

<b>Thesis Title</b>	Development of Voltammetric and Flow Injection Amperometric Methods for the Determinations of Fumaric Acid and Ascorbic Acid
<b>Author</b>	Mr. Pipoon Bupeng
<b>Degree</b>	Master of Science (Chemistry)
<b>Thesis Advisor</b>	Dr. Jaroon Jakmunee

### ABSTRACT

Differential pulse voltammetric method in batch and flow injection (FI) systems have been investigated for the determination of fumaric acid in fruit juice. It is based on the electrochemical oxidation of fumaric acid on a hanging mercury drop electrode (HMDE) at about -1.1 V versus Ag/AgCl reference electrode. A simple voltammetric flow through cell was designed and constructed by adapting from a commercial batch voltammetric cell. A J – shaped Teflon tube (0.5 mm i.d.) was inserted through a wall of pipet tip, which is put on the HMDE tip to direct the solution flow to the electrode. A gravity-driven pumping system was studied to be used as a simple and cost effective propulsion system in flow injection analysis. It offered a constant flow rate with pulse – free flow, which is suitable for the voltammetric measurement. Linear calibration graphs in range of 1-10 and 40-80 mg/L fumaric acid were obtained for batch and FI systems, respectively. High background current was observed in FI method.

An FI amperometric system with on-line dialysis sample pretreatment for the determination of ascorbic acid was also developed. The determination was based on the oxidation of ascorbic acid at a glassy carbon working electrode at + 0.8 V versus Ag/AgCl reference electrode. The FI on-line dialysis provided a convenient sample dilution and separation. Under the selected condition, a linear calibration was obtained over the range 50-800 mg/L of ascorbic acid and detection limit ( $3\sigma$ ) was found to be 45 mg/L. The relative standard deviation of 10 replicate injections was 1.5 % for 50 mg/L of ascorbic acid. Ascorbic acid contents in vitamin C tablet samples obtained by the developed method were not significantly different from the labeled values at 99 % confidence level. The proposed method is rapid, low reagent

consumption and does not suffer from colored and colloidal substances presented in the sample.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโวลแทมเมตรีและโพลอินเจกชันแอมเพอโรเมตรี เพื่อหาปริมาณกรดฟูมาริกและกรดแอสคอร์บิก
ผู้เขียน	นาย พิพูน บุญเป็ง
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	อาจารย์ ดร. จรูญ จักรมณี

### บทคัดย่อ

การศึกษาวิธีดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรีแบบแบบแท่งและระบบโพลอินเจกชันเพื่อหากรดฟูมาริกในน้ำผลไม้ โดยอาศัยปฏิกิริยาไฟฟ้าออกซิเดชันของกรดฟูมาริกที่เกิดขึ้นที่ขั้วปรอทแขวนซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าทำงานเมื่อมีการให้ศักย์ไฟฟ้าที่  $-1.1$  โวลต์เมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และมีการสร้างโวลแทมเมตริกโพลทฤษฎีเซลล์อย่างง่ายเพื่อใช้กับเครื่องโวลแทมมิเตอร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์แบบแบบแท่งให้สามารถใช้ในการวิเคราะห์แบบไหลได้ โดยสร้างจากท่อเทฟลอนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน  $0.5$  มิลลิเมตร ตัดให้เป็นรูป “ง” แล้วสอดเข้ากับชิ้นส่วนของปีเปตทิบที่เจาะเป็นรูพอดีกับขนาดของท่อเพื่อทำหน้าที่เป็นทางผ่านของสารละลายสู่หยดปรอทแขวนภายในเซลล์ตรวจวัดของเครื่องโวลแทมเมตรี นอกจากนี้ยังได้ศึกษาระบบขับเคลื่อนอย่างง่ายของสารละลายในระบบโพลอินเจกชันโดยอาศัยแรงโน้มถ่วง จากการศึกษาการขับเคลื่อนสารละลายจะให้อัตราการไหลคงที่และสามารถช่วยขจัดปัญหาการเกิดพัลส์ที่จะรบกวนการตรวจวัดของระบบโวลแทมเมตรีได้ จากการศึกษาสภาวะเหมาะสมของระบบพบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงคือ  $1-10$  มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับการวิเคราะห์แบบแบบแท่งและ  $40-80$  มิลลิกรัมต่อลิตรของกรดแอสคอร์บิกสำหรับการวิเคราะห์แบบไหลแต่จะมีค่ากระแสพื้นหลังที่สูงเมื่อวิเคราะห์แบบไหล

นอกจากนี้ได้ศึกษาระบบไดอะไลซิส-โพลอินเจกชันแอมเพอโรเมตรี เพื่อใช้หาปริมาณกรดแอสคอร์บิก โดยอาศัยปฏิกิริยาออกซิเดชันของกรดแอสคอร์บิกที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าแก๊สคาร์บอนอิเล็กโทรดซึ่งเป็นไฟฟ้าทำงานโดยได้มีการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่  $+0.8$  โวลต์ เมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรดซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ระบบไดอะไลซิสจะทำหน้าที่เจือจางและแยกสารตัวอย่างอย่างต่อเนื่อง จากการศึกษาสภาวะเหมาะสมของระบบพบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงคือ  $50-800$  มิลลิกรัมต่อลิตรของกรดแอสคอร์บิก และขีดจำกัดการตรวจวัดต่ำสุด ( $3\sigma$ ) คือ  $45$  มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เป็น  $1.5$  เปอร์เซ็นต์

จากการนึ่งสารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตรจำนวน 10 ครั้ง ผลการวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกในตัวอย่างยาเม็ดไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญที่ 99 % เมื่อเปรียบเทียบกับค่าบนฉลากของตัวอย่างยา วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มีข้อดีคือ มีความรวดเร็วในการวิเคราะห์ ใช้ปริมาณสารเคมีน้อยและไม่ถูกรบกวนจากสีหรือคอลลอยด์ที่มีในตัวอย่าง



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved