

Tối ưu quy trình chiết Asen trong trầm tích

Nguyễn Thị Hoa Mai^{1,*}, Phạm Thị Kim Trang¹, Cao Thị Mai Trang¹,
Nguyễn Thị Thu Trang¹, Nguyễn Như Khuê¹, Hoàng Thị Tươi¹,
Phạm Hùng Việt¹, Dieke Postma²

¹Trung tâm Nghiên cứu Công nghệ Môi trường và Phát triển Bền vững (CETASD),
Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQGHN, 334 Nguyễn Trãi, Hà Nội, Việt Nam

²Viện Khảo sát Địa chất và Khoáng sản Đan Mạch (GEUS)

Nhận ngày 30 tháng 5 năm 2012

Tóm tắt. Để nghiên cứu sự phân bố của asen (As) trên các pha khoáng sắt trong trầm tích người thường sử dụng các dịch chiết có lực hòa tan khác nhau. Bài báo trình bày kết quả tối ưu một số thông số của quy trình chiết như: dung dịch chiết, thời gian chiết, không gian chiết và bước đầu áp dụng với mẫu trầm tích. Nghiên cứu đã lựa chọn được bốn tác nhân chiết phù hợp là: NaHCO_3 0,5M; HCOOH 0,5M; hỗn hợp NH_4 - oxalate 0,2M + axit ascorbic 0,1M; HNO_3 65% tương ứng với bốn pha phân bố của As là: pha hấp phụ trên bề mặt trầm tích; pha khoáng dễ hòa tan; pha khoáng sắt tinh thể; pha khoáng sắt pyrit. Thời gian chiết tối ưu đối với ba tác nhân chiết đầu được lựa chọn là 6 giờ. Hai không gian chiết là “hệ kín” và “hệ hở” được khảo sát. Hệ kín được lựa chọn do thao tác thí nghiệm đơn giản và tiết kiệm thời gian. Quy trình chiết có độ lặp tốt với sai số nhỏ hơn 10%.

Bước đầu, quy trình chiết được ứng dụng để chiết As từ các mẫu trầm tích ở khu vực nước ngầm ô nhiễm và không ô nhiễm As nhằm nghiên cứu sự phân bố của As trong trầm tích. Kết quả cho thấy trong trầm tích ở khu vực nước ngầm bị ô nhiễm, As phân bố chủ yếu trên pha khoáng sắt tinh thể (khoảng 40%). Trong khi đó, trong trầm tích ở khu vực nước ngầm không bị ô nhiễm, As phân bố chính trên pha khoáng sắt pyrit bền vững (khoảng 90%). Kết quả này khá phù hợp với giả thiết khử hòa tan sắt oxit chứa As - là cơ chế phổ biến giải thích sự giải phóng As từ trầm tích vào nước ngầm hiện nay.

1. Mở đầu

Sự linh động và quá trình vận chuyển của As trong môi trường nước phụ thuộc nhiều vào dạng liên kết của As trong trầm tích. Ví dụ, với As hấp phụ yếu trên bề mặt khoáng thì dễ dàng bị rửa trôi, As liên kết trên khoáng sắt oxit cũng

dễ bị rửa trôi nếu xảy ra quá trình khử hòa tan pha khoáng này, trong khi đó As liên kết trên pha khoáng sắt pyrit lại rất bền vững và khó bị hòa tan. Do As chỉ chiếm một hàm lượng rất nhỏ so với các nguyên tố khác trong trầm tích nên việc định lượng sự phân bố As gặp nhiều khó khăn. Một phương pháp được sử dụng phổ biến đó là kỹ thuật chiết. Đây là phương pháp sử dụng các tác nhân hóa học có lực hòa tan

* Tác giả liên hệ. ĐT: 84-944525950.
E-mail: hoamai_habac@yahoo.com

khác nhau và trong trường hợp lý tưởng mỗi tác nhân chiết sẽ tương ứng với một pha rắn đặc trưng của nguyên tố cụ thể. Ưu điểm của phương pháp là nghiên cứu được sự phân bố của As dựa trên các tính chất hóa học của pha liên kết và đồng thời không đòi hỏi thiết bị đắt tiền so với các phương pháp khác như là phương pháp phổ hấp thụ hoặc phổ phân tán tia X [1].

Trên thế giới, kỹ thuật chiết đã và đang được sử dụng rộng rãi để nghiên cứu sự phân bố của As trên các pha khoáng trong trầm tích. Dựa vào quy trình chiết áp dụng cho các kim loại của tác giả Tessier năm 1979, các tác giả Wenzel, Keon đã lần lượt phát triển phương pháp chiết cho As [1, 2]. Tuy nhiên, do đối tượng trầm tích cũng như các liên kết của As trên các pha khoáng trong trầm tích rất đa dạng, điều kiện phòng thí nghiệm của các nhóm nghiên cứu là khác nhau nên phương pháp chiết thường được thay đổi các yếu tố như tác nhân chiết, điều kiện chiết để phù hợp với mục đích nghiên cứu cụ thể.

Với mục tiêu xác định sự phân bố của As trên các pha khoáng trong trầm tích chúng tôi đã nghiên cứu quy trình chiết song song với các

nội dung là: (i) Tiến hành khảo sát khả năng chiết của bảy tác nhân chiết (bảng 1). Từ đó, lựa chọn được các tác nhân chiết phù hợp với các pha As phân bố trên trầm tích: pha hấp phụ, pha khoáng dễ hòa tan, pha khoáng sắt tinh thể và pha khoáng sắt pyrit; (ii) Khảo sát các điều kiện để thực hiện thí nghiệm trong điều kiện hiếm khí; (iii) Đánh giá độ lặp của phép chiết; (iiii) Bước đầu ứng dụng quy trình chiết vào các mẫu trầm tích ở khu vực nước ngầm ô nhiễm và không ô nhiễm As.

2. Thực nghiệm

2.1. Mẫu trầm tích

Hai mẫu trầm tích được lấy tại khu vực nước ngầm ô nhiễm As (xã Vân Cốc, huyện Đan Phượng, Hà Nội). Đồng thời hai mẫu đối chứng được lấy ở khu vực nước ngầm không ô nhiễm As (xã Phú Kim, huyện Đan Phượng, Hà Nội). Các mẫu trầm tích được lấy nguyên dạng ở độ sâu 7 - 15m và bảo quản trong tủ lạnh sâu ở nhiệt độ -20°C cho đến khi thực hiện thí nghiệm chiết.

2.2. Khảo sát tác nhân chiết

Bảng 1. Tác nhân chiết tương ứng với pha chiết

Pha chiết	Tác nhân chiết	pH
(I) Hấp phụ	NaHCO_3 0,5M	8,5
	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 0,05M	6,0
(II) Khoáng dễ hòa tan	HCl 0,001M	3,0
	HCOOH 0,5M	3,0
(III) Khoáng sắt tinh thể	NH_4 - oxalate 0,2M + ascorbic 0,1M	3,0
(IV) Khoáng sắt pyrit	HNO_3 65%	
	HNO_3 65% + H_2O_2 30%	

Với các pha chiết I, II, III: Các dịch chiết được chuẩn bị với nồng độ, pH tương ứng trong bảng 1 và được tiến hành sục khí N_2 trong 2 giờ cho đến khi hàm lượng oxi hòa tan đạt giá trị <

0,08mg/L. Đồng thời mẫu trầm tích được rửa đông trong khoang kín (glove box) chứa khí N_2 . Cân 40g mẫu trầm tích ướt (tương đương với khoảng 25g trầm tích khô) cho vào 250ml dịch

chiết đựng trong bình nón. Trong suốt quá trình chiết, hệ được sục liên tục dòng khí N_2 để tránh sự xâm nhập của O_2 không khí, sử dụng máy khuấy từ và điều chỉnh pH bằng dung dịch axit HCl 2M hoặc dung dịch kiềm NaOH 2M. Các mẫu chiết được lấy theo thời gian: 20 phút, 40 phút, 1 giờ, 2 giờ, 3 giờ, 6 giờ, 12 giờ, 18 giờ và 24 giờ.

Với pha chiết IV: Cân 0,25g mẫu trầm tích vào trong ống Teflon khô. Thêm 5ml HNO_3 65% hoặc hỗn hợp gồm 4ml HNO_3 65% + 1ml H_2O_2 30%. Áp dụng quy trình xử lý mẫu trầm tích bằng lò vi sóng [3].

2.3. Khảo sát điều kiện tiến hành chiết

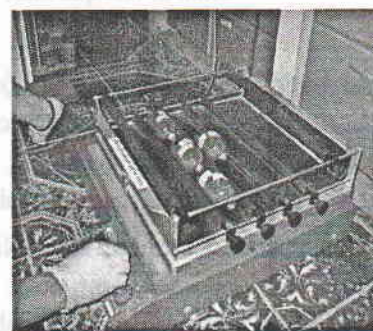
Hệ chiết hở và hệ chiết kín được khảo sát và so sánh hiệu quả.

Hệ chiết hở (hình 1a): Hệ sử dụng bình nón và được sục dòng khí N_2 liên tục để tránh sự xâm nhập của O_2 không khí. Sử dụng máy khuấy từ để đảm bảo sự đồng nhất giữa trầm tích và dịch chiết. pH của dung dịch được đo và giữ ổn định bằng dung dịch axit HCl 2M hoặc dung dịch NaOH 2M. Ưu điểm của hệ cho phép điều chỉnh và kiểm soát pH trong suốt quá trình làm thí nghiệm. Tuy nhiên hệ này đòi hỏi thao tác phức tạp, không tiết kiệm thời gian làm thí nghiệm.

Hệ kín (hình 1b): Hệ sử dụng lọ thủy tinh 100ml chuyên dụng với nắp cao su dày 10mm bên trong và nắp nhôm kẹp chặt bên ngoài. Sử dụng máy lắc để trộn đều dịch chiết và trầm tích. Hệ kín cho phép tiến hành đồng thời nhiều thí nghiệm, đảm bảo điều kiện hiếm khí. Tuy nhiên, pH không được kiểm soát trong quá trình thí nghiệm.



Hình 1a. Hệ hở khuấy.



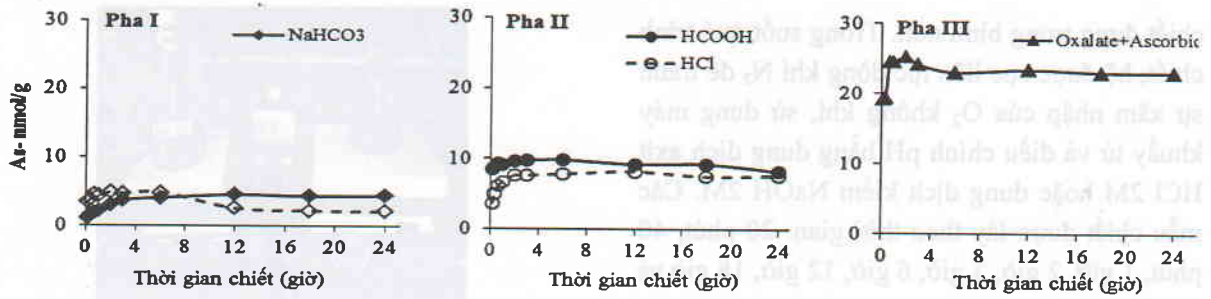
Hình 1b. Hệ kín lắc.

2.4. Phương pháp phân tích mẫu

Mẫu chiết được lọc qua màng xenlulozo axetat ($0,2\mu m$) để loại bỏ các hạt rắn lơ lửng. Thành phần As(V) và As(III) trong nước được tách ra khỏi nhau nhờ cột nhôm silicat (tốc độ bơm là 5 - 6 mL/phút. Khi đó As(V) được giữ lại trên cột tách, phần nước đi ra khỏi cột được dùng để phân tích As(III). Mẫu nước không qua cột tách được dùng để phân tích As tổng. Mẫu được axit hóa bằng axit HNO_3 đặc tới pH < 2, bảo quản ở nhiệt độ $-4^{\circ}C$. Nồng độ As được phân tích trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử AA - 6800 kết hợp bộ tạo khí hydrua (HVG) có giới hạn định lượng là $0,5\mu g/L$ [4].

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Lựa chọn tác nhân chiết



Hình 2. Kết quả khảo sát tác nhân chiết cho các pha chiết I, II, III.

Kết quả hình 2 cho thấy đường động học của các tác nhân chiết tương ứng với các pha chiết: pha hấp phụ (pha I); pha khoáng dễ hòa tan (pha II) và pha khoáng sắt tinh thể (pha III).

Đối với pha chiết I, hai tác nhân NaHCO_3 và $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ đều có khả năng chiết tối đa tương đương nhau. Kết quả này khá phù hợp với lý thuyết về sự cạnh tranh hấp phụ giữa các anion AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} và HCO_3^- trên bề mặt trầm tích cũng như kết quả nghiên cứu của các tác giả Tessier, Hossain, Wenzel [2, 5, 6]. Tuy nhiên, sử dụng NaHCO_3 có thể quan sát thêm sự cạnh tranh giữa AsO_3^{3-} và PO_4^{3-} . Do vậy NaHCO_3 được lựa chọn làm tác nhân chiết cho pha As ở dạng hấp phụ.

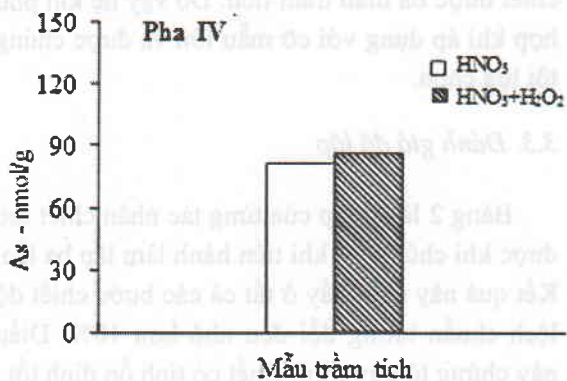
Khả năng chiết

Kết quả ở pha II - pha As phân bố trên các khoáng dễ hòa tan như siderite (FeCO_3), vivianite ($\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), calcite (CaCO_3) cho thấy khả năng chiết của HCOOH và HCl là tương đương nhau. Điều này được lý giải là do hai tác nhân chiết HCOOH và HCl đều được duy trì pH = 3 hay có cùng nồng độ ion H^+ nên khả năng hòa tan các khoáng của chúng là tương đương nhau. Tuy nhiên khi sử dụng dịch chiết HCl 0,001M thì pH thường bị tăng lên trong quá trình chiết vì HCl là một axit dễ bay hơi và không có khả năng đệm pH. Điều này dẫn đến phải điều chỉnh pH liên tục với thao tác

thí nghiệm phức tạp. Trong khi đó dịch chiết HCOOH 0,5M (có pH xấp xỉ 2) được điều chỉnh đến pH = 3 bằng dung dịch NaOH tạo ra một hệ đệm duy trì pH ổn định. Với khả năng chiết tương với HCl và duy trì được pH ổn định trong suốt quá trình chiết nên HCOOH được lựa chọn là tác nhân chiết cho pha II.

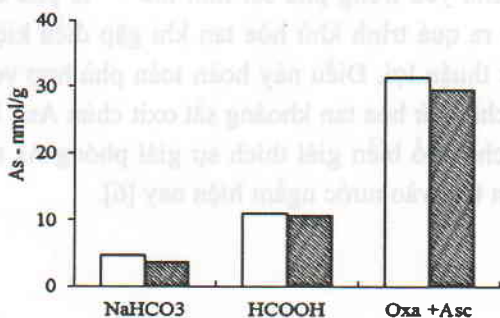
Với pha III - pha As phân bố trong khoáng sắt tinh thể như hematite, goethite... hỗn hợp NH_4 - oxalate + axit ascorbic đã được nhiều tác giả sử dụng [2, 6]. Hiệu quả của hỗn hợp chiết này được giải thích là do sự kết hợp giữa tính khử của axit ascorbic và khả năng tạo phức của oxalate [5]. Kết quả khảo sát trong hình 2 cho thấy khả năng chiết của hỗn hợp NH_4 - oxalate + axit ascorbic đạt giá trị cực đại ngay trong giờ đầu và sau đó ổn định theo thời gian. Với ưu điểm có khả năng chiết hiệu quả và ổn định, hỗn hợp NH_4 - oxalate + axit ascorbic được lựa chọn là tác nhân chiết As phân bố trên các pha khoáng sắt tinh thể.

Đối với pha IV - pha khoáng sắt pyrit bền vững, kết quả cho thấy sự khác biệt giữa hai tác nhân HNO_3 và $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ nhỏ hơn 10%. Trong khi đó, các thao tác thí nghiệm với HNO_3 đơn giản hơn so với hỗn hợp $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$. Do đó HNO_3 được lựa chọn là tác nhân chiết cho pha khoáng sắt pyrit bền vững (hình 3).



Hình 3. Kết quả khảo sát tác nhân chiết cho pha chiết IV.

