

TÍN HIỆU VON-AMPE HÒA TAN ANOT XUNG VI PHÂN CỦA Pb(II) TRÊN ĐIỆN CỰC IN TỰ CHẾ GHI BẰNG MÁY ĐO ĐIỆN HÓA CẦM TAY

Hoàng Thái Long*, Hồ Xuân Anh Vũ,
Nguyễn Đăng Giáng Châu, Hồ Văn Minh Hải

Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

*Email: hthailong@hueuni.edu.vn

Ngày nhận bài: 19/8/2023; ngày hoàn thành phản biện: 4/9/2023; ngày duyệt đăng: 4/12/2023

TÓM TẮT

Tín hiệu von-ampe hòa tan xung vi phân của Pb(II) được ghi trên máy đo điện hóa cầm tay DropSens μ STAT-400 với điện cực in lưới tự chế (SPE) dùng mực in dẫn điện carbon và mực Ag/AgCl. Các điều kiện kỹ thuật xung vi phân thích hợp để ghi tín hiệu hòa tan của chì gồm bước thế, biên độ xung, bề rộng xung và tốc độ quét thế có giá trị lần lượt là 0,004 V, 0,04 V, 40 ms và 0,006 V/s. Khi làm sạch SPE bằng cách áp thế +0,6 V trong 10 s giữa các lần đo liên tiếp, kết quả đo cường độ dòng đỉnh hòa tan (I_p) có độ lặp lại tốt. Có thể tái sử dụng các SPE tự chế trong ngày làm việc tiếp theo, sau khi đã làm sạch và bảo quản trong nước cất. Giá trị I_p ghi được tỷ lệ tuyến tính với nồng độ Pb(II) trong khoảng 2,5–30 $\mu\text{g/L}$. Giới hạn phát hiện Pb(II) xác định được bằng quy tắc 3σ là 1,4 $\mu\text{g/L}$, thời gian điện phân làm giàu là 180 s.

Từ khóa: điện cực in lưới, DP-ASV, Pb(II), SPE, von-ampe hòa tan xung vi phân.

1. MỞ ĐẦU

Chì là một trong những kim loại nặng thường gặp trong môi trường [1]. Ngoài các nguồn nhân tạo như khí thải, nước thải công nghiệp... một số nguồn tự nhiên như đá vôi có chứa chì, khoáng kim loại, hoạt động phun trào của núi lửa... cũng có thể gây ô nhiễm chì đối với môi trường nói chung và môi trường nước nói riêng. Ion kim loại độc hại này có thể bị hấp thụ bởi các loại rau củ thông qua các quá trình khác nhau và đi vào chuỗi thức ăn ở nồng độ cao [2]. Sự tích lũy chì ngay ở mức lượng vết trong cơ thể cũng có thể gây ra một số tác hại nghiêm trọng cho sức khỏe, như gây bệnh thần kinh, rối loạn hành vi, tổn thương gan, thận, phổi, gây đột quỵ, cao huyết áp... đặc biệt có thể gây hại đối với sự phát triển não bộ, chỉ số thông minh và khả năng tiếp thu của trẻ sơ sinh [2, 3].

Hiện nay nhiều phương pháp phân tích chì đã được phát triển và sử dụng, như phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử, phổ phát xạ nguyên tử, khối phổ plasma cảm ứng, sắc ký... và các phương pháp phân tích điện hóa [1]. Trong số các phương pháp phân tích điện hóa, phương pháp von-ampe hòa tan là một trong những phương pháp phù hợp nhất để xác định lượng vết các ion kim loại nặng nói chung và chì nói riêng. Phương pháp phân tích điện hóa có lợi thế là có độ nhạy cao, chi phí phân tích thấp, hầu như không cần phải xử lý mẫu trước, dùng thiết bị nhỏ gọn, vì vậy ngày càng được sử dụng phổ biến hơn so với các phương pháp phổ thường yêu cầu phải có thiết bị lớn, kỹ thuật viên vận hành có trình độ và chi phí phân tích cao [1, 4].

Vào cuối thập niên 1980, điện cực in lưới (screen-printed electrode, SPE) được phát triển bằng cách dùng mực in dẫn điện carbon để in các điện cực lên tấm polymer, gốm hoặc giấy bằng kỹ thuật in lưới đã ra đời [5]. SPE có kích thước nhỏ gọn hơn rất nhiều so với hệ điện cực truyền thống có cấu tạo phức tạp, kích thước lớn. Việc phát minh ra SPE đã cho phép thu nhỏ thiết bị phân tích điện hóa đến mức có thể cầm tay để tiến hành phân tích tại hiện trường. Do có giá thành rẻ nên SPE thường được sản xuất để dùng một lần, không cần các bước xử lý điện cực, làm sạch, đánh bóng trước và sau mỗi phép đo [6]. Mặc dù nhiều loại SPE đã được thương mại hóa và có sẵn trên thị trường, nhưng tùy theo nhu cầu nghiên cứu riêng, hiện nay các nhà khoa học vẫn thường tự chế tạo các điện cực in lưới (gọi tắt là điện cực in) với các cấu hình, kích cỡ, loại vật liệu mực in dẫn điện khác nhau, qua đó phát triển các loại SPE mới và các phương pháp phân tích dùng các loại điện cực này.

