



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาระบบสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะแบบใหม่

โดย ดร. ดวงใจ นาคะปรีชา และคณะ

กรกฎาคม 2543



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาระบบสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะแบบใหม่

โดย ดร. ดวงใจ นาคะปรีชา และคณะ

กรกฎาคม 2543

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาระบบสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะแบบใหม่
โดยอาศัยเทคนิค Flow Injection Analysis

คณะผู้วิจัย	สังกัด
1. ดร. ดวงใจ นาคะปรีชา	มหาวิทยาลัยมหิดล
2. รศ. ดร. เกตุ กรุดพันธ์	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
3. รศ. ดร. ยวดี เชื้อววัฒนา	มหาวิทยาลัยมหิดล
4. รศ. ดร. ประพนธ์ วิไลรัตน์	มหาวิทยาลัยมหิดล
5. ดร. กฤษณเดช เจริญสุธาสินี	มหาวิทยาลัยวลัยลักษณ์
6. นางสาวเสาวภา เมืองแก้ว	มหาวิทยาลัยมหิดล (อดีตนักศึกษาระดับปริญญาโท)
7. นางสาวนวลละออ รัตนวิมานวงศ์	มหาวิทยาลัยมหิดล (อดีตนักศึกษาระดับปริญญาโท)
8. นายมานะ อมรธำมรงค์	มหาวิทยาลัยมหิดล (อดีตนักศึกษาระดับปริญญาโท)

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

ชุดโครงการวิจัยหลังปริญญาเอก

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ได้ให้โอกาสในการสร้างงานวิจัยขึ้นนี้ โดยให้การสนับสนุนเป็นเงินทุนวิจัยหลังปริญญาเอก ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดลที่ได้ให้ทุนสนับสนุนเพื่อสมทบทุนวิจัยที่ได้จาก สกว. และขอขอบคุณ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ ที่ได้ให้ทุนสำหรับการทำงานบางส่วนในการศึกษาการเชื่อมต่อสัญญาณจากเครื่องตรวจวัดเข้าคอมพิวเตอร์ (computer interface)

ขอขอบคุณ รศ. ดร. เกตุ กรุดพันธ์ และ รศ. ดร. ชวดี เชี่ยววัฒนา ที่ได้รับเป็นนักวิจัยที่ปรึกษา และให้ข้อคิดและคำแนะนำต่าง ๆ เพื่อการนำผลงานไปตีพิมพ์ ขอขอบคุณ รศ. ดร. ประพัฒน์ วิไลรัตน์ในคำวิจารณ์ และข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์โดยเฉพาะในเรื่องของ kinetic studies ขอขอบคุณ ดร. กฤษณะเดช เจริญสุธาสนี ผู้ร่วมวิจัยที่ได้เสนอความคิดและร่วมวิจัยในส่วนของการทำ computer interface ขอขอบคุณนักศึกษาระดับปริญญาโทที่อยู่ในคณะวิจัยทุกคนที่ได้อุทิศตนทำงานอย่างเต็มที่ ทำให้งานวิจัยและการเสนอผลงานในระดับต่าง ๆ ประสบความสำเร็จด้วยดี

Abstract

Project Code: PDF/65/40

Project Title: Development of a novel system for urinary iodine determination based on flow injection analysis

Investigators: Duangjai Nacapricha^a, Kate Grudpan^b, Juwadee Shiowatana^a, Prapin Wilairat^a, Krisanadej Jareonsutasinee^c, Saowapha Muangkaew^a, Nuanlaor Ratanawimarnwong^a and Mana Amornthammarong^a
^aMahidol University, ^bChiang Mai University, ^cWalailak University

Email Address: scdnc@mahidol.ac.th

Project Period: 1 August 1997 to 31 July 2000.

Objectives:

1. To develop a flow injection (FI) system for determination of iodine in urine.
2. To validate the FI system with another technique of determination.
3. To gain some international publications
4. To interface the spectrophotometer, which is the detector used in the FI system, with a personal computer. The results will be used in the design of a commercial FI system in future.

Methodology: Development of the FI system was carried out using the method of Sandell and Kolthoff with the catalytic effect of iodide. Three types of on-lined treatment was studied for urine prior to determination in the FI system. However the three on-lined methods were not appropriate. Finally a continuous-FI system was developed for an off-lined urine digestion. The system was later modified to a stopped-FI system, which can be used in alternative to the continuous system. The two systems of FI were validated with the standard batch method and a method with different detection for iodine that is inductively coupled plasma mass spectrometry.

As well as the development of the FI systems, interfacing of spectrophotometer to a PC was studied.

Results: Two FI systems which are continuous and stopped FI systems, were developed and were validated. Results of urine analysis between all the methods gave statistically good agreement. A method for interfacing a spectrophotometer to a PC was developed.

Discussion Conclusion: The validation results have shown that the two FI systems are suitable to use in determination of urinary iodine. The systems provide satisfactory sensitivities and detection limits. The methods gave better control of analytical precision than the standard batch method. The method is cost effective comparing to other methods proposed by some authors. Also the methods are readily available for automation.

The method developed for interfacing a spectrophotometer to a PC was novel because there have never been reported that an audio card was used in this purpose.

Suggestion/Further Implication/Implementation:

The method of interfacing the instrument giving DC output can be used for future design of a commercially available FI instrument for determination of urinary iodine.

Keywords: iodine, urine, determination, interface, catalytic determination

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: PDF/65/40

ชื่อโครงการ: การพัฒนาระบบสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะแบบใหม่โดยอาศัยเทคนิค Flow Injection Analysis

ผู้ทำการวิจัย: ดวงใจ นาคะปรีชา เกตุ กรุดพันธ์ ยุวดี เชี่ยววัฒนา ประพิน วิไลรัตน์ กฤษณะเดช เจริญสุธาสิณี เสาวภา เมืองแก้ว นวลละออ รัตนวิมานวงศ์และ มานะ อมรธำมรงค์

Email: scdnc@mahidol.ac.th

ระยะโครงการ: 1 สิงหาคม 2540 ถึง 31 กรกฎาคม 2543

วัตถุประสงค์: 1. เพื่อพัฒนาระบบฟลูออโรเจกชันสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ
2. เพื่อนำเทคนิคที่พัฒนาได้มาพิสูจน์ความเหมาะสมในการใช้งานจริงโดยเทียบกับเทคนิคที่ใช้อยู่และเทคนิคอื่น ๆ
3. เพื่อผลิตผลงานวิจัยคุณภาพ สำหรับตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ
4. เพื่อศึกษาวิธีการเชื่อมต่อสัญญาณจากเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เข้ากับคอมพิวเตอร์ ทั้งนี้จะได้ใช้เป็นแนวทางเพื่อการออกแบบและพัฒนาระบบฟลูออโรเจกชันดังกล่าว

วิธีการทดลอง: ได้ทำการพัฒนาระบบฟลูออโรเจกชันซึ่งอาศัยการตรวจวัดโดยวิธีที่เสนอโดย แซนเดลและโคลธอฟ ซึ่งใช้การเร่งของไอโอดีน เริ่มต้นด้วยการทดสอบการใช้ระบบ on-lined สำหรับการ treat ตัวอย่างก่อนนำเข้าสู่ปฏิกิริยา พบว่าระบบทั้ง 3 ระบบที่เลือกศึกษาไม่เหมาะสม จึงได้ใช้วิธีการย่อยแบบ off-lined แทน จากนั้นได้พัฒนาระบบฟลูออโรเจกชันที่ใช้กับวิธีย่อยตัวอย่างดังกล่าวขึ้น 2 ระบบ และได้ทดสอบผลที่ได้จากการนำระบบทั้งสองใช้วิเคราะห์โดยเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับผลที่ได้จากเทคนิคอื่น ๆ คือ เทคนิคมาตรฐานซึ่งเป็นแบบ batch และ เทคนิคอินดิคทีฟฟลูออโรเมตรี

นอกจากงานพัฒนาเทคนิควิเคราะห์ดังกล่าว ยังได้ศึกษาถึงวิธีการเชื่อมต่อเพื่อนำสัญญาณจากสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เข้ากับเครื่องคอมพิวเตอร์ด้วย

ผลการทดลอง: ได้ระบบฟลูออโรเจกชันสำหรับใช้วิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ 2 ระบบ ผลจากการทดสอบทางสถิติพบว่า ผลลัพธ์วิเคราะห์ที่ได้จากระบบทั้งสองให้ค่าที่สอดคล้องกับผลลัพธ์วิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคอื่น ๆ และนอกจากนี้ยังได้วิธีการเชื่อมต่อเพื่อนำสัญญาณจากสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เข้ากับเครื่องคอมพิวเตอร์ด้วย