Như vậy sau khi tiến hành khảo sát và so sánh khả năng chiết của bảy tác nhân chiết khác nhau, chúng tôi đã lựa chọn ra bốn tác nhân chiết NaHCO₃, HCOOH, hỗn hợp NH₄ - oxalate + axit ascorbic, HNO₃ tương ứng với bốn pha As phân bố trong trầm tích: hấp phụ; pha khoáng dễ hòa tan; pha sắt tinh thể; pha khoáng sắt pyrit bền vững. Như vậy, bốn tác nhân chiết được lựa chọn tương ứng với từng pha phân bố của As và có khả năng chiết tăng dần, trong đó tác nhân sau có khả năng chiết bao trùm tác nhân trước. Để đơn giản cho quá trình thực hiện thí nghiệm, chúng tôi lựa chọn



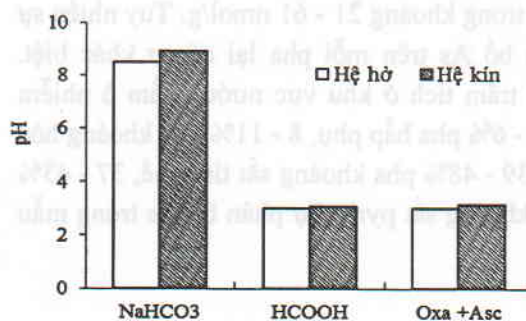
Hình 4a. Kết quả chiết As thu ở hệ hở và hệ kín

tiến hành chiết các bước song song (chiết đơn). Lượng As phân bố trên mỗi pha được tính bằng kết quả của pha sau trừ kết quả của pha trước.

Bên cạnh yếu tố tác nhân chiết, thời gian chiết cũng có vai trò quan trọng. Thời gian chiết nếu quá ngắn sẽ gây nên sai số do quá trình phân bố lỏng - lỏng chưa đạt cân bằng hoặc nếu quá dài là không cần thiết. Kết quả trong hình 2 cho thấy hàm lượng As chiết ra đều tăng dần theo thời gian và ổn định sau 6 giờ. Do đó, 6 giờ là thời gian chiết tối ưu được lựa chọn cho ba bước chiết đầu.

3.2. Lựa chọn điều kiện tiến hành chiết

Kết quả trong hình 4a cho thấy, hàm lượng As chiết ra ở hệ hở trong tất cả các bước chiết đều lớn hơn so với ở hệ kín (sự sai khác nhỏ hơn 15%). Nguyên nhân lí giải cho điều này là do hệ hở được giữ pH ổn định trong suốt thời gian thí nghiệm. Trong khi đó hệ kín lại không có sự điều chỉnh pH khiến cho pH tăng lên, kéo theo sự kết tủa của sắt hidroxit và sự hấp phụ As lên pha kết tủa. Bằng chứng rõ ràng là giá trị pH đo được khi lấy mẫu ở hệ kín cao hơn so với hệ hở (hình 4b).



Hình 4b. Giá trị pH ở thời điểm lấy mẫu.

Tuy nhiên ưu điểm của hệ chiết kín là thao tác thí nghiệm đơn giản và cho phép tiến hành chiết nhiều mẫu trong cùng một khoảng thời gian vì không phải tiến hành sục khí N_2 cũng như điều chỉnh pH trong suốt quá trình làm thí nghiệm. Lấy ví dụ với hệ hờ phải cần đến ba máy khuấy từ, ba dòng khí N_2 sục liên tục, trong một ngày chúng tôi chỉ tiến hành chiết được một mẫu trầm tích. Cũng với khoảng thời gian đó, với hệ kín chỉ sử dụng một máy lắc, một dòng khí N_2 (sử dụng lúc ban đầu) có thể

chiết được ba mẫu trầm tích. Do vậy hệ kín phù hợp khi áp dụng với cỡ mẫu lớn và được chúng tôi lựa chọn.

3.3. Đánh giá độ lặp

Bảng 2 là độ lặp của từng tác nhân chiết thu được khi chúng tôi tiến hành làm lặp ba lần. Kết quả này cho thấy ở tất cả các bước chiết độ lệch chuẩn tương đối đều nhỏ hơn 10%. Điều này chứng tỏ quy trình chiết có tính ổn định tốt.