Nhằm mục đích phát triển phương pháp phân tích Pb(II) bằng phương pháp von-ampe sử dụng SPE, bài báo này trình bày các kết quả khảo sát tín hiệu von-ampe hòa tan anot xung vi phân của Pb(II) trên điện cực in tự chế dùng máy đo cầm tay.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất

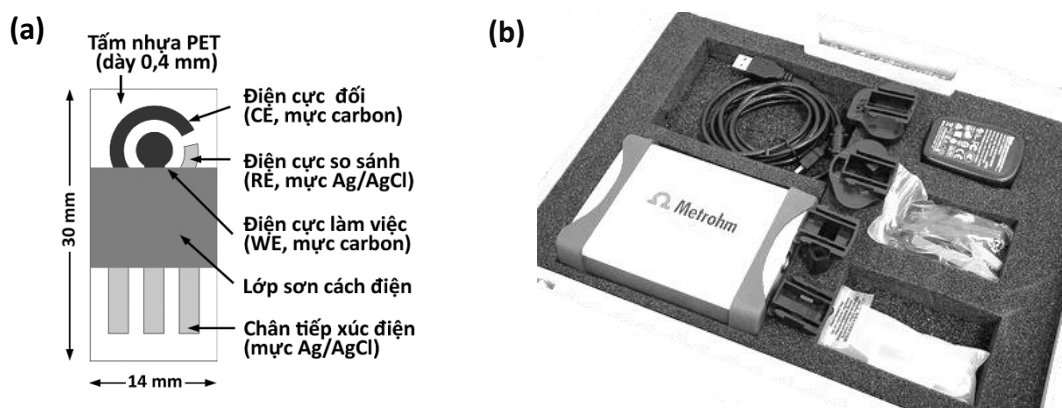
Dung dịch HNO₃ đặc 65 % (w/w), CH₃COOH băng 99 % (w/w), dung dịch NH₃ đặc 28 % (w/w), KCl tinh thể, Na₂CO₃ khan, acetone đều là hóa chất tinh khiết dùng cho phân tích do Sigma-Aldrich (Đức) cung cấp. Dung dịch chuẩn Pb(II) 1000 mg/L dùng cho phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử được mua từ hãng Merck (Đức). Nước cất hai lần được dùng để pha chế hóa chất và tráng rửa dụng cụ. In điện cực bằng các loại mực dẫn điện carbon black Ceres YT-581 của Guangzhou Print Area Technology Co. (Trung Quốc) và mực Ag/AgCl (60/40) dùng cho in lưới của Sigma-Aldrich (Đức). Màng nhựa PET (polyethylene terephthalate) dày 0,4 mm của hãng HUNUFA (Việt Nam) được dùng làm nền để in điện cực.

2.2. Thiết bị & Dụng cụ

Các thí nghiệm được thực hiện trên máy đo điện hóa cầm tay DropSens μ STAT-400 của Metrohm (Thụy Sĩ) điều khiển bằng phần mềm DropView 4000. Bàn in lưới tự chế dùng khung in lưới polyester loại T100 của Hebei Reking Wire Mesh (Trung Quốc).

2.3. Chế tạo điện cực in

Chế tạo các mẫu âm bản (stencils) của thiết kế điện cực trên lưới in có độ mịn T100 (100 sợi lưới trên 1 cm). Dùng mực in dẫn điện để in SPE trên tấm nhựa PET (dày 0,4 mm) đã làm sạch bằng xà phòng, nước và acetone. Điện cực so sánh (RE) và các đường dẫn điện được in trước bằng mực in Ag/AgCl, để mực khô tự nhiên. Sau đó dùng mực dẫn điện carbon để in điện cực làm việc (WE) và điện cực đối (CE) phủ lên lớp in bằng mực Ag/AgCl. Sau khi in, ủ SPE ở 80 °C trong tủ sấy trong 90 phút. Kết thúc quá trình ủ nhiệt, phủ một lớp màng cách điện lên điện cực để tránh bị ngắn mạch ở phần chân tiếp xúc điện của điện cực khi nhúng vào dung dịch đo. Cấu tạo điện cực SPE tự chế được trình bày trên Hình 1a.



Hình 1. Cấu tạo của điện cực SPE tự chế (a) và bộ thiết bị đo điện hóa cầm tay DropSens μ STAT-400 (b).