วิจารณ์และสรุป: จากผลการทดสอบและเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่น ๆ พบว่าระบบฟลูออโรเจกชันที่พัฒนาได้ทั้งสองระบบเหมาะสมจะใช้งานได้จริง และระบบให้ค่าความไวและขีดต่ำสุดสำหรับการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ การใช้ระบบจะทำให้มีการควบคุมความแม่นยำในการวิเคราะห์มากกว่าวิธีที่ใช้ในปัจจุบันซึ่งเป็นแบบ batch นอกจากนี้ค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ก็ไม่สูงด้วยเมื่อเทียบกับเทคนิคอื่น ๆ ที่มีผู้เคยเสนอมา อีกทั้งระบบฟลูออโรเจกชันทั้งสองก็เป็นระบบที่สามารถนำไปปรับเป็นระบบวิเคราะห์แบบอัตโนมัติได้ทันที

สุดท้ายงานดังกล่าวได้เสนอวิธีใหม่สำหรับการเชื่อมต่อเพื่อนำสัญญาณจากสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เข้ากับเครื่องคอมพิวเตอร์ด้วย เทคนิคนี้ใช้ audio card เป็นอุปกรณ์หลัก ซึ่งเป็นเทคนิคใหม่

ข้อเสนอแนะหรือการนำไปใช้ประโยชน์: วิธีการเชื่อมต่อสัญญาณเข้ากับอุปกรณ์ตรวจวัดที่ให้ dc output จะเป็นประโยชน์แก่การออกแบบระบบฟลูออโรเจกชันสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ ที่จะคาดว่าจะปรับปรุงเป็นระบบ commercial ได้ต่อไป

Keywords: ไอโอดีน ปัสสาวะ การวิเคราะห์เชิงปริมาณ การเชื่อมต่อ การวิเคราะห์แบบกะตะไลติก

Executive summary

1. การปรับวัตถุประสงค์โครงการและแผนการวิจัย

หัวหน้าโครงการมีความจำเป็นจะต้องปรับวัตถุประสงค์ของโครงการพร้อมปรับเปลี่ยนแผนการวิจัย เพื่อให้สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้ และเพื่อให้มี output ของโครงการ ทัดเทียมกับที่ได้เคยเสนอไว้ในโครงร่างงานวิจัย โดยสรุปการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สรุปการปรับเปลี่ยนวัตถุประสงค์การวิจัย

วัตถุประสงค์เดิม	วัตถุประสงค์ใหม่
1. เพื่อพัฒนาระบบโฟลอินเจกชันสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ	1. คงเดิม
2. เพื่อพัฒนาระบบโฟลอินเจกชันสำหรับวิเคราะห์ไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ ที่มีการพ่วง on-lined UV digester เพื่อจะได้ฉีดปัสสาวะเข้าระบบโดยตรง*	2. เพื่อนำเทคนิคที่พัฒนาได้มาพิสูจน์ความเหมาะสมในการใช้งานจริงโดยเทียบกับเทคนิคที่ใช้อยู่และเทคนิคอื่น*
3. เพื่อผลิตผลงานวิจัยคุณภาพ สำหรับตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ	3. คงเดิม
	4. เพื่อศึกษาวิธีใหม่สำหรับการเชื่อมต่อสัญญาณจากเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เข้ากับเครื่องคอมพิวเตอร์

หมายเหตุ * สาเหตุที่ต้องปรับเปลี่ยนวัตถุประสงค์โครงการวิจัยเพราะไม่สามารถทำให้วัตถุประสงค์ที่ 2 เดิมนั้นสัมฤทธิ์ผลได้ จึงได้ปรับเป็นวัตถุประสงค์ที่ 2 อันใหม่ และได้เพิ่มเติมวัตถุประสงค์ที่ 4 เป็นการทดแทน

ทั้งนี้หัวหน้าโครงการได้ปรับเปลี่ยนแผนการวิจัยไว้ดังได้เสนอในรายงานความก้าวหน้า (18 และ 30 เดือน และรายงานประจำปีที่ 2)

2. Output ของโครงการ

2.1 Output ของโครงการในเรื่องของการตีพิมพ์สรุปได้ดังต่อไปนี้

- 2.1.1 M. Amornthammarong, K. Jareonsutasinee and D. Nacapricha, "Interfacing of spectrophotometric detector to a personal computer via an audio card for a flow injection system, Lab. Robotics and Automation, 2000, 12, 138-141. (ภาคผนวก ก)

- 2.1.2 **D. Nacapricha**, S. Muangkaew, N. Ratanawimarnwong, J. Shiowatana and K. Grudpan, "Continuous and stopped flow injection for catalytic determination of iodine in urine" submitted to The Analyst by August 2000 (ทางสำนักบรรณาธิการวารสารได้แจ้งการรับบทความเพื่อพิจารณาแล้ว เมื่อวันที่ 4 ก.ย. 43) (ภาคผนวก ข)
- 2.1.3 **D. Nacapricha**, N. Ratanawimarnwong, S. Suwannachot, P. Wilairat, J. Shiowatana and K. Grudpan, "Stop flow injection with the catalytic effect of iodide for kinetic determination of iodine" (manuscript in preparation and to be submitted either to Talanta or to Anal. Chim. Acta. by October 2000.

2.2 Output ของโครงการในเรื่องของผลการวิจัยสรุปได้ดังต่อไปนี้

- 2.2.1 ได้ระบบ 2 ระบบ ที่เป็นระบบวิเคราะห์แบบ flow injection (FI) สำหรับใช้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนในน้ำปัสสาวะ ซึ่งเหมาะสมที่จะใช้สำหรับการสำรวจการขาดแร่ธาตุไอโอดีนในประชากร ซึ่งมักจะต้องวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำปัสสาวะครั้งละหลาย ๆ ตัวอย่างพร้อมกัน ระบบที่พัฒนาได้นั้นให้ความแม่นยำที่ดีกว่าวิธีเดิมที่ใช้กันในปัจจุบัน เพราะสามารถควบคุมความแม่นยำในการวัดได้ และมีความสะดวกกับผู้ใช้งานกว่าวิธีเดิมมาก ระบบพร้อมที่จะปรับใช้เป็นแบบอัตโนมัติได้ หากมีเครื่องมือ FIA ที่มีจำหน่ายอยู่แล้ว ระบบที่พัฒนาได้นี้มีค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ต่ำมาก เมื่อเทียบกับเทคนิคที่เป็น gold standard อื่น ๆ เช่น Inductively coupled plasma mass spectrometry ซึ่งทดสอบทางสถิติแล้วพบว่าให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ
- 2.2.2 ได้วิธีใหม่ในการเชื่อมต่อ spectrophotometer เข้ากับคอมพิวเตอร์เพื่อนำสัญญาณไปประมวลต่อไป ซึ่งเทคนิคดังกล่าวได้ใช้ audio card เป็นอุปกรณ์สำคัญในการเชื่อมต่อ วิธีดังกล่าวเป็นวิธีใหม่ และจะได้ทดลองนำวิธีนี้ไปใช้ในอนาคตซึ่งมีโครงการที่จะขยายผลงานวิจัยเพื่อปรับระบบวิเคราะห์ให้เป็นแบบ commercial หากได้รับการสนับสนุน
- 2.2.3 โครงการวิจัยนี้ได้เอื้อให้มีการผลิตมหาบัณฑิต ทางด้านเคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ ประยุกต์ จำนวน 3 คน
- 2.2.4 งานวิจัยในส่วนที่เป็นการศึกษาการเชื่อมต่อสัญญาณ spectrophotometer เข้ากับคอมพิวเตอร์ ซึ่งได้รับทุนสนับสนุนบางส่วนจาก ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) นั้น งานดังกล่าวนอกจากจะเป็นจุดเริ่มต้นให้มีโอกาสได้ทำงานร่วมกับอาจารย์ในสาขาฟิสิกส์ (ดร. กฤษณะเดช เจริญสุธาเสถียร) แล้ว นักศึกษาที่ดูแลศึกษาเรื่องดังกล่าวได้รับรางวัลที่ 3 ประเภทซอฟต์แวร์ที่เป็นเครื่องมือและซอฟต์แวร์อื่น ๆ จาก NECTEC เมื่อวันที่ 13 กุมภาพันธ์ 2541

เนื้อหางานวิจัย (ดูหัวข้อ 1 ถึง 5)

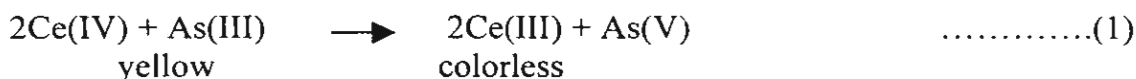
1 Introduction

Iodine contents in urine have been widely used as a marker for status assessment of iodine deficiency disorder (IDD). In 1992, the ICCIDD/WHO/UNICEF¹, gave the following values as a guide for IDD status: <20 µg I l⁻¹ (severe); 20-49 µg I l⁻¹ (moderate); 50-100 µg I l⁻¹ (mild) and >100 µg I l⁻¹ (normal). There have been a number of documents that describe methods for determination of inorganic iodine content and total content in urine.