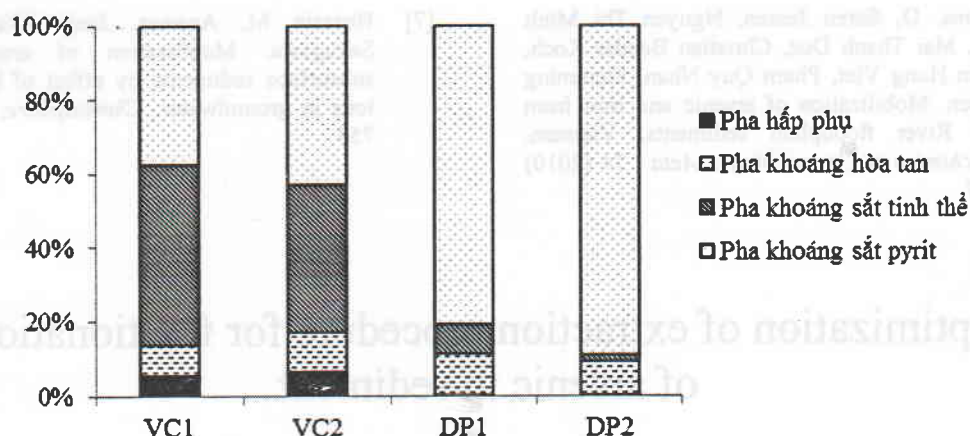
Bảng 2. Kết quả đánh giá độ lặp của bốn tác nhân chiết
Đơn vị: As - nmol/g

Tác nhân chiết	$NaHCO_3$	$HCOOH$	Oxa. + Asc.	HNO_3
Trung bình	2,5	11,4	32,7	44,9
SD	0,1	1,0	1,3	2,2
RSD(%)	2,1	9,1	4,1	4,9

3.4. Ứng dụng quy trình chiết vào nghiên cứu sự phân bố của As trong trầm tích

Bước đầu, quy trình chiết được ứng dụng vào các mẫu trầm tích ở hai khu vực tương ứng với nước ngầm ô nhiễm và không ô nhiễm As. Kết quả cho thấy hàm lượng As tổng trong trầm tích ở hai khu vực này không khác biệt đáng kể, nằm trong khoảng 21 - 61 nmol/g. Tuy nhiên sự phân bố As trên mỗi pha lại có sự khác biệt. Mẫu trầm tích ở khu vực nước ngầm ô nhiễm là: 5 - 6% pha hấp phụ, 8 - 11% pha khoáng hòa tan, 39 - 48% pha khoáng sắt tinh thể, 37 - 43% pha khoáng sắt pyrit. Sự phân bố As trong mẫu

trầm tích ở khu vực nước ngầm không bị ô nhiễm As là: 0 - 1% pha hấp phụ, 8 - 10% pha khoáng hòa tan, 2 - 8% pha khoáng sắt tinh thể, 81 - 89% pha khoáng sắt pyrit (hình 5). Như vậy, với mẫu trầm tích không ô nhiễm thì As phân bố chủ yếu trong pha sắt pyrit bền vững còn với mẫu trầm tích ô nhiễm thì As lại phân bố chủ yếu trong pha sắt tinh thể - là pha dễ xảy ra quá trình khử hòa tan khi gặp điều kiện khử thuận lợi. Điều này hoàn toàn phù hợp với cơ chế khử hòa tan khoáng sắt oxit chứa As - là cơ chế phổ biến giải thích sự giải phóng As từ trầm tích vào nước ngầm hiện nay [6].



Hình 5. Phần trăm As phân bố trên các pha khoáng trong mẫu trầm tích ở khu vực nước ngầm bị ô nhiễm As (VC1, VC2) và khu vực nước ngầm không bị ô nhiễm As (DP1 và DP2).

4. Kết luận

Nghiên cứu đã tiến hành tối ưu quy trình chiết song song cho As trong trầm tích. Dựa vào kết quả khảo sát khả năng chiết của bảy tác nhân chiết, đã lựa chọn được bốn tác nhân chiết: NaHCO_3 ; HCOOH ; hỗn hợp NH_4 - oxalate + axit ascorbic; HNO_3 tương ứng với bốn pha phân bố của As: pha hấp phụ trên bề mặt trầm tích; pha khoáng dễ hòa tan; pha khoáng sắt tinh thể; pha khoáng sắt pyrit. Hai điều kiện tiến hành thí nghiệm là hệ hở và hệ kín được khảo sát và cho kết quả tương đương nhau. Hệ kín được lựa chọn bởi thao tác thí nghiệm đơn giản và tiết kiệm thời gian. Quy trình này có độ lặp tốt với độ lệch chuẩn trong đối nhỏ hơn 10%. Bước đầu ứng dụng nhằm nghiên cứu sự phân bố của As trên các pha khoáng khác nhau trong trầm tích. Kết quả cho thấy trầm tích ở khu vực nước ngầm bị ô nhiễm, As phân bố chủ yếu trên pha khoáng sắt tinh thể (khoảng 40%). Trong khi đó trầm tích ở khu vực nước ngầm không ô nhiễm, As phân bố chủ yếu trên pha khoáng sắt pyrit bền vững (khoảng 90%).