Sau khi ủ nhiệt, các SPE tự chế được hoạt hóa điện hóa bằng cách nhúng điện cực vào dung dịch Na_2CO_3 2 M sau đó áp thế +1,2 V trong 180 s trên WE của SPE. Kết thúc quá trình hoạt hóa, SPE được rửa lại nhiều lần bằng nước cất và làm khô tự nhiên để sẵn sàng sử dụng.

2.4. Ghi tín hiệu von-ampe hòa tan của dung dịch Pb(II)

Tín hiệu von-ampe hòa tan anot xung vi phân (differential pulse anodic stripping voltammetry, DP-ASV) của Pb(II) trên SPE tự chế được ghi trong dung dịch nền chứa CH_3COOH 0,2 M, NH_3 0,1 M và KCl 0,15 M [Error! Reference source not found.] (gọi tắt là dung dịch nền) với thiết bị đo điện hóa cầm tay DropSens μ STAT-400 của hãng Metrohm, gọi tắt là thiết bị đo (Hình 1b). Thiết bị này được điều khiển bằng phần mềm DropView 4000 cài đặt trên máy tính có kết nối với thiết bị đo qua cáp USB.

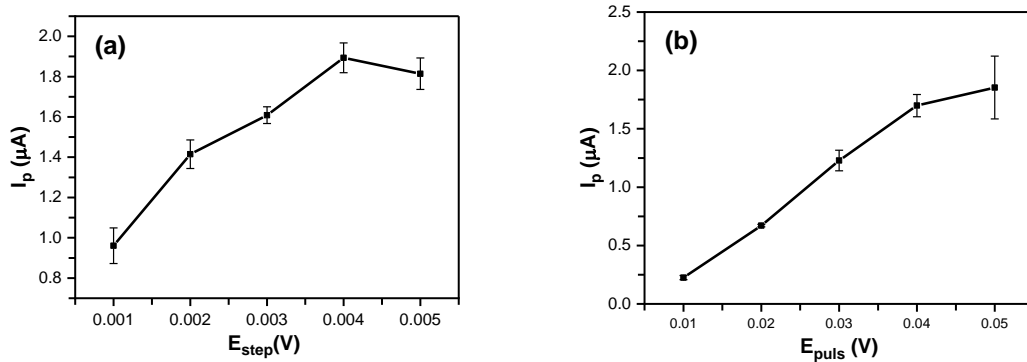
Để thuận tiện cho việc thay đổi các dung dịch đo trong các thí nghiệm khảo sát, SPE được gắn vào bộ gá điện cực tự chế rồi nhúng vào cốc thủy tinh nhỏ có chứa 10 mL dung dịch sao cho toàn bộ ba điện cực CE, WE và RE của SPE đều ngập trong lòng dung dịch đo.

Mỗi chu trình ghi tín hiệu DP-ASV trên thiết bị đo bao gồm các công đoạn: làm sạch (hoặc hoạt hóa điện cực, pre-condition) ở thế E_{cond} trong khoảng thời gian t_{cond} ; điện phân làm giàu ở thế E_{dep} và thời gian t_{dep} , trong quá trình điện phân dung dịch được khuấy bằng máy khuấy từ; kết thúc quá trình điện phân, ngừng khuấy dung dịch trong khoảng thời gian t_{equil} ; ghi tín hiệu DP-ASV bằng cách quét thế anot từ thế E_{begin} đến thế E_{end} bằng kỹ thuật quét thế xung vi phân.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

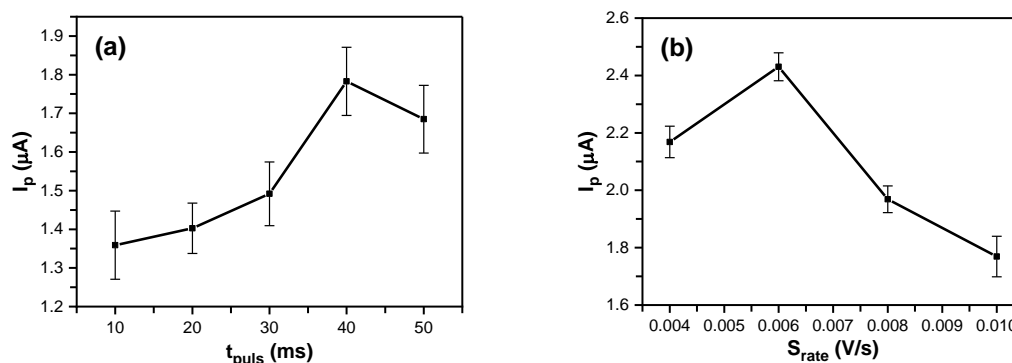
3.1. Các điều kiện kỹ thuật DP-ASV

Để khảo sát lựa chọn điều kiện kỹ thuật DP-ASV, nhúng SPE vào dung dịch nền chứa Pb(II) 10 $\mu\text{g/L}$ và kết nối SPE với thiết bị đo, điện phân làm giàu ở -1,2 V [8] trong 180 s, trong giai đoạn này dung dịch được khuấy với tốc độ (ω) 800 vòng/phút.