For the quantitation of free iodide, different modes of high performance liquid chromatography (HPLC) such as ion² and ion-pair reversed-phase^{3,4,5} were proposed with either electrochemical detection^{3,4,5} or post-column reaction.² Yabu et al. have proposed a method to measure iodide content in urine using iodide-selective electrode.⁶

Total content of iodine can be determined by using a hyphenated technique such as inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Usually dilution of sample with water⁷ or other types of reagent such as nitric acid^{7,8} and ammonia⁹ is adequate for this technique. Variations in the signals of the detection mass, are corrected by addition of some internal standards, e.g., europium⁸ rhodium or indium.⁷ An ICP-MS for determination of urinary iodine using isotope dilution with iodine-129 was presented by Haldimann et al.⁹

Surrounded by other methods, the most common method used in laboratories dealing with monitoring of IDD status is a spectrometric method with catalytic effect of iodide on a redox reaction between Ce(IV) and As(III).^{1,10} The method is more preferable than other methods because it is more practical as a survey tool. Sandell and Kolthoff first described the use of this reaction for determination of trace iodide catalyst in 1934.¹¹ Rodriguez and Pardue proposed some possible mechanisms based on their experimental data achieved in 1969.¹² The net reaction is



The rate of reaction is directly proportional to the iodide concentration when other factors are fixed.

Mushtakova et al.¹³ proposed a Sandell and Kolthoff method for determination of free iodide in urine. Their method requires no step of urine digestion prior to spectrometric detection of Ce(IV). However extensive investigation of interfering effect from potential species in urine is yet required for this method.

Description of the classical method was provided by Dunn et al.^{1,10} The procedure is usually carried out batchwise. Interferences to the redox reaction in urine must be eliminated prior to the step of spectrometric measurement. Digestion with chloric acid is more often used than the alkaline ashing method.¹⁴ For chloric acid digestion, iodine species are oxidised to iodate ions after digestion. Unpublished results¹⁵ apparently indicated that chloride ion added in the arsenious solution helps in conversion of iodate to iodide within less than a minute. The results have also demonstrated that the disappearance of Ce(IV) is a first-order process under the condition of the conventional method.

After chloric acid digestion, the sample is added with As(III) solution which contains sodium chloride. Finally after an accurate volume of Ce(IV) solution was added to this solution the reading of absorbance (405-420 nm) must be taken at a fixed time for all the samples and the standards. Hence technician error can easily occur in the conventional batch method. Automation of the procedure has been reported through the use of autoanalyser,

which is based on air-segmented flow (ASF) technique.^{4,16,17,18,19} The use of flow injection (FI) technique offers various advantages.²⁰ Nevertheless, there has been no report of a FI system to use in conjunction with this type of sample preparation.

In 1996, Yaping et al.²¹ have proposed a FI method for determination of iodine in urine. The method employed Sandell and Kolthoff reaction but with the use of different type of reagent ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) for on-line digestion. With this mixture of oxidant, and with the detection wavelength at 480 nm, spectral interferent is at risk especially from KMnO_4 . Another disadvantage of the method is that the method unnecessarily hired a toxic brucine as a reagent stream.

In this work, two methods developed for determination of urinary iodine based on flow injection techniques are described. The first method is proposed to use in the normal continuous mode. The system can be modified to operate under a stopped-FI mode.²⁰ Both methods are readily applicable for automation to reduce technician error, which often arise in the convention batch method.

Also the application of stopped FI was used to study kinetics of Sandell and Kolthoff reaction and the interferences of the kinetics which are caused by other species normally present in urines.

2 Experimental

2.1 Instruments

A Boekel digital dry block heater, models 111002, USA, was used for the digestion of all standards for calibration and urine samples. Two block modules were used to accommodate 12 rest tubes (20 mm x 150 mm) for a digestion run.

A PMC hot plate, model 501, USA, was used for heating arsenious acid solution during the preparation.

A precisa 40SM-200A analytical balance, Switzerland, was used for weighing chemicals in the preparation of potassium iodate stock solution and of reagent solutions.

An Elan 6000 inductively couple plasma-mass spectrometer, Canada, was used for monitoring ratio of ^{127}I to ^{115}In in method comparison.

An ORION ion selective electrode, 9653 ionplusTM series, USA, was used for measuring iodine concentration in urine for method comparison.

A Waters Sep-Pak cartridge, W9349J2, USA, was used for trapping organic substances in urine to determine inorganic iodine content.

2.2 Apparatus for the FI systems

2.2.1 Continuous FI system

The followings include the equipment for the construction of the continuous FI system used in this work. The FI manifold is shown in Fig. 1.

An Ismatec peristaltic pump, model IS7610, Switzerland, was used for propelling all reagents and injectates. Three out of four channels of the pump were fitted with cartridges each holding Tygon pump tubes i.d. 0.95 mm, wall 0.90 mm.

A Rheodyne injection valve, model 7125, USA, fitted with a Teflon loop (1.0 mm i.d.) was employed for injection of all standards and samples. Interchangeable loop allows for different size of samples to be injected by simply changing the loop length.

A Shimadzu spectrophotometer, UV-2-01, Japan, with a tungsten lamp and a Philips flow cell of 10 μL volume was used for monitoring any changes in transmittance of Ce(IV) at a wavelength within the range 410-430 nm.

A PolyScience water bath, model 2L-M, USA, was used for controlling the temperature of glass reaction coil immersed in the bath.

An Altech chart recorder, model LR 93025, USA, was used for recording the signal from the Shimadzu spectrophotometer. The recorder was set to either 20 or 50 mV f.s.d..

The FI chemifold consisted of a body made of Perspex plastic with holes for inserting tube connectors. Reagents were pumped through the chemifold and were merged before mixing in mixing coils.

Glass reaction coils of different size length, 50 and 100 cm, were made of glass tubing with i.d. 1.0 mm by curling this glass tube into a spiral shape around an opened glass cylinder i.d. 1.5 cm and 17.5 cm in length. These two sizes of reaction coil were connected using pieces of Tygon tube to make larger coils of desirable lengths.

All flow injection manifolds reported in this work were constructed using the equipment listed above. Cole Parmer tygon tubings with i.d. of 0.75 mm, 2.25 mm o.d. and 0.75 mm wall, were used for the FI assembly and for making mixing coil.

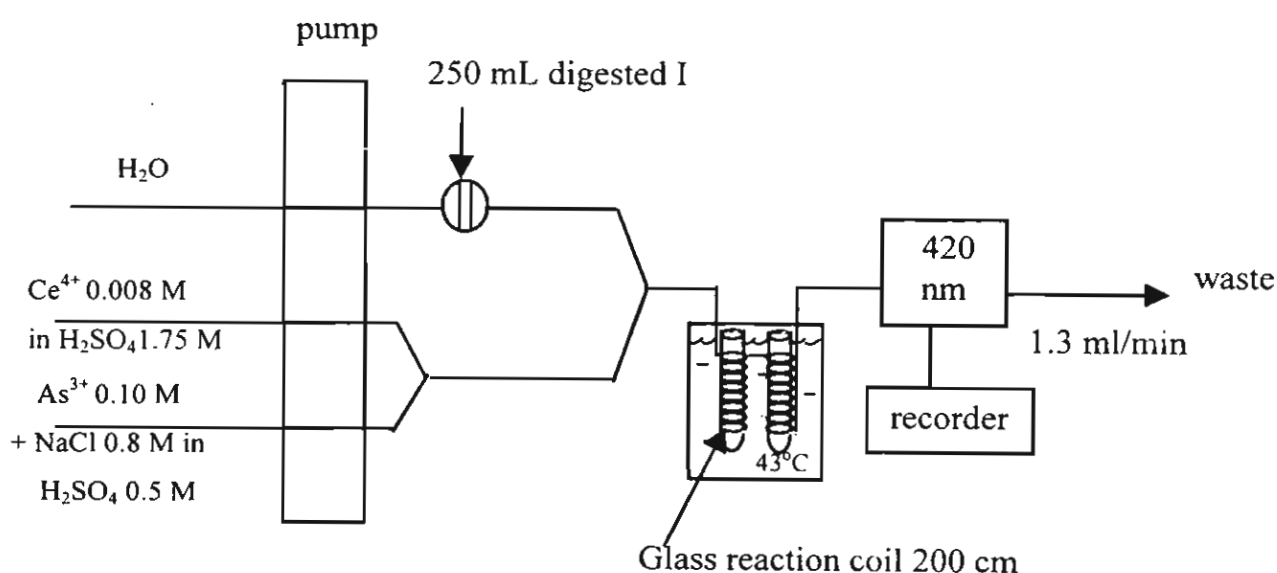


Figure 1 Schematic diagram of optimum FI system for urinary iodine

2.2.2 Stopped-FI system

The system of the continuous-FI shown in Fig. 1 was modified to operate under the stop mode for determination of urine with chloric acid digestion. In this mode, the glass coils were replaced by a coil made of Tygon tube (100 cm). The pumping rate for each channel is approximately 1 ml min⁻¹.

