การวิเคราะห์สารหนูในผักหลายชนิดโดยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลาโรกราฟี

นางสาวเยาวภา ภู่เพ็ชร์งาม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
แผนกวิชาเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2522

002494 1170698G5

ANALYSIS OF ARSENIC IN VARIOUS VEGETABLES BY DIFFERENTIAL PULSE POLAROGRAPHY

Miss Javapa Koopetngarm

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1979

Thesis Title	Analysis of Arsenic in Various Vegetables by Differential Pulse Polarography
By	Miss Javapa Koopetngarm
Department	Chemistry
Thesis Advisor	Associate Professor Proespun Kanatharana, Ph. D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfillment of the requirements for the Master's degree.

S. Bunnag .....Dean of Graduate School

(Associate Professor Supradit Bunnag, Ph.D.)

Thesis Committee

Pirawan Bhanthumnavin .....Chairman

(Associate Professor Pirawan Bhanthumnavin, Ph.D.)

Nuanchavee Yaibuathes .....Member

(Miss Nuanchavee Yaibuathes, Ph.D.)

Siri Varothai .....Member

(Assistant Professor Siri Varothai, Ph.D.)

Proespun Kanatharana .....Member

(Associate Professor Proespun Kanatharana, Ph.D.)

Copyright of the Graduate School, Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การวิเคราะห์สารหนูในผักหลายชนิดโดยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลาโรกราฟี
ชื่อนิสิต นางสาว เยาวภา ลูเพ็ชร์งาม
อาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร. เพริศพรรณ ดุลยสุจริต
แผนกวิชา เคมี
ปีการศึกษา 2521

หอสมุดกลาง จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อ

ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลาโรกราฟีเป็นเทคนิคที่ได้นำมาใช้ในการวิเคราะห์สารหนูในผัก 43 ตัวอย่างของผัก 12 ชนิดซึ่งได้แก่ กะหล่ำปลี คื่นฉ่าย ผักกวางตุ้ง ผักบุ้งจีน ผักคะน้า ผักกาดขาว ผักชี แตงกวา ผักกาดหอม หอมแบง กุยช่ายและถั่วฝักยาว ผักเหล่านี้ได้ซื้อมาจากตลาด 2 แห่งคือตลาดหัวลำโพงกับปากคลองตลาดและได้เก็บจากสวนผักที่ตำบลสวนหลวงและสวนผักสาธุประดิษฐ์

การศึกษาพฤติกรรมรีดักชัน (Reduction behavior) ของสารหนูในรูปอาร์ซีไนท์ออนในอิเล็กโตรไลท์หลายชนิดโดยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลาโรกราฟีได้พบว่า อิเล็กโตรไลท์ที่เหมาะสมที่สุดคือ กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ ปริมาณสารหนูต่ำที่สุดที่สามารถวัดได้ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมลาร์ คือ 0.10 ไมโครกรัมต่อลบ.ซม.

เทคนิคการแลกเปลี่ยนแคตไอออนได้ถูกนำมาใช้เพื่อกำจัดแคตไอออนอื่นๆซึ่งถูกรีดิวซ์ที่ศักย์ไฟฟ้าใกล้เคียงกับอาร์ซีไนท์ไอออน วิธีการแลกเปลี่ยนแคตไอออนด้วยแอมเบอร์ไลท์ ไออาร์ 120(เอช)(Amberlite IR - 120 (H)) ในกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร์ให้ผลสำเร็จและได้ถูกนำไปใช้กับสารละลายตัวอย่างที่ได้จากการย่อยสลายสารอินทรีย์ในผัก วิธีการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่ได้กระทำมี 2 วิธีคือ การเผาผักในเตาเผาที่อุณหภูมิ 450–500 °เซลเซียส และการย่อยด้วยกรดไนตริก

เข้มข้น 8.0 โมล่าร์ วิธีการย่อยสลายสารอินทรีย์ทั้งสองวิธีได้นำมากระทำกับสาร
ละลายมาตรฐานของสารหนู พบว่า หลังจากการ เผา ปริมาณสารหนูที่พบคิดเป็น
ร้อยละ 88.77 และหลังจากการย่อยสลายด้วยกรดในตริก ปริมาณสารหนูที่พบคิดเป็น
ร้อยละ 71.61