Hình 2. Kết quả ghi I_p trung bình ($n = 3$) của chì khi biến đổi bước thế (a) và biên độ xung (b).

Điều kiện thí nghiệm (ĐKTN): dung dịch nền chứa Pb(II) 10 $\mu\text{g/L}$; $E_{cond} = +0,6$ V; $t_{cond} = 10$ s; $E_{dep} = -1,2$ V; $t_{dep} = 180$ s; $\omega = 800$ vòng/phút; $t_{equil} = 15$ s; $E_{begin} = -1,2$ V; $E_{end} = -0,1$ V. (a): $E_{puls} = 0,04$ V; $t_{puls} = 40$ ms; $S_{rate} = 0,006$ V/s. (b): $E_{step} = 0,004$ V; $t_{puls} = 40$ ms; $S_{rate} = 0,006$ V/s. Thanh sai số trên trục tung là độ lệch chuẩn (standard deviation, SD) của I_p .



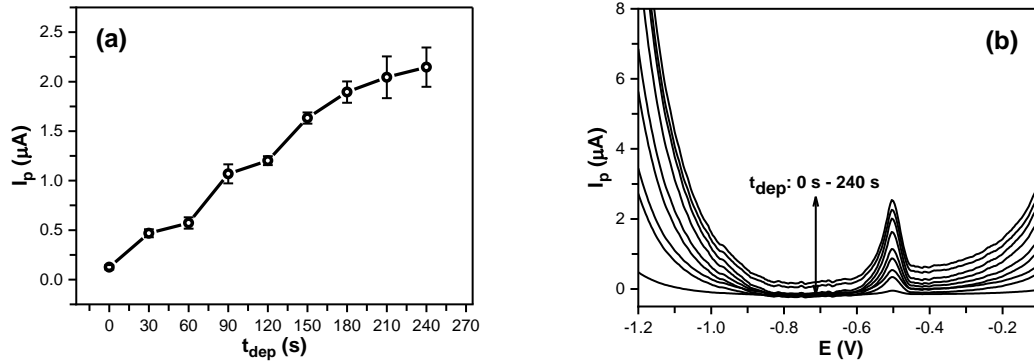
Hình 3. Kết quả ghi I_p trung bình ($n = 3$) của chì khi biến đổi bề rộng xung (a) và tốc độ quét thế (b).

DKTN: dung dịch nền chứa Pb(II) 10 $\mu\text{g/L}$; $E_{cond} = +0,6$ V; $t_{cond} = 10$ s; $E_{dep} = -1,2$ V; $t_{dep} = 180$ s; $\omega = 800$ vòng/phút; $t_{equil} = 15$ s; $E_{begin} = -1,2$ V; $E_{end} = -0,1$ V. (a): $E_{step} = 0,004$ V; $E_{puls} = 0,04$ V; $S_{rate} = 0,006$ V/s. (b): $E_{step} = 0,004$ V; $E_{puls} = 0,04$ s; $t_{puls} = 40$ ms. Thanh sai số trên trục tung là độ lệch chuẩn (standard deviation, SD) của I_p .

Kết thúc giai đoạn điện phân, ngừng khuấy dung dịch trong 15 s, sau đó quét thế anot từ $-1,2$ V đến $-0,1$ V bằng kỹ thuật xung vi phân và ghi đường von-ampe (viết tắt là đường DP-ASV). Đường DP-ASV thu được có đỉnh hòa tan của chì xuất hiện ở thế khoảng $-0,5$ V. Trong quá trình quét thế, thay đổi các thông số kỹ thuật xung vi phân bao gồm bước thế (E_{step}), biên độ xung (E_{puls}), bề rộng xung (t_{puls}) và tốc độ quét thế (S_{rate}) theo phương pháp đơn biến. Lặp lại mỗi thí nghiệm ba lần. Kết quả thí nghiệm trình bày trên Hình 2 và Hình 3 cho thấy, có thể ghi được cường độ dòng đỉnh hòa tan của chì (I_p) cao và lặp lại với các thông số kỹ thuật xung gồm $E_{step} = 0,004$ V, $E_{puls} = 0,04$ V, $t_{puls} = 40$ ms và $S_{rate} = 0,006$ V/s.