2.3 Preparation of solutions

All chemicals used in this work were AR grade, supplied by Merck (Germany) except indium nitrate (Fluka, Switzerland). Deionized-distilled water was obtained from a Milli-Q system, Millipore, USA, and was used throughout.

Standard iodine solutions

a) Primary stock concentration of 1000 mg I/L

For potassium iodate (KIO₃), the solid potassium iodate 0.1865 g was dissolved with deionized-distilled water in a 100.00 mL volumetric flask.

For potassium iodide (KI), the preparation procedure was similar to what described above except that the weight of KI was 0.1310 g.

b) Working iodine standard

Both solutions KIO_3 and KI were diluted in similar way as following. 0.1 mL of the primary stock was diluted to 100.00 mL with deionized-distilled water to give a standard having iodine concentration of 1.0 mg I/L that was used as the secondary stock for preparations of standard iodine for calibration.

Iodine standards for calibration, containing 50, 80, 100, 150, 200 μg I/L were prepared by respectively transfer aliquots of the secondary stock (1 μg I/mL) at the volume of 2.5, 4.0, 5.0, 7.5 and 10.0 mL into 100.00 mL volumetric flasks. These aliquots were then diluted to mark with deionized-distilled water.

KIO_3 solutions were employed as the standard solutions in this studies in Sections 3.1, 3.3 to 3.5. KI solution was also employed as standard solutions for the studies in Sections 3.2.

Chloric acid solution (28% w/v)

250 g of potassium chlorate (KClO_3) was dissolved in 455 mL of deionized-distilled water in an Erlenmeyer flask. The mixture was heated until clear solution is attained. 187.5 mL of 70% (v/v) perchloric acid (HClO_4) was slowly added into this solution with constant stirring. This solution was stored in freezer overnight and was filtered through a filter paper (Whatman no.1 or equivalent), preferably on a Buchner funnel. The final volume of filtrate was approximately 850 mL. This solution containing approximately 28% (w/v) of chloric acid solution has been used for digestion of all urine samples and the standard. The solution was stored at 4°C in a refrigerator.

Arsenious acid solution (0.08M)

Arsenic acid solution of 0.08 M was used in kinetic and gas diffusion studies. 8.0320 g of As_2O_3 and 12.0 g of NaOH were dissolved together in approximately 400 mL of deionized-distilled water. To this solution, 40.0 mL of concentrated H_2SO_4 was added. The solution was then diluted to 1000.00 mL with deionized-distilled water. This arsenious solution is stable for several months at room temperature.

Arsenious acid solution (0.10M)

Approximately 10 g of As_2O_3 and 47 g of NaCl were dissolved with heating in 500 mL of deionized-distilled water on a hot plate. The solution was cooled to room temperature. Deionized-distilled water was added to this solution to make the final volume of approximately one litre.

The solution was used in the continuous- and stop-FI systems.

Arsenious acid solution (0.025 M)

The preparation procedure of arsenious acid solution 0.025 M was similar to what described in the previous system, except that the weight of As_2O_3 and NaCl were approximately 5 and 25 g respectively. This solution was used in the batch method described in Sections 3.1.

Ceric sulfate solution (0.01M)

Ceric sulfate solution of 0.01 M was used in kinetic and gas diffusion studies. The preparation was performed by dissolving 4.0010 g of $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in one litre of 0.9 M H_2SO_4 . This solution is stable for several months at room temperature.

Ceric ammonium sulfate solution (0.008 M)

Approximately 5 g of $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ was dissolved in 1.75 M H_2SO_4 to approximately one litre. This solution of ceric ammonium sulfate was used in the continuous and stop-FI systems.

Ceric ammonium sulfate solution (0.038 M)

This solution was used in the batch method described in Section 3.1. The preparation procedure was similar to that described in the previous Section for the FI methods, except for the weights of $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, which was weighted at approximately 24 grams.

Ceric ammonium sulfate solution (0.1M)

Approximately 24 g of $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ was dissolved in 500 mL of 5 M HNO_3 .

Potassium thiocyanate (0.002 M)

Solid potassium thiocyanate of approximately 1 g was dissolved with deionized-distilled water to approximately 500 mL.

Sodium nitrite solution (0.3 M)

Approximately 5 g of NaNO_2 was dissolved in deionized-distilled water to approximately 250 mL.

The solutions, which were described in last three Sections, were used as reagent streams in the on-line dialysis studied in Section 3.3.3.

Sample

Casual urine samples were collected from students and were selected to cover to range of iodine concentration studied. The samples were frozen and thaw before use.

3. Results and discussion

3.1 Examination of content ratio between the free iodide to total iodine in urines

Some authors have reported that approximately 90 % of iodine are present mainly in the form of iodide.¹ Other forms of iodine existing in urine are thyroxine, tyrosine. In this study, the content ratios of inorganic to total iodine in urine samples were re-investigated. Determination of contents of inorganic iodine and total iodine were carried out in ten urine samples. The samples were digested, using the method described by Dunn et al., with and without sample pretreatment before batch analysis for iodine. The iodine content measured in the eluate collected through the C-18 cartridges was counted as the inorganic iodine (non-bound), which is most likely present in the free iodide form. Total content of iodine (inorganic + organic forms) was the amount derived from direct determination without sample clean up. The results calculated as the percentage of inorganic iodine to total iodine are displayed in Table 1.

Table 1 Percentage (w/w) of inorganic iodine calculated based on total iodine found in urine samples.

Sample no.	% inorganic iodine $\pm$ SD (n = 4)
1	68.0 $\pm$ 5.6
2	69.3 $\pm$ 0.9
3	79.4 $\pm$ 1.2
4	81.2 $\pm$ 1.3
5	81.8 $\pm$ 7.2
6	87.9 $\pm$ 5.2
7	90.6 $\pm$ 3.3
8	96.5 $\pm$ 4.1
9	97.8 $\pm$ 4.9
10	98.0 $\pm$ 3.0

According to the percentages of inorganic iodine (free iodide) reported in Table 1, there were some samples, which were found to contain free iodide lower than the value reported in the IDD news¹ at 99%. Out of ten samples, three sample (30%) contained free iodide less than 80% (w/w) of the total iodine. However, for these three urines, some of the free iodide may have been slightly trapped in the layer of pigments or other organic

substances that were retained in C-18 column. Nevertheless, it can be observed from these results that urinary iodine presents mainly in the form of free iodide.

3.2 Kinetics studies using stopped FI technique

3.2.1 Determination of rate constant

Kinetics of the reaction between Ce(IV) and As (III), with iodide catalyst, were studied batchwise. The kinetic results have demonstrated that the reaction is first order in Ce (IV) concentration¹⁵. Therefore the relationship between the absorbance of Ce^{4+} and time is an exponential decay as expressed in equation 2.

$$[\text{Ce}^{4+}]_t = [\text{Ce}^{4+}]_0 e^{-kt} \quad (2)$$

The linear relation between the rate of reaction (k) and concentration of iodide is:

$$k = k_{\text{uncatalyst}} + k_{\text{catalyst}}[\text{I}^-] \quad (3)$$

where k is rate constant of reaction which is a result of the uncatalysed and catalysed reaction, $k_{\text{uncatalyst}}$ is rate constant without the catalyst, k_{catalyst} is rate constant of reaction in which the catalyst is present, $[\text{I}^-]$ is iodide concentration.

The kinetic study was then repeated using a stop-FI technique. The system, shown in Figure 4, was modified from system developed by W. Chantore et al., 1998.²² Various concentration ranging from 50 to 200 $\mu\text{g I/L}$ were injected in duplicate into the FI system. The temperature of glass reaction coil was controlled equally to the room temperature at 25°C. The flow was stopped when the zone of standard iodide reached the detector. Kinetic measurements were then taken. The results are shown in Figure 2.

