

**DEVELOPMENT OF ION CHROMATOGRAPHIC METHOD FOR
THE ANALYSIS OF ARSENIC AND ITS APPLICATION
TO ENVIRONMENTAL SAMPLES**



SAIROONG OUYPORNKOCHAGORN

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)**

**With compliments
of**

Sairoong Ouypornkochagorn

IN

FACULTY OF GRADUATE STUDIES

MAHIDOL UNIVERSITY

1997

74
8223
504

ชื่อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาการวิเคราะห์สารหนูโดยเทคนิคไอออนโครมาโตกราฟีและการนำไปใช้ในตัวอย่างสิ่งแวดล้อม		
ผู้วิจัย	สายรุ้ง อวยพรกชกร		
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)		
กรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์	ชัชวลิ	กะลัมพะเทติ	Ph.D.
	ประพิณ	วิไลรัตน์	Ph.D.
	ยุวดี	เชี่ยววัฒนา	Ph.D.
	ลัดดาวัลย์	ผดุงทรัพย์	Ph.D.
วันสำเร็จการศึกษา	8 พฤษภาคม พ.ศ. 2540		

บทคัดย่อ

สารหนูเป็นหนึ่งในสารพิษที่พบในธรรมชาติ สารหนูแต่ละชนิดจะมีความเป็นพิษแตกต่างกัน โดย As(III) จะมีความเป็นพิษมากกว่า As(V) ส่วนสารหนูที่รวมตัวกับสารประกอบอินทรีย์ เช่น DMA และ MMA จะมีความเป็นพิษน้อยมาก ไอออนโครมาโตกราฟีเป็นเทคนิคที่มีประโยชน์ต่อการแยกสารประกอบที่มีวาเลนซ์ต่างกันและได้นำมา

ใช้ในการศึกษานี้ การแยกสารหนูด้วยเทคนิคนี้แบ่งออกเป็น 2 ระบบ ระบบแรกจะแยกสารหนูโดยใช้คอลัมน์ Wescan Anion/R (ขนาด 250 x 4.1 มิลลิเมตร) ซึ่งจะใช้สารละลายชะที่ประกอบด้วยสารละลาย 4-ไฮดรอกซีเบนโซเอทเข้มข้น 1.00 มิลลิโมลาร์ และสารละลาย KHP เข้มข้น 1.50 มิลลิโมลาร์ ส่วนในระบบที่สอง จะใช้คอลัมน์ IC-Pak Anion (ขนาด 4.6 x 50 มิลลิเมตร) กับสารละลายสำหรับชะที่ประกอบด้วยสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 0.50 มิลลิโมลาร์, สารละลาย EDTA เข้มข้น 2.50×10^{-3} มิลลิโมลาร์และสารละลายแอมโมเนียมบัฟเฟอร์ pH 9.00 แล้วตรวจวัดโดยเครื่องตรวจวัดชนิดวัดการหักเหของแสง ซึ่งพบว่ามีประสิทธิภาพที่ดีกว่าเครื่องตรวจวัดชนิดวัดการนำไฟฟ้า จากระบบที่กล่าวมาข้างต้นพบว่าในระบบแรกสามารถหาขีดจำกัดของการตรวจวัดของ AsO_2^- , HAsO_4^{2-} และ H_2AsO_3^- เท่ากับ 0.38, 2.05 และ 3.91 ส่วนในล้านส่วน ส่วนในระบบหลังสามารถหาขีดจำกัดของการตรวจวัดของ MMA และ HAsO_4^{2-} เท่ากับ 0.27 และ 0.77 ส่วนในล้านส่วน จากการศึกษาพบว่าเทคนิคดังกล่าวนี้จะมีการรบกวนโดยสารเจือปนเมื่อนำมาใช้วิเคราะห์ในตัวอย่างจริง ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาระบบการตรวจวัดให้ดียิ่งขึ้นโดยใช้สารละลายเฮเทอร์โรโพลีโมลิบดิกในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนหลังจากการแยกสารหนู และตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 730 นาโนเมตร เนื่องจากเทคนิคนี้สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนเฉพาะสารหนูชนิด HAsO_4^{2-} หรือ As(V) เท่านั้นดังนั้นจึงต้องมีการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันก่อนด้วยสารละลายโพแทสเซียมเพอร์ออกไซด์เข้มข้น 10.0 มิลลิโมลาร์สำหรับสารหนูชนิดอื่นพบว่า เทคนิคนี้มีข้อดีคือ สามารถลดการรบกวนจากสารเจือปนและสามารถวิเคราะห์สารหนูในระดับส่วนในพันล้านส่วน

Thesis Title **Development of Ion Chromatographic Method
for the Analysis of Arsenic and its Application
to Environmental Samples**

Name **Sairoong Ouypornkochagorn**

Degree **Master of Science**
(Applied Analytical and Inorganic Chemistry)

Thesis Supervisory Committee

Chatvalee	Kalambaheti	Ph.D.
Prapin	Wilairat	Ph.D.
Juwadee	Shiowatana	Ph.D.
Laddawan	Pdungsap	Ph.D.

Date of Graduation **8 May B.E. 2540 (1997)**

ABSTRACT

Arsenic compounds are one of the many toxicant elements easily found in the natural environment. The toxicity of each arsenic compound is different according to its valency. For example, As(V) is less toxic than As(III), whereas both DMA and MMA were by far the least toxic arsenic compounds. Consequently, a number of analytical techniques are used to determine and

speciate the arsenic compounds. One of the well known techniques, ion chromatography was used by the researcher for this study.

The speciation of arsenic compounds were carried out by using two different chromatographic conditions. In the first system, 1.00 mM of 4-hydroxybenzoate and 1.50 mM KHP adjusted to pH 9.00 were employed to obtain the separation on Wescan Anion/R column (250 x 4.1 mm i.d.). The second system, was conducted on IC-Pak Anion column (50 x 4.6 mm i.d.) using 0.50 mM of KCl, 2.50×10^{-3} mM EDTA and 7.48 mM ammonium buffer, pH 9.00. Additionally, compounds were later detected by using a differential refractometer which offered better sensitivity than the conductivity detector. Results showed that both systems had similar disadvantages, such as interferent effect of chloride, nitrate and sulphate. The detection limits of the first system for AsO_2^- were 0.38 ppm, 2.05 ppm for HAsO_4^{2-} , and 3.91 ppm for H_2AsO_3^- . The second system had the detection limits of 0.27 ppm for MMA, and 0.77 ppm for HAsO_4^{2-} .

A new detection technique was applied with heteropolymolybdic reagent as a post-column reagent after separation of arsenic compound. The arsenic compound was detected at 730 nm. However, this technique required a pre-oxidizing step with 10.0 mM of potassium persulfate. More importantly only HAsO_4^{2-} , or As(V), could be derivatized with the post-column reagent.

Consequently, this detection system had less interfering effects and provided lower detection limit at the subppb level.

