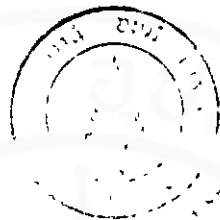


**DEVELOPMENT OF A FLOW SYSTEM FOR SEQUENTIAL
EXTRACTION OF METALS IN SOIL AND SEDIMENT**



NONGNUCH TANTIDANAI

คณิชนันทนเดชา
๒๓๐
มีศรีพรหมทองดี น.นงนุช

**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**

Copyright by Mahidol University

2000

ISBN 974-664-275-8

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
Nongd

2000 44527 C 1

4036375 SCAI/M : MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;
M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : FLOW SYSTEM / SEQUENTIAL EXTRACTION

NONGNUCH TANTIDANAI: DEVELOPMENT OF A FLOW SYSTEM
FOR SEQUENTIAL EXTRACTION OF METALS IN SOIL AND SEDIMENT.

THESIS ADVISOR: JUWADEE SHIOWATANA Ph.D., DUANGJAI
NACAPRICHA Ph.D. 94 p. ISBN 974-664-275-8.

Sequential extraction procedures are commonly used to isolate metals associated with soluble acid, reducible, oxidisable and residual (amongst others) fractions of soil or sediment in operationally defined speciation. Sequential extraction furnishes detailed information about the origin, mode of occurrence, biological availability, mobilization and transport of trace metals in the environment. The conventional batch method of extraction has weaknesses such as poor precision and long analysis time.

In this work, a flow extraction system was developed to speed up, facilitate and improve the accuracy of the chemical fractionation of metal in solid materials. A three-step sequential extraction scheme was used to evaluate the novel system by analysing calcium (Ca), iron (Fe), manganese (Mn), copper (Cu) and zinc (Zn) in certified reference materials. In the proposed system, extraction occurred in a closed chamber through which extractants were passed sequentially. The extracts were collected in a number of fractions for subsequent flame atomic absorption analysis. Apart from the advantages of simplicity, speed and less risk of contamination that flow analysis systems usually possess, the flow system can improve the accuracy of chemical fractionation of metals by sequential extraction. Two flow systems were designed for continuous operation of sequential extraction. In the first system, the extracts from continuous sequential extraction were directly transferred to a Flame Atomic Absorption Spectrometer for measurement. Extraction profiles of each extraction step can be obtained. The decreasing of flow rate caused by accumulation of fine particles of soil samples on the membrane filter can be monitored by occasional injection of a standard solution of the element being measured. In the second system, extracts were collected fractionwise and each fraction was subsequently measured. The offline detection with flow sequential extraction is more attractive because it can avoid the inconstant flow rate during detection. Variations of temperatures and sample weight/extractant volume ratios were investigated by the flow sequential extraction with offline detection. The results showed that in the flow sequential extraction system that greater amounts of metals were extracted in reducible fraction at higher temperatures (26°C – 80°C) The effect of sample weight/chamber volume ratios (1:12 – 1:40) has no effect on the total concentration of extractable metals. The flow system was assessed by analysing a soil reference material SRM 2710. The summation of concentration of all fractions was found to agree with the certified value.

4036375 SCAI/M : สาขาวิชา เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์:

วท.ม (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นางนุช ดันตินิกษ์ การพัฒนาระบบโพล์สำหรับการสกัดลำดับขั้นของโลหะในดินและดินตะกอน (DEVELOPMENT OF A FLOW SYSTEM FOR SEQUENTIAL EXTRACTION OF METALS IN SOIL AND SEDIMENT) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: รศ ยุคดี เชี่ยววัฒนา Ph.D., ดวงใจ นากะปรีชา Ph.D., 94 หน้า, ISBN 974-664-275-8.

