

**KHẢO SÁT MỘT SỐ YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN TÍN HIỆU
VON-AMPE HÒA TAN XUNG VI PHÂN CỦA Hg^{II}
TRÊN ĐIỆN CỰC KIM CƯƠNG PHA TẠP BỎ**

Lê Thị Thùy^{1*}, Hoàng Thái Long²

¹ Sở Khoa học & Công nghệ tỉnh Quảng Nam

² Khoa Hóa học, trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

* Email: lethuy09.qn@gmail.com

TÓM TẮT

Điện cực kim cương pha tạp Bỏ đã được sử dụng để ghi đường von-ampe hòa tan xung vi phân của dung dịch Hg^{II} . Trong dung dịch nền chứa Hg^{II} 5 ppb, KCl 0,03 M, Au^{III} 0,5 ppm, đỉnh hòa tan của thủy ngân xuất hiện sau khi làm giàu ở -900 mV trong 300 s. Làm sạch điện cực sau mỗi phép đo ở thế 800 mV trong 10 s không làm tăng giá trị của I_p , nhưng đã làm tăng đáng kể độ lặp lại của phép đo. Kết quả đo lặp lại 18 lần cho thấy, I_p đo được lặp lại rất tốt ngay ở nồng độ Hg^{II} 1 ppb. Với thời gian điện phân làm giàu 300 s, giới hạn phát hiện của Hg^{II} tính theo quy tắc 3 σ là 0,08 ppb, giới hạn định lượng là 0,3ppb.

Từ khóa: BDD, điện cực kim cương, thủy ngân, von-ampe hòa tan.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Thủy ngân là kim loại nặng có độc tính cao đối với con người và nhiều loài sinh vật khác. Trong các nguồn nước, thủy ngân thường tồn tại ở dạng vết và siêu vết. Để phát hiện và định lượng được Hg trong mẫu nước, cần sử dụng các phương pháp phân tích có độ nhạy cao như quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), quang phổ huỳnh quang nguyên tử (AFS), khối phổ plasma cặp cảm ứng (ICP-MS)... [1]. Mặc dù có độ nhạy và độ chính xác cao, nhưng các phương pháp nêu trên đều phải sử dụng thiết bị đắt tiền, chi phí phân tích cao. Với mục đích giảm chi phí phân tích, nhiều nghiên cứu đã và đang được thực hiện để định lượng thủy ngân bằng các phương pháp phân tích điện hóa, đặc biệt là phương pháp von-ampe hòa tan anot (ASV). Điện cực làm việc thường được sử dụng để phân tích thủy ngân bằng phương pháp ASV là điện cực rắn đĩa vàng, điện cực sợi vàng, vi sợi vàng hoặc than thủy tinh kết hợp màng vàng [1]. Do có nhiều ưu điểm so với các loại điện cực truyền thống, gần đây, điện cực kim cương pha tạp bo (boron doped diamond, BDD) đang được quan tâm nghiên cứu để xác định thủy ngân bằng phương pháp ASV [2-6]. Mặc dù đã có nhiều công trình nghiên cứu phát triển phương pháp điện hóa để xác định Hg, nhưng vì nhiều lý do khác nhau, vẫn chưa có một phương pháp điện hóa nào để định lượng Hg được áp dụng rộng rãi trong thực tế [3].

Bài báo này trình bày một số kết quả khảo sát điều kiện để ghi tín hiệu von-ampe hòa tan xung vi phân (DP-ASV) của thủy ngân trên điện cực BDD và một số yếu tố ảnh hưởng nhằm cung cấp các thông tin ban đầu để phát triển phương pháp điện hóa xác định ion kim loại này.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất và dụng cụ

Các dung dịch chuẩn Hg^{II} được chuẩn bị từ dung dịch chuẩn gốc Hg^{II} 1000 mg/L (Merck). Dung dịch Cu^{II} 10 ppm được chuẩn bị từ dung dịch Cu^{II} 1000 ppm (Merck). Dung dịch Au 10 mM được chuẩn bị bằng cách hòa tan HAuCl₄.3H₂O (Merck) trong dung dịch HCl 0,1 M. Các loại thuốc thử khác đều được pha chế từ hóa chất tinh khiết dùng cho phân tích (Merck). Dùng nước cất 2 lần để pha chế hóa chất. Các thí nghiệm được tiến hành trên thiết bị 797 VA Computrace (Metrohm) với hệ 3 điện cực: điện cực BDD (Windsor Scientific, Anh); điện cực so sánh: Ag/AgCl/KCl 3M và điện cực phụ trợ Pt.