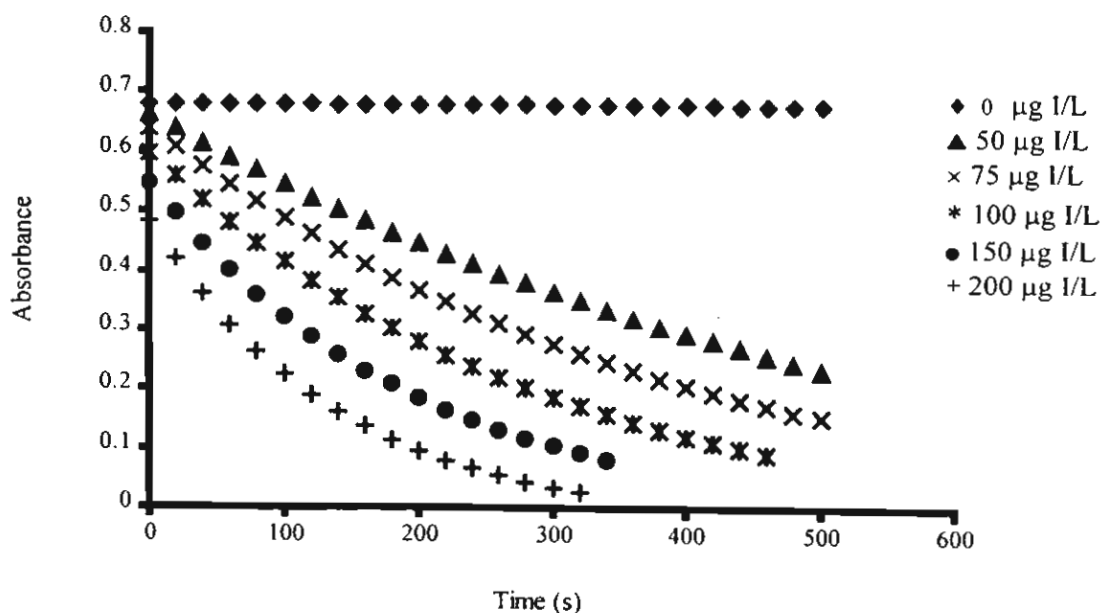


Figure 2 Decreasing of Ce^{4+} absorbance with time (s)

The results in Figure 2 were fitted with a non-linear curve fit program called ENZFITTER using single exponential equation. The profile of the curve fitting of 100 $\mu\text{g I/L}$ is depicted as an example in Figure 3

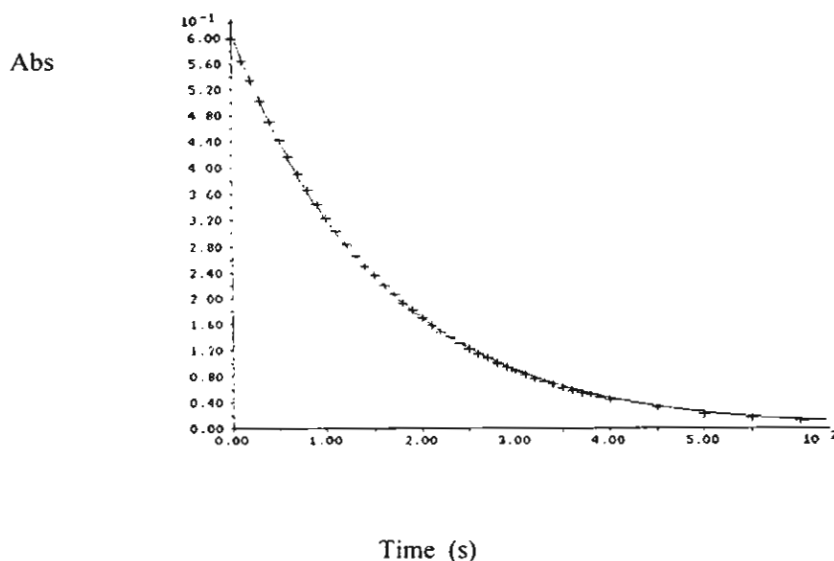


Figure 3 Fitting curve of experimental data with single exponential equation ($100 \mu\text{g I/L}$).

In Figure 3, the single exponential curve fits well with the experimental data obtained from $100 \mu\text{g I/L}$. The results obtained from another concentration (see Figure 2) are also fitted well with the exponential equation. However the rate changed depending upon iodide concentration. These results indicated that the order of the reaction studied by using the proposed stop-FI method was first-order in Ce(IV) concentration, similar to the results obtained in the previous study by batch analysis.

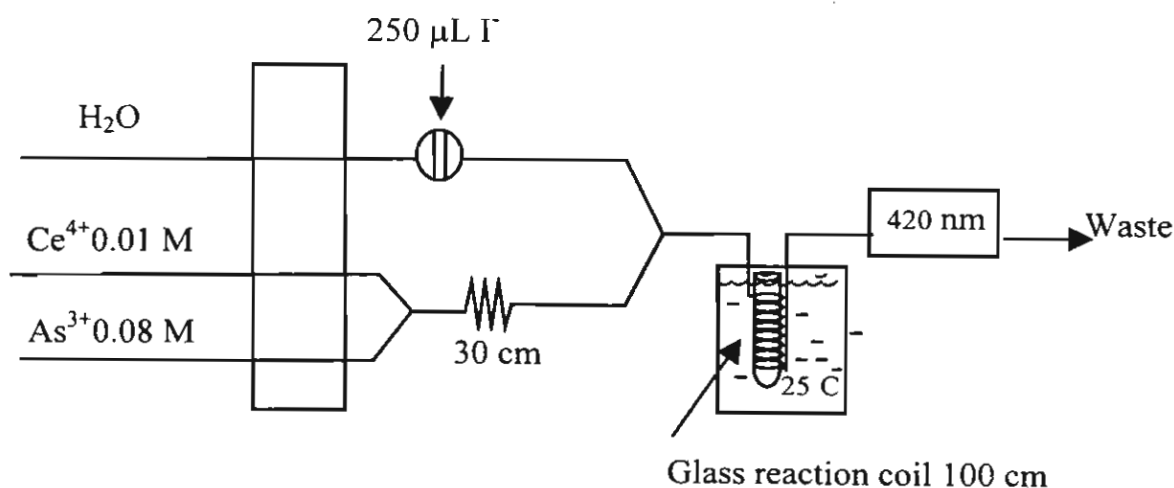


Figure 4 Schematic diagram of the FI system used in the kinetic study. The system was operated in a stopped-FI mode.

3.2.2 Determination of iodide concentration using rate constant

The relationship between absorbance representing Ce^{4+} concentration and time was exponential similar to the results obtained from the batch method. From the first order fitting, the rate constant (k) resulted from at each concentration, the rate of reactions (k) were obtained and taken to linear plot with iodide concentration (equation 3). The linear relationship was then obtained as shown in Figure 5.

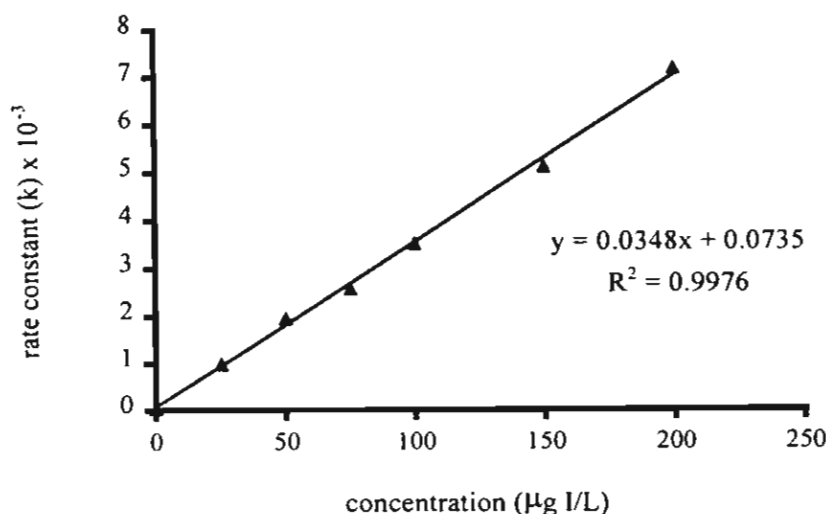


Figure 5 Linear relationship between the rate constant (k) and concentration of iodide ($\mu\text{g I/L}$).

Figure 5 shows a good linear curve fitting which agrees with the relationship written in equation 3. The results show that iodide concentration can be determined using the rate constant measured by the stopped-FI technique.

The results in Section 3.2.1 and 3.2.2 also demonstrate that the stopped-FI technique can be used as an alternative technique for kinetic studies. The system was used to study interference effect in the next section.

3.2.3 The use of stopped-FI technique for studying interferences of the kinetic pattern of Sandell and Kolthoff reaction

The investigation of interferent effect was carried out using the stopped-FI mode based on exponential kinetic profile of the reaction. Three urine samples were injected in duplicate into the FI system shown in Figure 4. Kinetic studies were carried out in the same way as that described in section 3.2.1. The theoretical first order curves fitting (full time) are depicted together with the data (+) in Figure 6.

The results appear in Section 3.1 have demonstrated that for most samples, urinary iodine is present in the form of iodide. Determination of iodide in a urine using the catalytic reaction may be possible without sample digestion provided that there is no interferent in that sample. Interferent of a catalytic determination can be either enhance or inhibit the catalysis.

In Figure 6, it can be observed that the theoretical curves did not fit well with the three sets of data point. This means that there are some interferent species present in urines and these results are in agreement with that reported by other authors.^{1,17,18,21} Sample treatment is thus necessary when the redox reaction of Ce^{4+} and As^{3+} is being employed in determination of UI.

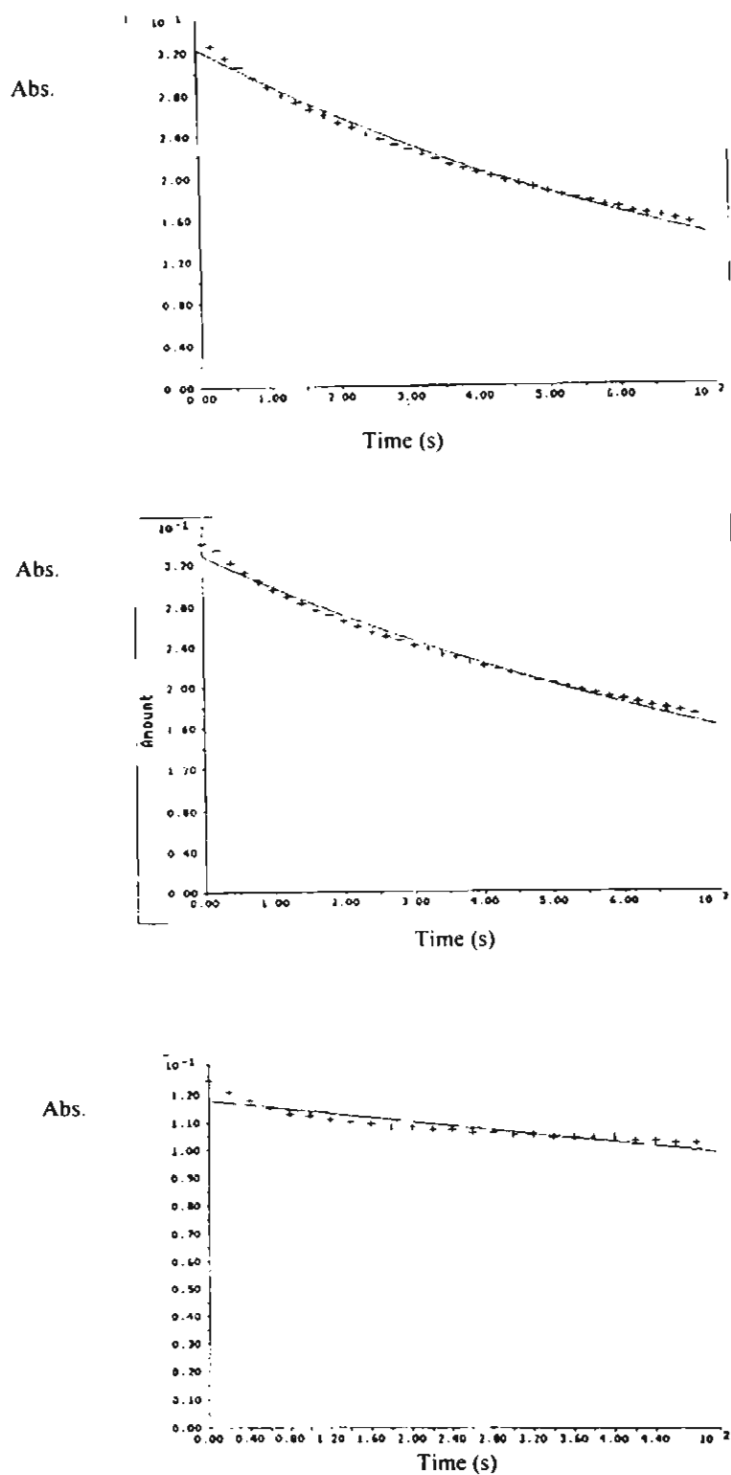


Figure 6 Kinetic of the disappearance of Ce^{4+} obtained from three urine samples: (+ data, - theoretical single exponential fitting).

3.3 Studies of FI on-line techniques for sample treatment.

3.3.1 On-lined UV digestion

An on-lined UV digestion system was set up for a continuous flow injection system as shown in Fig 7.

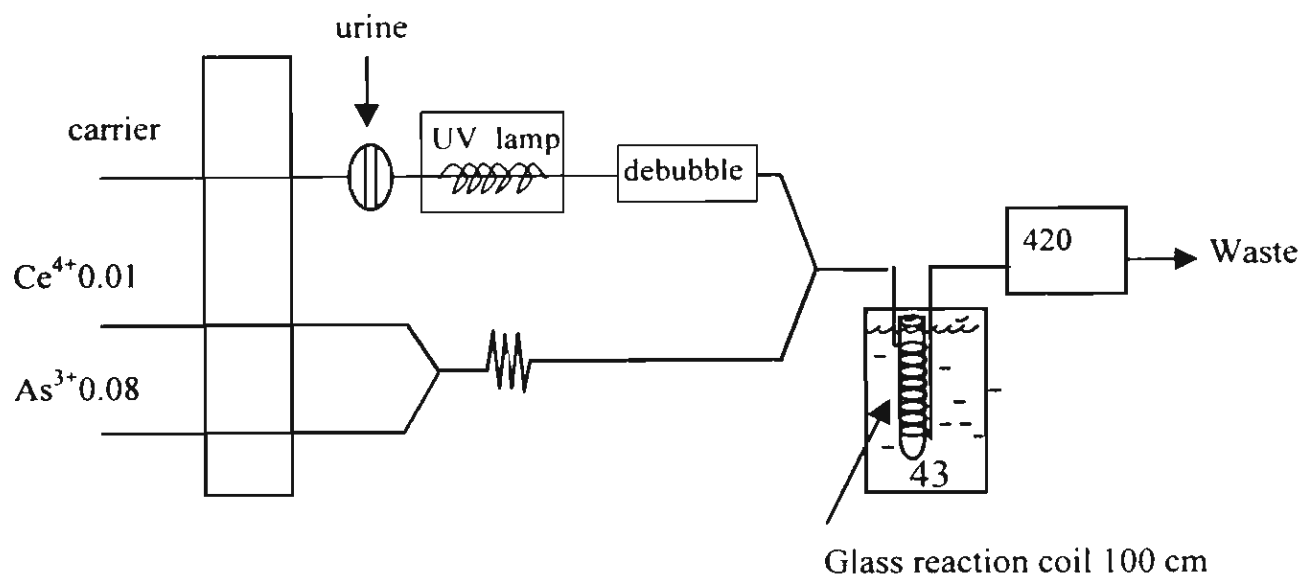


Figure 7 The manifold of the on-lined UV-FI system used for determination of iodine in urine.

It was found that the operation of the system was having the problem of too much air bubbles was being generated through the UV digestion. Some attempts have been made to de-bubble, i.e., using a PTFE porous coil and using a home made de-bubble to get rid of the air. However the problem still persisted. Thus the system was not used for further studies. Other types of sample treatment were then designed as discussed in sections 3.3.2 and 3.3.3.

3.3.2 On-lined gas-diffusion

A FI system in conjunction with a gas-diffusion unit was used to carry out the on-line treatment of urine for determination of iodine. In practice, urinary iodine, in form of iodide ion, will be oxidized to iodine (I_2), which can then permeate through a PTFE membrane into a reagent stream. This idea was taken from the work introduced in 1987 by J. T. Hakedal and P. K. Egberg²⁴. However in this work, the detection was not based on detection of triiodide. The acceptor stream used contained Ce^{4+} mixed with As^{3+} in acid media, so that the reaction was catalyzed and the decreasing of Ce^{4+} can be measured spectrophotometrically at 420 nm. However the form of iodine initially present in the acceptor stream was not I^- , however, I_2 , after permeation, is reduced to $2I^-$ by As^{3+} . Figure 8 shows the manifold was used in this study.

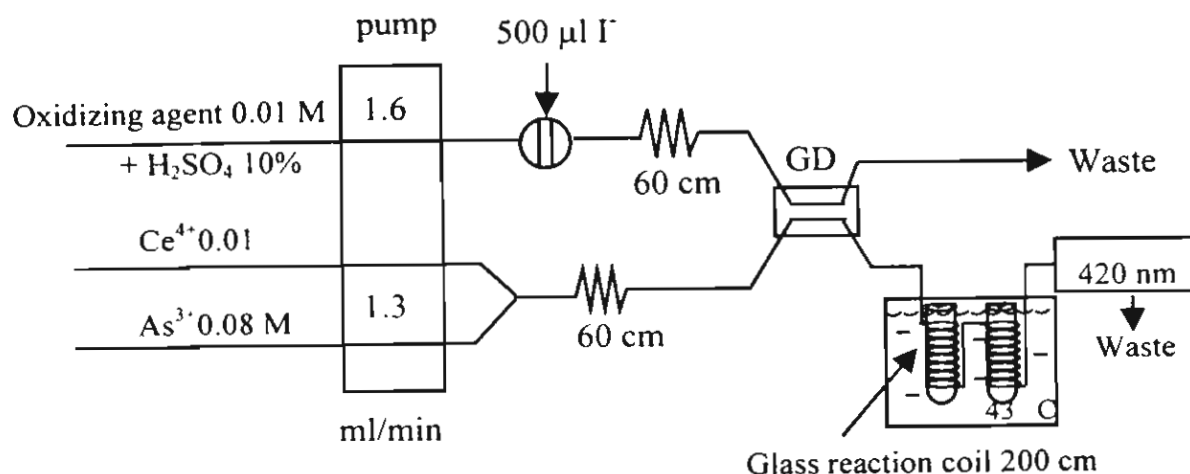


Figure 8 FI manifold of an on-lined gas diffusion system used in this study
GD: gas diffusion unit.