Lời cảm ơn

Nghiên cứu được thực hiện với sự hỗ trợ của dự án hợp tác quốc tế VietAs - DANIDA.

Tài liệu tham khảo

- [1] Keon N.E., Swartz C.H., Brabander D.J., Harvey C., and Hemond H.F. Validation of an arsenic sequential extraction method for evaluating mobility in sediments. *Environ. Sci. Technol* 35 (2001) 2778.
- [2] Wenzel W.W., Kirchbaumer N., Prohaska T., Stingeder G., Lombi E., Adriano D.C. Arsenic fractionation in soils using an improved sequential extraction procedure. *Analytica Chimica Acta* 436 (2001) 309.
- [3] Nguyễn Thanh Hoa. Xác định asen trong mẫu trầm tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) trên cơ sở xử lý mẫu bằng lò vi sóng, L.V.T. S. Trường Đại học KHTN Hà Nội (2009).
- [4] Standard methods for the examination of water and wastewater (19th Edition), (1995). *American Public Health Association (APHA)*.
- [5] Hudson - Edwards K.A., S.L. Houghton, A. Osborn, Extraction and analysis of arsenic in soils and sediments. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 23 (2004) 745.

- [6] Postma, D, Søren Jessen, Nguyen Thi Minh Hue, Mai Thanh Duc, Christian Bender Koch, Pham Hung Viet, Pham Quy Nhan, Flemming Larsen. Mobilization of arsenic and iron from Red River floodplain sediments, Vietnam. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 74 (2010) 3367.
- [7] Hossain M. Anawar, Junji Akai, Hiroshi Sakugawa. Mobilization of arsenic from subsurface sediments by effect of bicarbonate ions in groundwater. *Chemosphere*, 54 (2004) 753.

Optimization of extraction procedure for fractionation of arsenic in sediment

Nguyen Thi Hoa Mai¹, Pham Thi Kim Trang¹, Cao Thi Mai Trang¹,
Nguyen Thi Thu Trang¹, Nguyen Nhu Khue¹, Hoang Thi Tuoi¹,
Pham Hung Viet¹, Dieke Postma²

¹*Research Centre for Environmental Technology and Sustainable Development (CETASD)
VNU University of Science, 334 Nguyen Trai, Hanoi, Vietnam*

²*Geological Survey of Denmark and Greenland (GEUS)*

The distribution of arsenic bound on iron oxide phases in sediment is commonly studied by using extractants with different dissolving capabilities. In this report, optimal parameters for the arsenic extraction: extraction solutions, extraction time, and extraction modes were comprehensively investigated. Some preliminary results of the above - mentioned extraction procedures for arsenic from sediment were also presented. Four extractants: 0.5M NaHCO₃; 0.5M HCOOH; mixture of 0.2M NH₄ - oxalate + 0.1M ascorbic acid and 65% HNO₃ were found out to be suitable for the fractionation of arsenic from their corresponding distribution phases: arsenic absorbed on the surface of sediment; arsenic associated with easily dissolvable iron phases; crystalline Fe phases bound arsenic and arsenic bearing pyrite phases. Two modes of extraction: “opened system” and “closed system” were investigated. The “closed system” was finally adopted for its operational simplicity and short extraction time. The precision of the selected extraction procedure was found to be very good with RSD less than 10%.

Initially, the optimized extraction procedure has been applied to sediment samples from groundwater contaminated and uncontaminated with arsenic to study the distribution of arsenic in sediment. The results indicated that in the sediment of the contaminated area arsenic is mainly partitioned onto the crystalline iron phases (approximately 40%) while in the sediment of the uncontaminated area arsenic is mainly associated with stable pyrite phases (approximately 90%). This result agreed well with reductive dissolution of iron oxide hypothesis which is a commonly accepted explanation for arsenic mobilization from sediment.