3.2. Thời gian điện phân làm giàu

Khi tăng thời gian điện phân làm giàu từ 0 s đến 240 s thì I_p của chì cũng tăng dần từ $0,13$ μA đến $2,15$ μA (Hình 4a). Tuy vậy, khi tăng t_{dep} đến 210 s thì độ lặp lại của I_p bắt đầu giảm một cách đáng kể, độ lệch chuẩn tương đối (relative standard deviation, RSD) của kết quả đo I_p tăng từ 5,7 % ($t_{dep} = 180$ s) lên 10,3 % ($t_{dep} = 210$ s) và 9,2 % (ở $t_{dep} = 240$ s). Ngoài ra, tăng thời gian điện phân làm giàu cũng làm tăng nền của các đường DP-ASV (Hình 4b). Do trong thí nghiệm này, mỗi SPE chỉ được dùng cho ba lần đo lặp lại ở một giá trị E_{dep} xác định, nên hiện tượng tăng nền đường DP-ASV cho thấy có thể đã có sự biến đổi của lớp vật liệu trên bề mặt WE của SPE, làm giảm độ dẫn điện của điện cực [9] sau thời gian điện phân dài. Vì vậy, không nên tăng thời gian điện phân làm giàu quá cao để làm tăng độ nhạy của kết quả định lượng chì trên loại SPE này.



Hình 4. I_p trung bình ($n = 3$) của dung dịch nền có chứa Pb(II) 10 μg/L với các thời gian điện phân làm giàu khác nhau (a); và các đường DP-ASV khi tăng dần thời gian điện phân làm giàu từ 0 s đến 240 s (b).

ĐKTN: dung dịch nền chứa Pb(II) 10 μg/L; $E_{dep} = -1,2$ V; $\omega = 800$ vòng/phút; $t_{equil} = 15$ s; $E_{cond} = +0,6$ V; $t_{cond} = 10$ s; $E_{step} = 0,004$ V; $E_{puls} = 0,04$ V; $t_{puls} = 40$ ms; $S_{rate} = 0,006$ V/s; $E_{begin} = -1,2$ V; $E_{end} = -0,1$ V. Thanh sai số trên trục tung là độ lệch chuẩn (standard deviation, SD) của I_p .

3.3. Chế độ làm sạch điện cực

Kết quả thí nghiệm trình bày trong Bảng 1 cho thấy, I_p đo được của dung dịch nền chứa Pb(II) 10 μg/L có xu hướng tăng dần và lặp lại tốt hơn khi tăng thế làm sạch từ 0 V đến +0,6 V. Làm sạch ở +0,6 V trong 10 s trước mỗi phép đo liên tiếp cho phép ghi được I_p có cường độ cao, lặp lại tốt, do đó không cần thiết phải khảo sát các thế và thời gian làm sạch khác cao hơn.

Bảng 1. Ảnh hưởng của thế và thời gian làm sạch điện hóa đến I_p của dung dịch nền chứa Pb(II) 10 μg/L trên điện cực SPE.

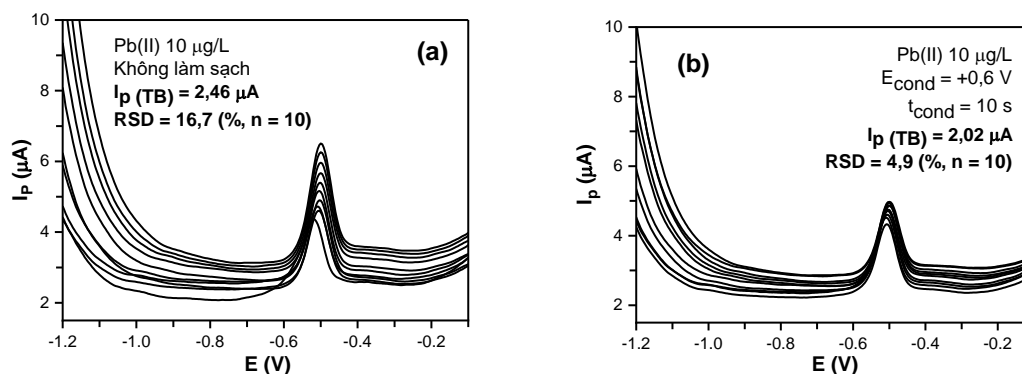
E_{cond} (V)	t_{cond} (s)	$I_p^{(TB)}$ (μA)	RSD (% , $n = 3$)
Không làm sạch	0	1,96	14,3
+0,2	5	2,07	8,2
+0,4	5	2,17	8,8
+0,6	5	2,15	6,0
+0,6	10	2,18	4,1

ĐKTN: dung dịch nền chứa Pb(II) 10 μg/L; $E_{dep} = -1,2$ V; $t_{dep} = 180$ s; $\omega = 800$ vòng/phút; $t_{equil} = 15$ s; $E_{step} = 0,004$ V; $E_{puls} = 0,04$ V; $t_{puls} = 40$ ms; $S_{rate} = 0,006$ V/s; $E_{begin} = -1,2$ V; $E_{end} = -0,1$ V.

