด ณ เวลาครั้งที่ซึ่งเป็นเวลาเดียวกันกับที่ท่อนของสารละลายไอโอไดด์ที่เกิดปฏิกิริยาไปแล้วบางส่วนอยู่ในตำแหน่งที่ cell ทำการตรวจวัด โดยภายใต้เงื่อนไขที่มีการหยุดไหลนั้น สามารถใช้ในการเพิ่มความไวของการวิเคราะห์และนำเสนอข้อมูลทางจลนศาสตร์เคมีของปฏิกิริยาซึ่งศึกษาได้จากระบบการทดลองเดียวกัน การหาปริมาณไอโอไดด์ภายใต้ระบบแบบที่มีการหยุดไหลของสารบางขณะนั้นสามารถทำได้ 2 วิธี วิธีแรกอาศัยความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างค่าการดูดกลืนแสงที่เปลี่ยนไปกับความเข้มข้นของไอโอไดด์ อีกวิธีหนึ่งอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างอัตราของปฏิกิริยาที่หาได้ในช่วงเวลาหนึ่งกับความเข้มข้นของสาร

ขีดจำกัดค่าสุดของการวิเคราะห์ สำหรับระบบชนิดที่มีการไหลต่อเนื่อง ($3S/N$, $n=10$) และ สำหรับระบบที่มีการหยุดไหลบางขณะ (3σ , $n=10$) มีค่าเท่ากับ 4.2 และ 1.2 นาโนกรัมไอโอไดด์ต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ ทั้งสองระบบให้ความแม่นยำในการวิเคราะห์ที่น่าพอใจ แม้ว่าในระบบที่มีการหยุดไหลที่ผู้ทำการทดลองสามารถทำเองได้ ในการฉีดสารละลายไอโอไดด์จำนวน 10 ครั้งได้แสดงค่า RSD ที่ต่ำ ที่ความเข้มข้นของสารละลายไอโอไดด์ต่ำ เช่น 20 นาโนกรัมไอโอไดด์ต่อมิลลิลิตร ค่า RSD มีค่าเท่ากับ 4.9% สำหรับระบบไหลต่อเนื่อง และมีค่า 3.1% สำหรับระบบที่มีการหยุดไหล ตัวแทนความเข้มข้นสูงในระบบไหลต่อเนื่อง เช่น 180 นาโนกรัมไอโอไดด์ต่อมิลลิลิตร ให้ค่า RSD เท่ากับ 0.9% และ ตัวแทนความเข้มข้นสูงในระบบที่มีการหยุดไหลเช่น 80 นาโนกรัมไอโอไดด์ต่อมิลลิลิตร ให้ค่า RSD เท่ากับ 2.0%

ในการประเมินระบบฟลอสอินเจกชันดังกล่าวนี้ได้ทดลองใน 11 ตัวอย่าง เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับระบบฟลอสอินเจกชันที่อาศัยปฏิกิริยาคะตะไลติกชนิด Sandell-Kolthoff การวิเคราะห์ทางโพเทนซิอิมเมตริก (ISE) และ เทคนิคทางสเปกโตรสโคปี (ICP-MS) พบว่า ให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่อย่างไรก็ตาม ระบบฟลอสอินเจกชันที่เสนอนี้ยังสามารถพัฒนาต่อไปเพื่อใช้สำหรับวิเคราะห์ไอโอไดด์ปริมาณน้อยได้