Two different of oxidizing reagents, KIO_3 and $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, were used to oxidize various standard iodide concentration ranging from 50 to 200 $\mu\text{g I/L}$. Two sets of calibration were attained from these two oxidizing agents. The results are shown in Figure 8

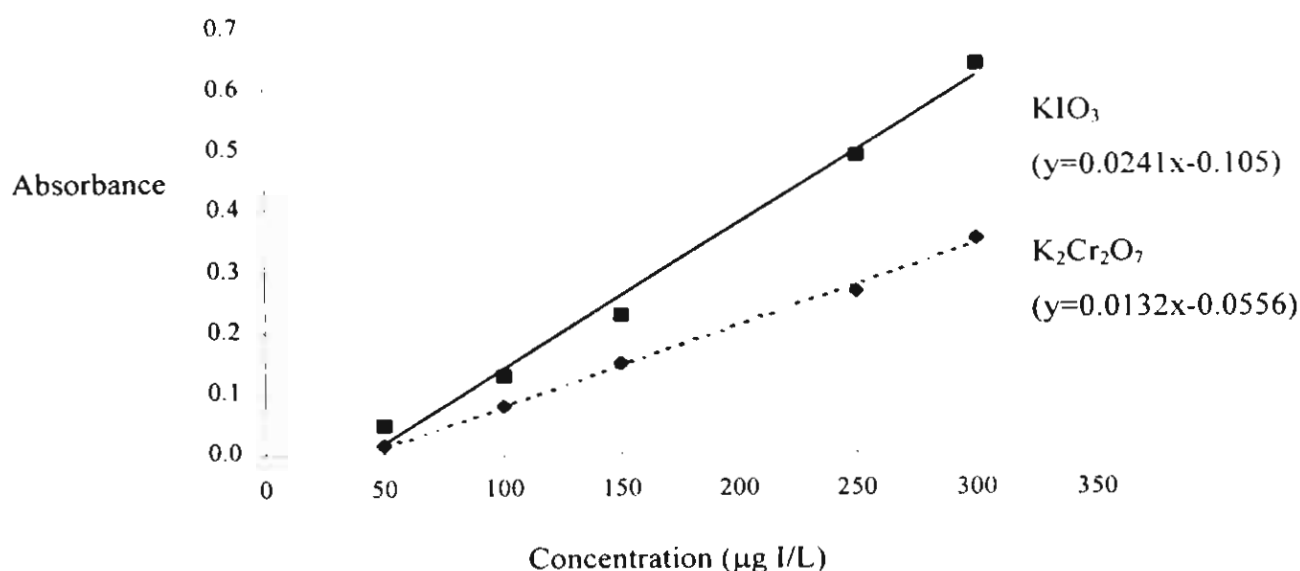
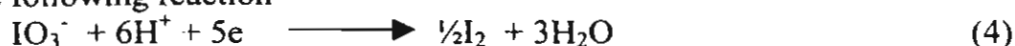


Figure 9 Effect of two different oxidizing agents, 0.01M KIO_3 and $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, on sensitivity of FI with gas diffusion method.

Results in Figure 9 indicated that using 0.1 M KIO_3 as the oxidant, a better sensitivity was achieved over the use of 0.1 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in term of both signal size and the slope of calibration. The greater sensitivity due to excess iodine produced from the reduction of KIO_3 as the following reaction



In extending this method to urine samples, the procedure had to be modified by trial-and-error but the oxidizing agents used were found unsuitable. The oxidizing agents used in the carrier stream were 0.01 M KIO_3 , 0.01 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ and 0.01 M KMnO_4 . KMnO_4

was finally used in addition to the other two oxidants for trial purpose. The recovery obtained from using KIO_3 was not too high (15%) when iodide standard was added to sample ($100 \mu\text{g I/L}$). IO_3^- perhaps does not react only with I^- but also with other reducing substances in the sample and therefore produces some extra amount of I_2 . For $0.01\text{M K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ and 0.01M KMnO_4 , there were not signal obtained although when the sample was added with standard iodide to contain $1000 \mu\text{g I/L}$. These may be due to both of these oxidizing agents under the condition used were not strong enough to oxidize all of organic substances and the reducing agents (including iodide) in urine.

3.3.3 On-lined dialysis

On-line sample treatment for measuring UI by using dialysis was studied. Urine samples were dialyzed and then directly analyzing iodide in the analyte. Because the urine contains interference substances such as thiocyanate, ascorbic acid or chloride ion (Cl^-), which their molecular weight were 258, 176 and 35 respectively. These substances can penetrate the dialysis membrane (molecular cut-off = 10,000 Dalton) to interfere Sandell-Kolthoff reaction. To avoid this problem, the catalytic effect of iodide on destruction of the organic iron (III) thiocyanate by nitrite ion was used instead of Sandell-Kolthoff reaction in this study. The manifold used was shown in Figure 9. However, a lot of air bubbles have been occurring from this system and the reason for this is not known.

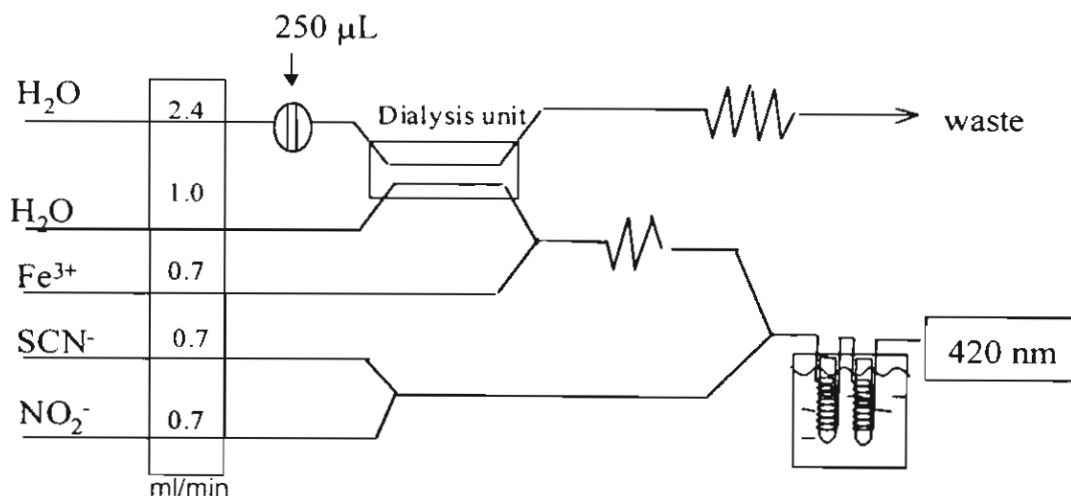


Figure 10 Manifold of FIA incorporating with dialysis unit used in this study.

From Section 3.3.1 and 3.3.2, the results demonstrate that there are not great possibilities for performing on-line sample treatment by using gas diffusion and dialysis units. So acid digestion was still used to eliminate the matrix interferences in further experiments.

5.3.4 Continuous and stopped flow injection for catalytic determination of iodine in urine

ดูรายละเอียดใน ภาคผนวก ข.

5.3.5 Interfacing of spectrophotometric detector to a personal computer via an audio card for a flow injection system

This work was added in to substitute the work that was proposed for development of an on-lined UV-digestion.

ดูรายละเอียดใน ภาคผนวก ก.

4 Conclusions

The results in section 3.1 have shown that iodine usually present in urines as iodide. The results agree with that reported by other authors.¹ Thus determination of free iodide in urine may be adequate for the use as an index in evaluating of IDD status. However determination of iodide in urine using the Sandell and Kolthoff method without sample treatment is not appropriate (Section 3.2) because it was found that some urines contain species which interfere the kinetics measurement of the method. Therefore if the urines samples were to be determined using the Sandell and Kolthoff method which is a low cost method, then sample treatment is necessary.