3.4. Độ lặp lại và độ tái lập của kết quả đo I_p

Khi làm sạch điện cực bằng cách áp một thế +0,6 V lên WE của SPE trong 10 s, các giá trị I_p đo liên tiếp ($n = 10$) trên một SPE có độ lặp lại rất tốt và tốt hơn nhiều so với khi không dùng biện pháp làm sạch điện hóa. Giá trị RSD xác định được sau 10 lần đo lặp lại của dung dịch nền có chứa Pb(II) 10 μg/L với chế độ làm sạch đã nêu là 4,9 %, nhỏ hơn nhiều so với giá trị $\frac{1}{2}RSD_H$ cho phép (tính theo hàm Horwitz [10]) ở mức nồng độ

này là 16 %. Việc làm sạch điện hóa cũng cho phép giảm bớt hiện tượng gia tăng nền của các đường DP-ASV ghi lặp lại (Hình 5a và 5b).



Hình 5. Các đường DP-ASV của dung dịch nền chứa Pb(II) 10 µg/L được ghi lặp lại trên cùng một SPE khi không làm sạch điện hóa (a); và có làm sạch ở +0,6 V trong 10 s giữa các lần đo liên tiếp.

DKTN: như ở Hình 4.

Như vậy, có thể dùng một SPE tự chế để đo I_p liên tiếp ít nhất là 10 lần mà không làm sai lệch đáng kể kết quả đo. Để trả lời câu hỏi liệu có thể sử dụng được các SPE đã dùng sau khi làm sạch và bảo quản qua đêm hay không, 2 điện cực SPE khác nhau (SPE1 và SPE2) đã được dùng để ghi I_p của dung dịch nền chứa Pb(II) 10 µg/L, mỗi ngày đo lặp lại 2 lần và đo trong bốn ngày liên tiếp. Sau lần đo của mỗi ngày, rửa điện cực bằng dung dịch HNO₃ 0,1 M vài lần, sau đó tia rửa để làm sạch bằng nước cất hai lần rồi nhúng vào nước cất hai lần để bảo quản. Trước khi sử dụng vào ngày sau, SPE được tia rửa lại bằng nước cất và để khô tự nhiên. Kết quả thí nghiệm được trình bày trong Bảng 2 cho thấy, sau khi rửa sạch và bảo quản, có thể sử dụng SPE thêm một lần nữa vào ngày hôm sau. Kết quả đo I_p trong lần tái sử dụng này không suy giảm đáng kể so với lần sử dụng đầu tiên. Tuy nhiên ở các lần tái sử dụng vào ngày thứ ba và thứ tư thì giá trị I_p đo được trên SPE bắt đầu suy giảm đáng kể. Như vậy mặc dù được chế tạo với mục đích sử dụng một lần, nhưng các SPE tự chế có thể dùng để phân tích trong ít nhất mười lần lặp lại. Sau khi rửa và bảo quản trong nước cất, vẫn có thể tái sử dụng SPE vào ngày hôm sau.

Bảng 2. Kết quả xác định I_p của dung dịch nền chứa Pb(II) 10 µg/L trong những lần đo lặp lại trên cùng một SPE trong bốn ngày.

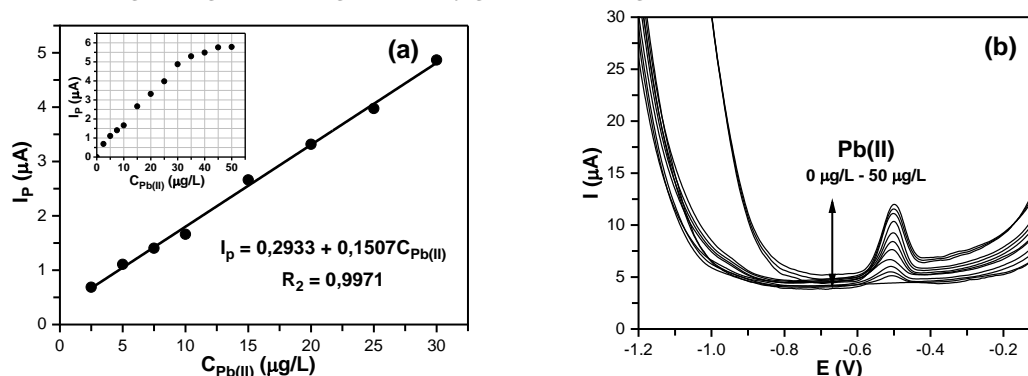
Ngày đo		1	2	3	4	
I_p (µA)	SPE1	Lần đo 1	2,47	2,28	1,59	1,55
		Lần đo 2	2,33	2,17	1,95	1,63
		Trung bình ngày	2,40	2,22	1,77	1,59
		RSD (% , n = 2)	3,4	3,3	14,3	3,5
		Trung bình 4 ngày			2,00	
		RSD (% , n = 8)			18,4	

SPE2	Lần đo 1	2,20	2,14	1,69	1,73
	Lần đo 2	2,01	1,91	1,82	1,53
	Trung bình ngày	2,11	2,03	1,75	1,63
	RSD (% _{n=2})	6,2	8,1	5,3	8,9
	Trung bình 4 ngày			1,88	
	RSD (% _{n=8})			12,4	

DKTN: dung dịch chứa Pb(II) 10 µg/L; $E_{dep} = -1,2$ V; $t_{dep} = 180$ s; $\omega = 800$ vòng/phút; $t_{equil} = 15$ s; $E_{cond} = +0,6$ V; $t_{cond} = 10$ s; $E_{step} = 0,004$ V; $E_{puls} = 0,04$ V; $t_{puls} = 40$ ms; $S_{rate} = 0,006$ V/s; $E_{begin} = -1,2$ V; $E_{end} = -0,1$ V.