ในการวิเคราะห์ปริมาณของสารหนูในผัก ได้กระทำโดยวิธี สแตนดาร์ด
แอดดิชั่น (standard addition) เมื่อใช้วิธีการ เผา ปริมาณสารหนูที่ได้พบ
ในผัก มีค่าตั้งแต่ไม่พบจนถึง 2.98 ไมโครกรัมต่อกรัมของผักแห้ง และตั้งแต่ไม่
พบจนถึง 0.24 ไมโครกรัมต่อกรัมของผักสด เมื่อใช้วิธีการย่อยสลายด้วยกรด
ปริมาณสารหนูที่พบในผัก มีค่าตั้งแต่ไม่พบจนถึง 2.65 ไมโครกรัมต่อกรัมของผัก
แห้ง และตั้งแต่ไม่พบจนถึง 0.24 ไมโครกรัมต่อกรัมของผักสด.

Thesis Title	Analysis of Arsenic in Various Vegetables by Differential Pulse Polarography
Name	Miss Javapa Koopetngarm
Thesis Advisor	Associate Professor Proespun Kanatharana, Ph.D.
Department	Chemistry
Academic	1978

ABSTRACT

Differential pulse polarographic technique was used in the analysis of arsenic in 43 vegetable samples of 12 different species. The vegetables analyzed were cabbage, celery, Chinese cabbage, Chinese convolvulus, Chinese kale, Chinese white cabbage, coriander, cucumber, lettuce, multiplier onion and yard long bean. They were purchased from 2 markets, Hua Lum Pong market and Pak Klong market, and were collected from 2 gardens, Suan Luang garden and Sathupradit garden.

Reduction behavior of arsenic as arsenite ion was studied in various electrolytes by differential pulse polarography. The most suitable electrolyte investigated was 1.0 M HCl. The lowest detection limit in 1.0 M HCl was found to be 0.1 μg As/cm^3.

In order to eliminate interfering cations which can be reduced at nearly the same potential as that of arsenite ion, cation exchange technique was used. The treatment of Amberlite IR-120 (H) in 0.1 M HCl medium was found successfully

and was applied to the sample solutions which were obtained after the decomposition of organic matter in vegetables. The two decomposition methods were dry ashing process where the samples were ashed in a muffle furnace at 450-500° C and wet digestion by 8.0 M HNO_3. The recovery values of standard arsenite solution by these two methods were 88.77 % and 71.61 %, respectively.

The quantitative analyses of arsenic in vegetables were performed by standard addition method. The arsenic contents in vegetables were found to range from none to 2.98 µg As/g of the dry sample and from none to 0.24 µg As/g of the fresh vegetable by dry ashing process. By wet digestion, the values were found to range from none to 2.65 µg As/g sample on dry basis and from none to 0.24 µg As/g sample on fresh basis.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express the extremely grateful acknowledgement to her advisor Associate Professor Dr. Proespun Kanatharana for her helpful guidance and assistance throughout this work. The author wishes to express her appreciation to Dr. Nuanchavee Yaibuathes, Dr. Pirawan Bhanthumnavin and Dr. Siri Varothai for their helps as thesis examiners. The author also wishes to thank the University Development Commission and Graduate School, Chulalongkorn University for granting schoiarships and supporting the research program.

CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (in Thai)..... iv

ABSTRACT..... vi

ACKNOWLEDGEMENTS..... viii

LIST OF TABLES..... xi

LIST OF FIGURES..... xiv

CHAPTER

I INTRODUCTION

1.1 Occurence and applications of arsenic and its compounds..... 1

1.2 Effects of arsenicals on soil and plants.... 5

1.3 Effects of arsenic on human beings..... 6

1.4 Arsenic metabolism..... 9

1.5 Literature survey of arsenic analysis in food and biological samples..... 10

1.6 Differential pulse polarography (DPP)..... 14

II EXPERIMENT

2.1 Chemicals..... 22

2.2 Apparatus..... 22

2.3 Procedure..... 25

III DIFFERENTIAL PULSE POLAROGRAPHIC ANALYSIS OF As(III) 34

IV DETERMINATION OF ARSENIC IN VEGETABLES..... 48

4.1 Evaluation of methods of decomposing organic matter..... 48

CONTENTS(continued)

