

**A CONTINUOUS-FLOW SEQUENTIAL EXTRACTION WITH  
ETAAS DETECTION FOR CHEMICAL SPECIATION OF  
ARSENIC IN SOIL AND SEDIMENT**



**NUANNAT CHANMEKHA**

อธิพนธ์นาการ  
จาก  
โครงการวิจัย ม.มหิดล

**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**

2000

ISBN 974-664-098-4

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

TH  
N962e  
2000  
c.2

44529 c.2

4036376 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;  
M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS: ARSENIC/ CONTINUOUS-FLOW/ SEQUENTIAL EXTRACTION/  
SOIL AND SEDIMENT/ PALLADIUM MODIFIER

NUANNAT CHANMEKHA : A CONTINUOUS-FLOW SEQUENTIAL EXTRACTION  
WITH ETAAS DETECTION FOR CHEMICAL SPECIATION OF ARSENIC IN SOIL AND  
SEDIMENT. THESIS ADVISORS: JUWADEE SHIOWATANA, Ph. D., DUANGJAI  
NACAPRICHA, Ph. D. 93 p. ISBN 974-664-098-4

The total arsenic (As) content in a heterogeneous solid material such as soil does not provide adequate information about their potential bioavailability or toxicity. Sequential extraction followed by determination of concentration in each fraction can help identify the proportion of the element in different phases of the material. As fractionation can be used for the prediction of the As bioavailability or toxicity. Sequential extraction using a batch procedure, which is currently widely used is tedious, time consuming and can be erroneous owing to a lengthy process involved.

This work developed a continuous flow sequential extraction system to fractionate arsenic in soil samples into 5 fractions of varying mobility. The extractants used were 1) water 2) 0.5 M NaHCO<sub>3</sub> 3) 0.1 M NaOH and 4) 1.0 M HCl. Electrothermal atomic absorption spectrometry was used to determine As in all extracts and residues. The As extracted in water and NaHCO<sub>3</sub> can be considered as mobile and highly bioavailable. Arsenic in NaOH fraction is likely to be associated with amorphous Fe and Al minerals in soils and As in the HCl fraction is associated with calcium carbonate. The final fraction is difficult to dissolve and is considered non-bioavailable.

The optimum ETAAS conditions for determination of As in each extract and residues were investigated. The reliability of the method was checked by analysis of the soil and sediment certified reference materials (CRM).

The proposed flow system was assessed by analysing three soil and sediment CRMs (SRM 2704, SRM 2710, and SRM 2711). The summation of concentration of all fractions was found to agree with the certified value. The results of fraction distribution obtained were compared with those of the batch method. The method was also used to analyse the soil samples from Ronphiboon, Thailand and cattle dip sites, Australia. Extractograms obtained were used to evaluate the association of As, Fe, Al and Ca in those samples.

4036376 SCAI/M : สาขาวิชา: เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์:

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นวลนาฏ จันทร์เมฆา: การสกัดลำดับชั้นแบบต่อเนื่องและวิเคราะห์ด้วยอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรเมตรีเพื่อหาสปีชีส์ของสารหนูในดินและดินตะกอน (A CONTINUOUS-FLOW SEQUENTIAL EXTRACTION WITH ETAAS DETECTION FOR CHEMICAL SPECIATION OF ARSENIC IN SOIL AND SEDIMENT) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ยุวดี เชื้อววัฒนา, Ph.D., ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D. 92 หน้า. ISBN 974-664-098-4

ค่าความเข้มข้นทั้งหมดของสารหนูในดินเพียงอย่างเดียวไม่สามารถบ่งชี้ถึงอันตรายหรือศักยภาพในการดูดซึมสารหนูของสิ่งมีชีวิต การสกัดลำดับชั้นและหาปริมาณสารหนูที่สกัดได้ด้วยสารสกัดต่างๆสามารถบอกถึงปริมาณสารหนูที่มีอยู่ในรูปฟอร์มต่างๆกันได้ ปริมาณของสารหนูแต่ละรูปฟอร์มที่ได้สามารถใช้ในการทำนายหรือบ่งชี้ถึงอันตรายหรือการดูดซึมสารหนูของสิ่งมีชีวิตได้ การสกัดลำดับชั้นด้วยระบบแบบพหุที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบันเป็นวิธีการที่ยุ่งยาก ใช้เวลานานและมีความผิดพลาดได้ง่ายเนื่องจากขั้นตอนในการวิเคราะห์ที่ยาวนาน

งานวิจัยนี้ใช้การสกัดลำดับชั้นแบบต่อเนื่องเพื่อแยกสารหนูในดินออกเป็น 5 ส่วน โดยใช้สารสกัดคือ 1)น้ำ 2)โซเดียมไบคาร์บอเนต 0.5 โมลาร์ 3)โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 โมลาร์ และ 4)กรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมลาร์ สารหนูที่สกัดได้และสารหนูส่วนที่เหลือนำมาวิเคราะห์ด้วยอิเล็กโตรเทอร์มอลอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรเมตรี (ETAAS) ความเข้มข้นของสารหนูที่สกัดได้ในน้ำและโซเดียมไบคาร์บอเนตเป็นค่าที่บ่งชี้ถึงปริมาณสารหนูที่มีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและถูกดูดซึมได้ง่าย สารหนูที่สกัดได้ในโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารหนูที่จับกับเหล็กและอลูมิเนียมออกไซด์ในดิน ส่วนสารหนูที่สกัดได้ในกรดไฮโดรคลอริกเป็นสารหนูที่จับกับแคลเซียมคาร์บอเนตในดิน ส่วนที่เหลือสุดท้ายเป็นสารหนูที่ยากต่อการสกัด สารหนูส่วนนี้จึงแทบจะไม่มีอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

งานนี้ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการวิเคราะห์สารหนูที่สกัดได้และสารหนูส่วนที่เหลือจากการสกัดด้วย เครื่อง ETAAS และตรวจสอบความน่าเชื่อถือของวิธีนี้โดยการวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานดินและดินตะกอน (SRM 2704, SRM 2710 และ SRM 2711)

การสกัดลำดับชั้นแบบต่อเนื่องที่พัฒนาขึ้น ได้ทำการตรวจสอบความถูกต้องของเทคนิคนี้โดยนำไปวิเคราะห์กับสารอ้างอิงมาตรฐานดินและดินตะกอน (CRMs) โดยเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นรวมของสารหนูจากผลบวกของแต่ละส่วนกับค่ามาตรฐานอ้างอิงพบว่าค่าที่ได้สอดคล้องกัน และนำค่าความเข้มข้นของสารหนูในแต่ละส่วนเปรียบเทียบกับสารหนูที่สกัดได้จากระบบแบบพหุ ที่ายสุดได้นำระบบนี้ไปใช้สกัดสารหนูในดินตัวอย่างจาก อ.ร้อนพิบูลย์ ประเทศไทย และ Cattle dip sites, ประเทศออสเตรเลีย Extractogram ที่ได้จากการสกัดสามารถนำมาใช้เพื่อบ่งบอกถึงลักษณะการจับตัวกันของธาตุ สารหนู เหล็ก อลูมิเนียมและแคลเซียมในดิน