3.5. Khoảng tuyến tính và giới hạn phát hiện

Kết quả ghi I_p của các dung dịch nền chứa Pb(II) nồng độ tăng dần từ 0 µg/L đến 50 µg/L bằng phương pháp DP-ASV (Hình 6a và 6b) cho thấy giữa I_p và nồng độ Pb(II) có quan hệ tuyến tính tốt trong khoảng nồng độ từ 2,5 µg/L đến 30 µg/L. Khi nồng độ Pb(II) trong dung dịch tăng trên 30 µg/L thì I_p tăng chậm dần.



Hình 6. Đường hồi quy tuyến tính $I_p - C_{Pb(II)}$ (a) và các đường DP-ASV của các dung dịch nền chứa Pb(II) có nồng độ từ 0 µg/L đến 50 µg/L (b).

DKTN: như ở Bảng 2.

Áp dụng quy tắc 3σ với các số liệu I_p của dung dịch Pb(II) có nồng độ từ 2,5 µg/L đến 10 µg/L có thể xác định được giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) Pb(II) lần lượt là 1,4 µg/L và 4,6 µg/L, với 180 s điện phân làm giàu.

4. KẾT LUẬN

Có thể sử dụng máy đo điện hóa cầm tay DropSens µSTAT-400 để ghi tín hiệu von-ampe hòa tan xung vi phân của Pb(II) trong dung dịch nền chứa CH_3COOH 0,2 M, NH_3 0,1 M và KCl 0,15 M, với điện cực in lưới tự chế dùng các loại mực in dẫn điện carbon và mực $Ag/AgCl$. Tín hiệu hòa tan ghi được đáp ứng các yêu cầu cơ bản để tiếp tục nghiên cứu phát triển quy trình phân tích ion Pb(II) trên loại SPE tự chế với máy đo điện hóa cầm tay này. Nếu làm sạch cẩn thận sau đó bảo quản SPE trong nước cất thì có thể tái sử dụng các SPE tự chế trong ngày làm việc tiếp theo.

LỜI CẢM ƠN

Nhóm tác giả cảm ơn Đại học Huế đã tài trợ kinh phí cho đề tài nghiên cứu này (mã số DHH2021-01-187) theo quyết định số 176/QĐ-ĐHH.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. C. Yıldız, D. Eskiköy Bayraktepe, and Z. Yazan (2021). Highly sensitive direct simultaneous determination of zinc(II), cadmium(II), lead(II), and copper(II) based on in-situ-bismuth and mercury thin-film plated screen-printed carbon electrode, *Monatsh. Chem. - Chemical Monthly*, Vol. 152, No. 12, pp. 1527-1537.
- [2]. E. Tesfaye, B. S. Chandravanshi, N. Negash, and M. Tessema (2022). A new modified carbon paste electrode using N1-hydroxy-N1,N2-diphenylbenzamidine for the square wave anodic stripping voltammetric determination of Pb(II) in environmental samples, *Sens. Bio-Sens. Res.*, Vol. 38, p. 100520, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214180422000496?via%3Dihub>.
- [3]. X. Tang, P.-Y. Wang, and G. Buchter (2018). Ion-Selective Electrodes for Detection of Lead (II) in Drinking Water: A Mini-Review, *Environments*, Vol. 5, No. 9, p. 95, <https://www.mdpi.com/2076-3298/5/9/95>.
- [4]. A. Rubino and R. Queirós (2023). Electrochemical determination of heavy metal ions applying screen-printed electrodes based sensors. A review on water and environmental samples analysis. *Talanta Open*, Vol. 7, p. 100203, <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666831923000243?via%3Dihub>.
- [5]. J. P. Hart and S. A. Wring (1994). Screen-printed voltammetric and amperometric electrochemical sensors for decentralized testing, *Electroanalysis*, Vol. 6, No. 8, pp. 617-624.
- [6]. J. M. González-Costas, S. Gómez-Fernández, J. García, and E. González-Romero (2020). Screen-printed electrodes-based technology: Environmental application to real time monitoring of phenolic degradation by phytoremediation with horseradish roots, *Sci. Total Environ.*, Vol. 744, p. 140782, <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0048969720343060?via%3Dihub>.
- [7]. Metrohm. Application Bulletin 241/2 e - Determination of cadmium and lead by anodic stripping voltammetry at a mercury film electrode, version 201901. Metrohm.
- [8]. W. Song, L. Zhang, L. Shi, D.-W. Li, Y. Li, and Y.-T. Long (2010). Simultaneous determination of cadmium(II), lead(II) and copper (II) by using a screen-printed electrode modified with mercury nano-droplets, *Mikrochim. Acta*, Vol. 169, No. 3, pp. 321-326.
- [9]. A. J. Bard, L. R. Faulkner, and H. S. White (2022). "Polarography, Pulse Voltammetry, and Square-Wave Voltammetry", *Electrochemical methods: Fundamentals and Applications*, third edition, Wiley, p. 375.
- [10]. W. Horwitz (1982). Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs, *Anal. Chem.*, Vol. 54, No. 1, pp. 67-76.