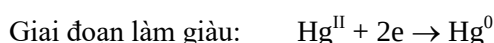
2.2. Tiến hành

Chuẩn bị điện cực

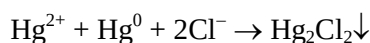
Lắp điện cực BDD vào bình điện phân chứa HCl 1,5 M và hoạt hóa ở thế -2 V trong khoảng thời gian 300 s; tiếp tục hoạt hóa điện cực trong dung dịch trên bằng cách quét thế theo chế độ von-ampe vòng từ -500 mV đến +800 mV, tốc độ quét thế 35 mV/s, lặp lại 10 vòng. Lấy điện cực ra khỏi bình điện phân, rửa cẩn thận bằng nước cất 2 lần trước khi sử dụng.

Ghi đường von-ampe hòa tan

Phương pháp von-ampe hòa tan để định lượng Hg trên điện cực BDD, dựa trên cơ sở các phản ứng điện hóa sau [5]:



Nếu trong mẫu có chứa ion Cl⁻ thì có thể xảy ra phản ứng:



Hg₂Cl₂ kết tủa lên bề mặt điện cực và khó bị hòa tan trong giai đoạn làm sạch điện hóa, do đó làm giảm độ lặp lại của tín hiệu phân tích. Để khắc phục, có thể thêm Au^{III} [5], hoặc Cu^{II} [2] vào dung dịch phân tích. Trong giai đoạn làm giàu, Au⁰, Cu⁰ bám lên bề mặt điện cực tạo hỗn hống với Hg⁰, hạn chế sự tạo thành Hg₂Cl₂.

Cho dung dịch nghiên cứu chứa Hg^{II}, KCl, Au^{III} vào bình điện phân. Điện phân làm giàu ở thế (E_{dep}) và thời gian (t_{dep}) để tập trung Hg và Au lên bề mặt điện cực. Kết thúc giai đoạn này, ngừng quay điện cực và nghỉ 5 s - 10 s. Sau đó, quét thế theo chiều dương dần từ E_{dep} đến +800 mV bằng kỹ thuật xung vi phân (DP). Để phép đo có độ lặp lại tốt, tiến hành làm sạch

BDD sau mỗi phép đo bằng kỹ thuật điện hoá. Xác định thế (E_p) và dòng (I_p) đỉnh hoà tan từ đường von-ampe hoà tan thu được. Xác định nồng độ thủy ngân bằng phương pháp thêm chuẩn.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Dựa vào nhiều công bố trước đây, một số điều kiện thí nghiệm (ĐKTN) ban đầu đã được cố định để tiến hành các thí nghiệm khảo sát và được trình bày ở bảng 1.

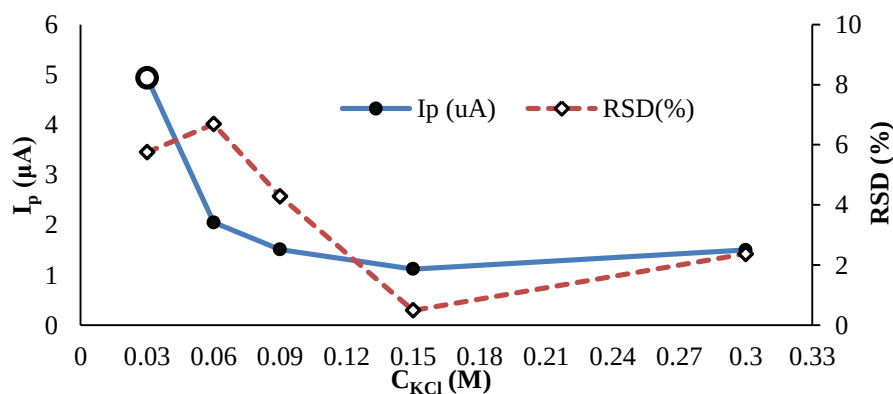
Bảng 1. Một số điều kiện cố định ban đầu để ghi I_p DP-ASV của Hg^{II} trên điện cực BDD

STT	Các thông số	Ký hiệu	Đơn vị	Giá trị
2	Thế điện phân làm giàu	E_{dep}	mV	- 900
3	Thời gian điện phân	t_{dep}	s	300
4	Tốc độ quay	ω	rpm	1400
6	Khoảng quét thế	U_{range}	V	-1 – 1,4

Các thí nghiệm sơ bộ đã được thực hiện với các chất điện ly nền (HCl , H_2SO_4 và KCl) và chất tạo màng (Au^{III} , Cu^{II}). Kết quả các thí nghiệm cho thấy, chỉ có dung dịch nền chứa KCl kết hợp với Au^{III} mới cho phép ghi được I_p nhạy và lặp lại. Do đó, thành phần dung dịch nền này được chọn để tiến hành các thí nghiệm khảo sát sau.