In this work, three methods of sample treatments were studied (Section 3.3) by coupling the treatments to the FI system formerly developed.²² The on-lined methods are UV-digestion, gas diffusion and dialysis. However those sample treatment did not show to be appropriate with the application. Therefore, two FI systems were developed to use in conjunction with a sample digestion method used by Dunn et al.^{1,10}

Two FI procedures are described in the report for determination of iodine in urine. The principle which is based on catalytic effect of iodide in the reaction between Ce(IV) and As(III) was adopted from the common batch method used in monitoring IDD status. Continuous-FI and stopped-FI modes can be applied to a routine method and applicable for automation. Technician error, which often arises in the batch method from the reading of absorbance at a fixed time, can be quite a problem when there are hundreds of samples collected from a subject area. This error is eliminated through the use of flow injection technique because addition and mixing of reagents is always reproducible by the control of pumping rate. Analysis time per sample is much shorter for the FI methods when comparing to the conventional method.

It was found that the calibration plot is linear for both the FI systems. The signal measured at a fixed time is therefore directly proportional to the rate of reaction.

The sensitivity and sample throughput given by the two systems was not much different. The systems although gave satisfactorily low value of detection limit ($\leq 3 \mu\text{g I l}^{-1}$), determination of samples having the contents below $20 \mu\text{g I l}^{-1}$ (severe IDD) can be erratic. However the systems are still suitable for screening these types of samples from the samples above the margin of severe IDD status. If necessary the samples containing this very low level of iodine can be re-determined in the stopped mode by increasing the stopped time.

For this work, condition for urine digestion was developed by modifying the former condition^{1,10} to reduce the amount of chloric acid. The proposed condition improves effect of interferent and provides complete digestion.

Apart from the use in the quantitation purposes, the stopped-FI system can be used to study kinetic profiles of the reaction. Some results have shown that the kinetic is first-order in Ce(IV) concentration under the condition used.

One additional work to replace the development of an on-lined UV-digestion in FI system is the development of an interface of spectrophotometer to a PC via an audio card which is a novel technique for interfacing an instrument giving a dc output to the PC.

5 References

1. J. T. Dunn, IDD newsletter, 1993, 9, 5. Accessed 26th January 1999 from <http://avery.ined.virgima.edu/~jtd/iccidd/idddocs/idd196htm>.
2. W. Buchberger and K. Winsauer, *Anal. Chim. Acta.*, 1985, **3**, 347.
3. J. Odink, J. J. P. Bogaards and H. Sandman, *J. Chromatogr.*, 1988, **431**, 309.
4. J. Rendl, S. Seybold and W. Borner, *Clin. Chem.*, 1944, **40**, 908.
5. F. Moussa, M. C. R. Demy, F. Veinberg, F. Depasse, R. Gharbi, J. Y. Hautem and P. Aymard, *J. Chromatogr. B*, 1995, **667**, 69.
6. Y. Yabu, K. Miyai, S. Hayashizaki, Y. Endo, N. Hata, Y. Iijima and R. Fushimi, *Endocrinol. Japon.*, 1986, **33**, 905.
7. V. Poluzzi, B. Cavalchi, A. Mazzoli, G. Alberini, A. Lutman, P. Coan, I. Ciani, P. Trentini, M. Ascanelli and V. Davoli, *J.A.A.S.*, 1996, **11**, 731.
8. P. Allain, Y. Mauras, C. Douge, L. Jaunault, T. Delaporte and C. Beaugrand, *Analyst*, 1990, **115**, 813.
9. M. Haldimann, B. Zimmerli, C. Als and H. Gerber, *Clin. Chem.*, 1998, **44**, 817.
10. J. T. Dunn, H. E. Crutchfield, R. Gutekunst and A. D. Dunn, *Thyroid*, 1993, **3**, 119.
11. E. B. Sandell and I. M. Kolthoff, *J.A.C.S.*, 1934, **56**, 1426.
12. P. A. Rodriguez and H. L. Pardue, *Anal. Chem.*, 1969, **41**, 1369.
13. S. P. Mushtakova, L. F. Kozhina, L. M. Ivanova, A. K. Myshikina and O. A. Rytova, *J. Anal. Chem.*, 1998, **53**, 214.
14. G. Aumont and J. C. Tressol, *Analyst*, 1986, **111**, 841.
15. S. Suwannachot, P. Wilairat and P. Tongkaew, unpublished work.
16. P. J. Garry, D. W. Lashley and G. M. Owen, *Clin. Chem.*, 1973, **19**, 950.
17. W. May, D. Wu, C. Eastman, P. Bourdoux and G. Maberly, *Clin. Chem.*, 1990, **36**, 865.
18. K. Tsuda, H. Namda, T. Nomura, N. Yokoyama, S. Yamashita, M. Izumi and S. Nagataki, *Clin. Chem.*, 1995, **41**, 581.
19. S. Pino, S. L. Fang and L. E. Braverman, *Clin. Chem.*, 1996, **42**, 239.
20. J. Ruzicka and E. M. Hansen, *Flow Injection Analysis*, Wiley, New York, 2nd edn., 1988.
21. Z. Yaping, Y. Dongxing, C. Jixiang, L. Tianshiu and C. Huiqin, *Clin. Chem.*, 1996, **42**, 2021.
22. W. Chantore, S. Muangkaew, J. Shiowatana and D. Nacapricha, *Lab. Robotics and Automation*, 1999, **11**, 37.
23. J. C. Miller and J. N. Miller, *Statistics for analytical chemistry*, Ellis Horwood, New York, 3rd edn., 1993, p. 120.
24. J. T. Hakedal and P. K. Egeberg, *Analyst*, 1997, **123**, 1151.

Output

- 1 M. Amornthammarong, K. Jareonsutasinee and **D. Nacapricha**,
"Interfacing of spectrophotometric detector to a personal computer via an audio card for a flow injection system, Lab. Robotics and Automation, 2000, **12**, 138-141.
- 2 **D. Nacapricha**, S. Muangkaew, N. Ratanawimarnwong, J. Shiowatana and K. Grudpan, "Continuous and stopped flow injection for catalytic determination of iodine in urine" submitted to The Analyst by August 2000 (ทางสำนักบรรณาธิการวารสารได้แจ้งการรับบทความเพื่อพิจารณาแล้ว เมื่อวันที่ 4 ก.ย. 43)
- 3 **D. Nacapricha**, N. Ratanawimarnwong, S. Suwannachot, P. Wilairat, J. Shiowatana and K. Grudpan, "Stop flow injection with the catalytic effect of iodide for kinetic determination of iodine" manuscript is in preparation for the submission to either to Talanta or to Anal. Chim. Acta. by 1st October 2000.

ภาคผนวก ก

สำเนา reprint

M. Amornthammarong, K. Jareonsutasinee and **D. Nacapricha**, "Interfacing of spectrophotometric detector to a personal computer via an audio card for a flow injection system, Lab. Robotics and Automation, 2000, **12**, 138-141.

Interfacing of Spectrophotometric Detector to a Personal Computer via an Audio Card for a Flow Injection System

Mana Amornthammarong,¹ Knadej Jareonsutasinee,² and Duangjai Nacapricha¹

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Mahidol University, Bangkok 10400 Thailand

²Institute of Science, Walailak University, Tasala, NakhonSiThammarat 80160 Thailand

Received 1 September 1999

ABSTRACT: This work describes the use of an audio card for interfacing a spectrophotometer with a personal computer (PC). Digital recording on the computer was carried out using a voltage-controlled oscillator (VCO) and an audio card primarily installed in a multimedia PC. The output voltage of the spectrophotometer was transformed to frequency by the VCO. The audio card, linked to the VCO, converts the VCO output to digital data. An executable program named SigREC was written in C language using Microsoft Visual C++ 5.0 compiler to record the data.

The interfacing system was tested and compared with a chart recorder to record signals from a flow injection system with a spectrophotometer as a detector. The audio card system gave a better recording precision (RSD = 1.8%) when compared to the chart

recorder (RSD = 2.5%). © 2000 John Wiley & Sons, Inc. Lab Robotics and Automation 12:138–141, 2000

INTRODUCTION

Interfacing of an analytical instrument to a personal computer (PC) is usually carried out by using an analog-to-digital conversion card (A/D card) [1, 2]. The purpose of the interface is either for recording of the signal or for controlling the instrument, or both.

TABLE 1. The List of Electronic Parts Used in the Construction of the VCO Shown in Figure 1

Item	Description
IC1	LM13600 dual OTA
C1	400 pF capacitor
R1, R5	10K (1/4 watt, 5%)
R2	22K (1/4 watt, 5%)
R3	4.7K (1/4 watt, 5%)
R4	47K (1/4 watt, 5%)

Correspondence to: Duangjai Nacapricha.

Contract Grant Sponsor: National Electronics and Computer Technology Center (NECTEC).

Contract Grant Sponsor: Thailand Research Fund (TRF).

© 2000 John Wiley & Sons, Inc.