DIFFERENTIAL PULSE ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY SIGNALS OF Pb(II) ON SELF-MADE SCREEN-PRINTED ELECTRODES MEASURED BY A PORTABLE ELECTROCHEMICAL ANALYZER

**Hoang Thai Long*, Ho Xuan Anh Vu,
Nguyen Dang Giang Chau, Ho Van Minh Hai**

Faculty of Chemistry, University of Sciences, Hue University

*Email: hthailongh@hueuni.edu.vn

ABSTRACT

The differential pulse anodic stripping voltammetric signals of Pb(II) are measured using a DropSens μ STAT-400 portable electrochemical analyzer, with the self-made screen-printed electrodes (SPE) composed of conductive carbon ink and Ag/AgCl ink. The appropriate technical conditions for the differential pulse stripping voltammetric measurement of lead encompass the step potential, pulse amplitude, pulse time, and scan rate, set at 0.004 V, 0.04 V, 40 ms, and 0.006 V/s, respectively. When cleaning the SPE by applying a potential of +0.6 V for 10 seconds between consecutive measurements, the measured results of the stripping peak current (I_p) exhibit good repeatability. After cleaning and storing in distilled water, self-made SPEs can be reused on the next working day. The measured I_p values exhibit a linear relationship with Pb(II) concentrations in the range of 2.5–30 $\mu\text{g/L}$. The detection limit of Pb(II), determined by the 3σ rule, is 1.4 $\mu\text{g/L}$, with the deposition time of 180 seconds.

Keywords: screen-printed electrode, SPE, differential pulse anodic stripping voltammetry, DP-ASV, lead, Pb(II).



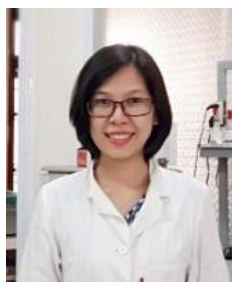
Hoàng Thái Long sinh ngày 08/11/1960 tại Thừa Thiên Huế. Ông tốt nghiệp cử nhân ngành Hóa học năm 1983 tại trường Đại học Tổng hợp Huế và thạc sĩ chuyên ngành Hóa học và Kỹ thuật Môi trường tại Viện Công nghệ Tokyo vào năm 1997. Ông nhận học vị tiến sĩ năm 2011 tại Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội và được phong học hàm phó giáo sư năm 2018. Từ năm 2018 đến nay, ông giảng dạy tại khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích điện hóa và Phân tích môi trường.



Hồ Xuân Anh Vũ sinh năm 1985 tại Thừa Thiên Huế. Ông tốt nghiệp cử nhân chuyên ngành Hóa học năm 2009 tại trường Đại học Khoa học - Đại học Huế; tốt nghiệp Thạc sĩ chuyên ngành Hóa Phân tích năm 2011 tại trường Đại học Khoa học - Đại học Huế. Ông hiện đang là nghiên cứu sinh chuyên ngành Hóa phân tích tại trường Đại học Khoa học - Đại học Huế. Hiện nay, đang công tác tại bộ môn Hóa Phân tích, trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

Lĩnh vực nghiên cứu: phân tích điện hóa, phân tích các hợp chất hữu cơ, đánh giá chất lượng nước và nghiên cứu vật liệu.



Nguyễn Đăng Giáng Châu sinh ngày 20/09/1985 tại Thừa Thiên Huế. Bà tốt nghiệp cử nhân ngành Hóa học năm 2003, Thạc sĩ ngành Hóa phân tích năm 2009, Tiến sĩ ngành Khoa học Nông nghiệp năm 2015. Hiện bà đang là Giảng viên tại Khoa Hóa học, trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích chất ô nhiễm tồn lưu trong môi trường và nông sản.



Hồ Văn Minh Hải sinh ngày 06/11/1986 tại Thừa Thiên Huế. Ông tốt nghiệp đại học năm 2009 ngành Công nghệ vật liệu Silicat tại Trường Đại học Bách Khoa Đà Nẵng. Năm 2015, ông tốt nghiệp thạc sĩ chuyên ngành Hóa Vô cơ tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Hiện tại, Ông đang công tác tại Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Vật liệu nano, Khung hữu cơ kim loại MOFs, xúc tác, cảm biến điện hóa.