3.1. Ảnh hưởng của nồng độ KCl

Cố định các điều kiện ban đầu, chuẩn bị dung dịch phân tích chứa Hg^{II} 5 ppb, Au^{III} 1,5 ppm, KCl có nồng độ tăng dần từ 0 M đến 0,3 M. Kết quả thực nghiệm cho thấy khi tăng dần nồng độ KCl từ 0 M đến 0,3 M, cường độ đỉnh hòa tan của thủy ngân (I_p) bắt đầu tăng dần sau đó giảm. Có thể do khi nồng độ Cl^- cao thì kết tủa Hg_2Cl_2 khó tan kết tủa lên bề mặt điện cực nhiều hơn, cản trở quá trình điện hóa. Ngược lại khi nồng độ Cl^- thấp thì nồng độ Cl^- không đủ để tạo phức với Au^{III} , ảnh hưởng đến quá trình khử vàng và tạo hỗn hống với thủy ngân, nên I_p của thủy ngân giảm và có độ lặp lại kém. Khi dung dịch phân tích không chứa KCl , không những đỉnh của Hg^{II} không xuất hiện rõ, mà đỉnh hòa tan của vàng cũng bị tách đôi, không cân đối. Ở nồng độ KCl là 0,03 M, I_p của Hg^{II} cao và cân đối nên nồng độ này được chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.



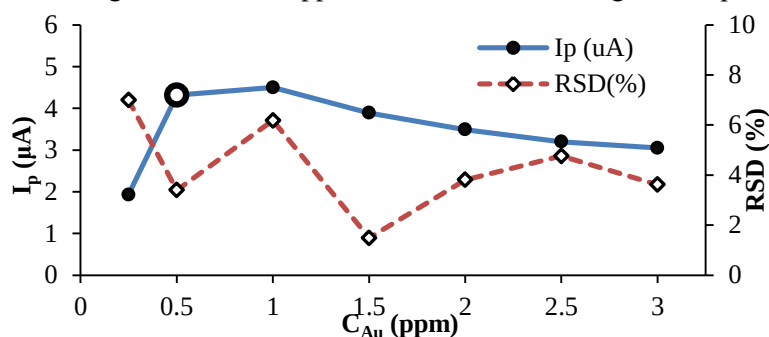
Hình 1. Biến thiên của giá trị I_p và RSD theo nồng độ KCl .

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 1,5 ppm; các ĐKTN khác như ở bảng 1.

3.2. Ảnh hưởng của nồng độ Au^{III}

Trong quá trình điện phân làm giàu, Au^{III} chuyển thành Au^0 kết tủa lên bề mặt điện cực tạo hỗn hống với Hg^0 hạn chế sự tạo thành kết tủa khó tan Hg_2Cl_2 lên bề mặt điện cực.

Để đánh giá ảnh hưởng của nồng độ Au^{III} đến tín hiệu hòa tan của Hg^{II} tiến hành thí nghiệm như sau: Cố định nồng độ Hg^{II} và KCl trong dung dịch phân tích tương ứng là 5 ppb và 0,03 M, thay đổi nồng độ Au^{III} từ 0,25 ppm đến 3,0 ppm. Kết quả ghi I_p cho thấy khi nồng độ $Au^{III} < 0,5$ ppm, I_p thấp và độ lặp lại không tốt (RSD = 7,0 %). Nguyên nhân có thể do ở nồng độ Au^{III} này tạo ra lượng Au^0 kết tủa trên bề mặt điện cực không đủ để hình thành hỗn hống với Hg^0 để hạn chế quá trình tạo thành kết tủa Hg_2Cl_2 , làm tín hiệu hòa tan của Hg^{II} giảm đáng kể. Đối với nồng độ $Au^{III} \geq 0,5$ ppm tín hiệu hòa tan của Hg^{II} cao và lặp lại tốt. Để tiết kiệm hóa chất, chúng tôi chọn nồng độ Au^{III} là 0,5 ppm để tiến hành các thí nghiệm tiếp theo.



Hình 2. Biến thiên của I_p và RSD theo nồng độ Au^{III} .

DKTN: Hg^{II} 5 ppb; KCl 0,03 M; $E_{dep} = -900$ mV; $t_{dep} = 300$ s.