CHAPTER		PAGE
	4.2 Elimination of interferences.....	49
	4.3 Determination of arsenic in vegetables.....	54
V	CONCLUSION AND RECOMMENDATION.....	77
BIBLIOGRAPHY.....		82
VITA.....		92

LIST OF TABLES

Table		Page
1	Concentration ranges of arsenic in nature and foods	3
2	Amounts of arsenicals imported in kilograms	11
3	Comparison of some analytical methods for arsenic	15
4	DPP data of 5×10^{-5} M arsenite solution in some supporting electrolytes	36
5	Data of DPP analysis of As (III) as arsenite ion in 1.0 M HCl supporting electrolyte at the reduction potential of -0.42 V	38
6	DPP data of Pb (II) ion and As (III) as arsenite ion in 1.0 M HCl	42
7	The comparison of DPP data of As (III) as arsenite ion in 1.0 M HCl with and without the use of Amberlite IR A-400 (OH)	42
8	The comparison of DPP data of As (III) as arsenite ion and Pb (II) ion in 1.0 M HCl with and without the use of Amberlite IR-120 (H)	45
9	Recovery data for As (III) as arsenite ion by dry ashing	50
10	Recovery data for As (III) as arsenite ion by wet digestion	50
11	DPP data for arsenic analyses in Chinese kale by dry ashing and wet digestion with and without the treatment of Amberlite IR-120 (H)	53

LIST OF TABLES (continued)

Table		Page
12	Vegetable crops analyzed in this study.....	55
13	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables purchased from Hua Lum Pong market by dry ashing process.....	56
14	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables purchased from Pak Klong market by dry ashing process.....	57
15	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables grown at Suan Luang garden by dry ashing process.....	58
16	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables grown at Sathupradit garden by dry ashing process.....	59
17	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables purchased from Hua Lum Pong market by wet digestion process.....	60
18	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables purchased from Pak Klong market by wet digestion process.....	61
19	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables grown at Suan Luang garden by wet digestion process.....	62
20	Data for DPP analyses of arsenic in various vegetables grown at Sathupradit garden by wet digestion process.....	63

LIST OF TABLES (continued)

Table		Page
21	Conversion factors for the dry weight to the fresh weight of vegetables	69
22	Comparison of arsenic contents in the vegetables purchased from Hua Lum Pong market by dry ashing and wet digestion methods.....	70
23	Comparison of arsenic contents in the vegetables purchased from Pak Klong market by dry ashing and wet digestion methods.....	71
24	Comparison of arsenic contents in the vegetables grown in Sathupradit garden by dry ashing and wet digestion methods.....	72
25	Comparison of arsenic contents in the vegetables grown in Suan Luang garden by dry ashing and wet digestion methods.....	73
26	Ranges of arsenic contents in vegetables in µg As/g of the vegetable.....	79

LIST OF FIGURES

Figure		Page
1	Potential excitation waveform used in differential pulse polarography.....	16
2	Potential-time behavior on application of voltage pulse and resultant current-time behavior of charging current and Faradaic current.....	17
3	Typical differential pulse polarogram.....	19
4	The H cell used in DPP analysis.....	24
5	Model 174 A Polarographic Analyzer.....	32
6	DPP of 5×10^{-5} M arsenite solution in some supporting electrolytes.....	35
7	DPP of 0.90 μg As/cm^3 and 1.00 μg As/cm^3.....	39
8	Linear dependence of peak currents on concentrations for DPP analysis of As (III)....	40
9	DPP of Pb (II) ion and arsenite ion.....	43
10	DPP of Pb (II) and mixture of Pb (II) and arsenite without the cation exchange resin treatment and with the cation exchange resin treatment.....	46
11	DPP of Chinese kale solution obtained from dry ashing process.....	51
12	DPP of Chinese kale solution obtained from wet digestion process.....	52