



**INVESTIGATION OF REDUCTION OF IODATE TO IODIDE  
PRIOR TO KINETIC DETERMINATION OF IODINE USING  
CERIUM(IV)-ARSENIC(III) REACTION**

**SUPASIN SUWANNACHOAT**

**๒**

**With compliments  
of**

**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**

**2001**

**ISBN 974-04-1092-8**

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

TH  
S959 น  
2001  
3.2

4136692 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;

M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS: KINETIC METHOD/ SANDELL-KOLTHOFF METHOD/ IODINE/  
IODATE/ REDUCTION/ CHLORIDE ION/ DRINKING WATER/  
IODISE SALT

SUPASIN SUWANNACHOAT: INVESTIGATION OF REDUCTION OF IODATE TO IODIDE PRIOR TO KINETIC DETERMINATION OF IODINE USING CERIVM(IV)-ARSENIC(III) REACTION. THESIS ADVISORS: DUANGJAI NACAPRICHA, Ph.D., PRAPIN WILAIRAT, Ph.D. 151 p. ISBN 974-04-1092-8

The kinetic method using the catalytic effect of iodide in the redox reaction between Ce(IV)-As(III) has been widely used to determine trace concentration of iodine in a variety of samples (such as natural water, biological fluids and food). Only iodine in the form of iodide can catalyse this reaction. To apply this method for determination of iodate, a study was made to find the optimal condition for primary reduction of iodate to iodide prior to the kinetic determination. Two experiments were carried out for this purpose. One employed the kinetic spectrophotometric method. The other method used an iodide ion selective electrode (ISE). The experiments agreed well and confirmed that iodate can be completely reduced to iodide by incubating the iodate solution with arsenious acid containing excess chloride ion. The results demonstrated that under the condition used in the preparation of arsenious acid, 100% reduction can be achieved within a 1 minute incubation period. This 1 minute incubation time was chosen as the optimal period based upon the achievement of a pseudo-first order kinetics of the indicator reaction with less than 1% fitting error.

The developed method was tested for determination of iodine in the simplest matrix, that is the synthetic samples containing KIO<sub>3</sub>. The kinetic methods including the derivative method and the fixed-time methods were validated with an ICP-MS method. There was no significant difference between results obtained from the kinetic methods and from the ICP-MS method.

The proposed kinetic methods were applied to determine iodine in the form of iodate in two samples: drinking water and iodised salt. The validation with an ICP-MS method showed that the method is successfully applicable for drinking water. For iodised salt samples, the validation was made against a colorimetric Flow Injection (FI) method. The results showed that the kinetic methods are also applicable for determination of iodine in iodised salts.

4136692 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

ศุภสิน สุวรรณโชติ: การศึกษาการรีดิวซ์ไอโอเดตเป็นไอโอไดด์ก่อนวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนด้วยวิธีทางจลนศาสตร์อาศัยปฏิกิริยาระหว่างซีเรียม(IV)-อาร์เซนิก(III) (INVESTIGATION OF REDUCTION OF IODATE TO IODIDE PRIOR TO KINETIC DETERMINATION OF IODINE USING CERIUM(IV)-ARSENIC(III) REACTION) :

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D., ประพิณ วิไลรัตน์, Ph.D.  
151 หน้า. ISBN 974-04-1092-8

การหาปริมาณไอโอดีนด้วยวิธีทางจลนศาสตร์อาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซีเรียม(IV)-อาร์เซนิก(III) ที่มีไอโอไดด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการหาไอโอดีนปริมาณน้อยในตัวอย่างชนิดต่างๆ เช่น น้ำธรรมชาติ ของเหลวในร่างกาย และ อาหาร ทั้งนี้ไอโอดีนซึ่งอยู่ในรูปของไอโอไดด์เท่านั้นที่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ ดังนั้นเพื่อประยุกต์ใช้วิธีนี้ในการหาปริมาณไอโอเดตจึงต้องทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการรีดิวซ์ไอโอเดตเป็นไอโอไดด์ ก่อนหาปริมาณด้วยวิธีทางจลนศาสตร์ การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมทำการทดลองสองแบบ แบบแรกใช้วิธีทางจลนศาสตร์ซึ่งติดตามโดยสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แบบที่สองใช้ไอโอไดด์ไอออนซีเลคทีฟอิเล็กโทรด (ISE) ทั้งสองการทดลองให้ผลที่สอดคล้องกันและสามารถยืนยันได้ว่าไอโอเดตถูกรีดิวซ์เป็นไอโอไดด์ได้อย่างสมบูรณ์ ภายในระยะเวลา 1 นาที ที่ทิ้งไว้ให้สารละลายไอโอเดตผสมกับกรดอาร์เซนิกที่มีคลอไรด์มากเกินไป แสดงได้จากการได้ pseudo-first order kinetic ในปฏิกิริยา  $Ce(IV) - As(III)$  เช่นเดียวกับไอโอไดด์ซึ่งทั้งสองรูปของไอโอดีนให้ค่าร้อยละของความคลาดเคลื่อนในการ fit curve น้อยกว่า 1 %

วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ได้นำไปทดสอบในการหาปริมาณไอโอดีน ในตัวอย่างที่ไม่ซับซ้อนได้แก่ ตัวอย่างที่สร้างขึ้นซึ่งมีโปแทสเซียมไอโอเดตและตัวอย่างน้ำดื่มโดยได้ใช้วิธีทางจลนศาสตร์ 2 วิธี คือ วิธี full kinetic และวิธี fixed - time และได้ทดลองเปรียบเทียบผลวิเคราะห์กับวิธี ICP-MS พบว่า ทุกวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญระหว่างผลที่ได้จากวิธีทางจลนศาสตร์ สำหรับตัวอย่างเกลือเสริมไอโอดีนได้ถูกพิสูจน์ว่าสามารถใช้วิธีทางจลนศาสตร์ที่เสนอได้โดยเทียบกับวิธีคัลเลอร์ริเมตริกโฟลอินเจกชัน (FI) ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