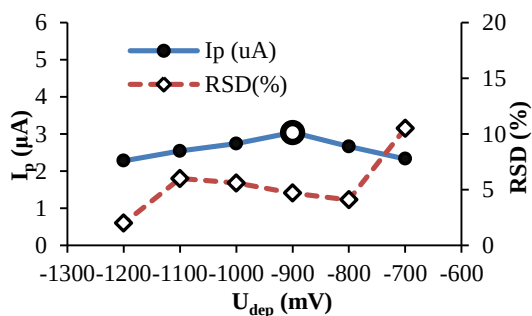
3.3. Ảnh hưởng của thế và thời gian điện phân làm giàu

3.3.1. Thế điện phân làm giàu (U_{dep})

Trong giai đoạn làm giàu khi áp vào điện cực một thế đủ âm, Hg^{II} bị khử về Hg^0 và tạo hỗn hống với Au kim loại trên bề mặt điện cực làm việc. Do đó, tại thế đủ âm Hg sẽ được làm giàu trên bề mặt điện cực làm việc. Khảo sát ảnh hưởng của thế điện phân làm giàu trong khoảng từ -700 mV đến -1200 mV, có thể thấy khi U_{dep} bằng -900mV, I_p đạt giá trị cực đại, đồng thời độ lặp lại của kết quả đo I_p tốt ($I_p = 3,04 \mu A$; RSD = 4,7%). Vì vậy, thế điện phân làm giàu -900 mV được chọn để sử dụng cho các thí nghiệm tiếp theo.

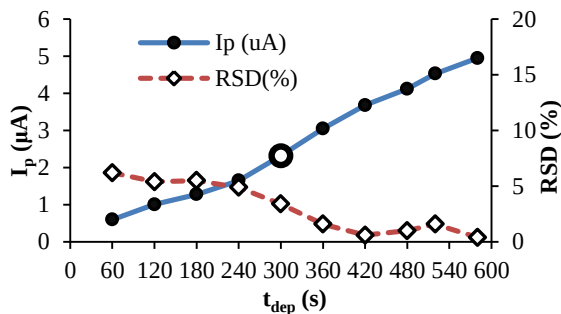
3.3.2. Thời gian điện phân làm giàu (t_{dep})

Cường độ dòng đỉnh hòa tan phụ thuộc nhiều vào thời gian điện phân làm giàu. Để xác định được thời gian điện phân thích hợp với dung dịch phân tích chứa Hg^{II} 5 ppb, đã tiến hành ghi I_p ở các thời gian điện phân tăng dần từ 60 s đến 580 s. Khi tăng thời gian điện phân làm giàu từ 60 s đến 580 s, hiệu quả làm giàu tăng do đó I_p tăng dần. Khi $t_{dep} = 300$ s, cường độ dòng đỉnh hòa tan đã đạt giá trị tương đối lớn, độ lặp lại tốt ($I_p = 2,32 \mu A$; RSD = 3,4%). Để tiết kiệm thời gian thực hiện thí nghiệm, thời gian điện phân 300 s được chọn để tiến hành các nghiên cứu tiếp theo.



Hình 3. Ảnh hưởng của thế điện phân làm giàu đến I_p của Hg^{II}

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 0,5 ppm; KCl 0,03 M;
 $t_{dep} = 300$ s.



Hình 4. Ảnh hưởng của thời gian điện phân làm giàu đến I_p của Hg^{II}

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 1,5 ppm; KCl 0,03 M;
 $E_{dep} = -900$ mV.

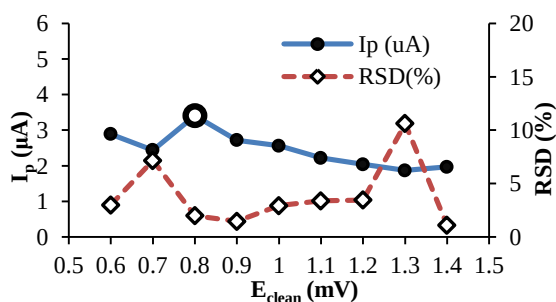
3.4. Ảnh hưởng của thế và thời gian làm sạch

3.4.1. Thế làm sạch (U_{clean})

Khi kết thúc quá trình hòa tan, làm sạch bề mặt điện cực bằng cách áp vào một thế dương hơn thế hòa tan của chất phân tích (gọi là thế làm sạch) để hòa tan kim loại cũng như các sản phẩm khác đã tập trung trên bề mặt điện cực trong giai đoạn làm giàu. Tiến hành khảo sát U_{clean} trong khoảng từ 0,6 V đến 1,4 V. Kết quả thực nghiệm cho thấy $U_{clean} = 0,8$ V, I_p đạt giá trị cực đại ($I_p=3,4$), độ lặp lại tốt với RSD = 2%.