การสกัดแบบลำดับขั้นเป็นการใช้สารละลายที่สามารถสกัดธาตุต่างๆออกจากดินตามการสกัดลำดับขั้นเพื่อแยกโลหะที่เกาะจับอยู่กับส่วนของดินและดินตะกอนที่ละลายได้ในกรด เมื่อถูกรีดิวซ์ เมื่อถูกออกซิไดส์ และส่วนที่เหลือจากการสกัด ซึ่งผลการสกัดดังกล่าว จะบอกถึงศักยภาพในการเคลื่อนย้าย (mobility) ของธาตุต่างๆ หรือความสามารถที่พืชดูดซึมธาตุต่างๆ ได้ และยังบอกความแตกต่างของแหล่งที่มาของดินนั้นได้ด้วย วิธีการสกัดที่นิยมใช้กันในปัจจุบันเป็นแบบเบรทซ์ซึ่งมีจุดอ่อนด้านความถูกต้องแม่นยำ และเวลาที่ใช้วิเคราะห์นาน

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาการสกัดแบบเป็นลำดับขั้นแบบต่อเนื่องที่ทำให้การสกัดแยกโลหะทางเคมีในของแข็งได้รวดเร็ว สะดวก และมีความถูกต้อง การประเมินระบบการสกัดนี้จะสกัดเป็นลำดับ 3 ขั้นตอนเพื่อวิเคราะห์ธาตุ แคลเซียม(Ca) เหล็ก(Fe) แมงกานีส(Mn) ทองแดง(Cu) และ สังกะสี(Zn) ในสารอ้างอิงที่ได้รับการรับรองไว้ โดยการสกัดจะเกิดจากภายในภาชนะระบบปิด(extraction chamber) และผ่านตัวสกัดเข้าไปอย่างเป็นลำดับ สารสกัดที่ได้จะถูกเก็บไว้เป็นส่วนๆเพื่อรอการตรวจวัดโดยใช้เปลวไฟฟ้าให้ตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมแล้ววัดการดูดกลืนแสงของอะตอมนั้นต่อไป ระบบตรวจวัดสารที่สกัดได้มี 2 ระบบ คือ ระบบที่ผ่านสารสกัดเข้าสู่ระบบตรวจวัดโดยตรง กับระบบที่เก็บสารสกัดเพื่อการตรวจวัดในภายหลัง วิธีแรกให้ผลการวิเคราะห์ที่แสดงปริมาณของธาตุที่สกัดได้ตามเวลาแต่ต้องมีการตรวจสอบอัตราการไหลที่เปลี่ยนแปลงไปขณะทำการสกัดซึ่งเกิดจากการอุดตันของอนุภาคเล็กๆของดินที่แผ่นกรองทำให้อัตราการไหลลดลงเมื่อเวลาผ่านไป โดยการฉีดสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นเท่ากันเข้าสู่ระบบเป็นช่วงๆเพื่อทดสอบการเปลี่ยนแปลงของอัตราการไหลที่เปลี่ยนแปลงไปขณะสกัด ส่วนวิธีหลังจะสามารถเก็บสารที่สกัดได้ไว้เพื่อรอการวิเคราะห์และไม่มีปัญหาที่เกิดจากอัตราการไหลที่เปลี่ยนแปลงไปขณะสกัด ดังนั้นระบบตรวจวัดวิธีหลังจึงถูกนำมาใช้ร่วมกับการสกัดเป็นลำดับขั้นด้วยระบบโพล์เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและสัดส่วนของน้ำหนักตัวอย่างต่อปริมาตรของสารสกัด ผลการทดลองแสดงว่าในการสกัดด้วยระบบโพล์ ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้จะเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิในการสกัดสูงขึ้น(26°C – 80°C) ในขั้นรีดิวซ์และสัดส่วนระหว่างน้ำหนักตัวอย่างต่อปริมาตรของภาชนะ(1.12 – 1.40) ที่ใช้สกัดในระบบโพล์ไม่มีผลต่อความเข้มข้นรวมของโลหะที่สกัดได้ นอกจากนี้ระบบโพล์ได้ถูกประเมินผลการวิเคราะห์โดยใช้ดินตัวอย่างมาตรฐานอ้างอิง SRM 2710 พบว่าปริมาณโลหะโดยรวมมีค่าอยู่ในช่วงปริมาณที่ถูกรับรองไว้