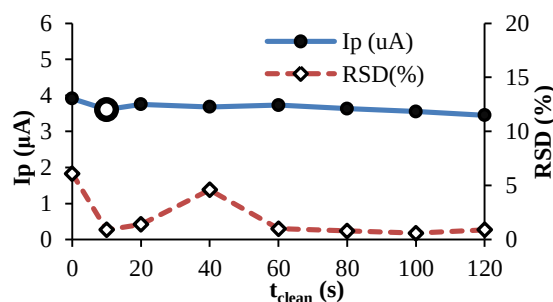
3.4.2. Thời gian làm sạch (t_{clean})

Khi tăng thời gian làm sạch trong khoảng từ 0 s đến 120 s, giá trị trung bình của I_p hầu như không thay đổi. Tuy vậy, khi không áp thế làm sạch ($t_{clean} = 0$ s) thì độ lặp lại của kết quả đo không tốt, có thể do khi không tiến hành giai đoạn làm sạch bề mặt điện cực bị thay đổi sau các phép đo liên tiếp và ảnh hưởng đến độ ổn định của quá trình điện cực. Ở $t_{clean} = 10$ s thì I_p cao và độ lặp lại rất tốt (RSD = 0,9%). Do đó, $t_{clean}=10$ s, được sử dụng để tiến hành các nghiên cứu tiếp theo.



Hình 5. Ảnh hưởng của thế làm sạch đến I_p của Hg^{II}

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 0,5 ppm; KCl 0,03 M; E_{dep}
 $= -900$ mV; $t_{dep} = 300$ s.



Hình 6. Ảnh hưởng của thời gian làm sạch đến I_p của Hg^{II}

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 0,5 ppm; KCl 0,03 M; E_{dep}
 $= -900$ mV; $t_{dep} = 300$ s.

3.5. Ảnh hưởng của tốc độ quay cực (ω)

Tốc độ quay của điện cực ảnh hưởng nhiều đến quá trình vận chuyển chất phân tích đến bề mặt điện cực. Vì vậy, sẽ ảnh hưởng đến các quá trình điện hóa trong các giai đoạn phân tích bằng phương pháp von-ampe hòa tan. Tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tốc độ quay cực (ω) từ 200 đến 1600 vòng/phút. Kết quả khảo sát cho thấy, I_p tăng tỷ lệ với tốc độ quay của điện cực. Độ lặp lại của I_p tốt khi tốc độ quay cực đạt từ 1000 vòng/phút trở lên. Để tránh tình trạng dung dịch bị bắn lên thành bình khi quay cực với tốc độ lớn, tốc độ quay 1200 vòng/phút ($I_p = 4,26 \mu A$; RSD = 1,4%) được lựa chọn để tiến hành các thí nghiệm tiếp theo.

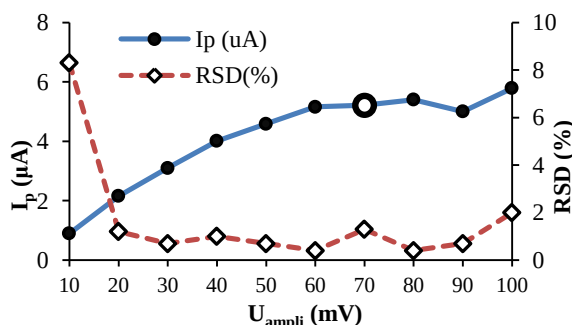
3.6. Ảnh hưởng của các thông số kỹ thuật von-ampe xung vi phân

Các thông số của kỹ thuật von-ampe xung vi phân có liên quan chặt chẽ với nhau, chúng có tác động tổng hợp đến thế đỉnh hòa tan (E_p) và I_p của thủy ngân.

3.6.1. Biên độ xung (U_{ampli})

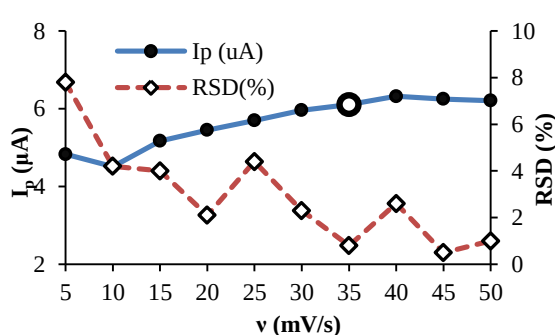
Biên độ xung là một trong những yếu tố ảnh hưởng lớn đến chiều cao (I_p) và bề rộng peak. Ghi I_p của Hg^{II} khi biến đổi U_{ampli} trong khoảng 10 mV – 100 mV. Kết quả thí nghiệm cho thấy, khi tăng biên độ xung từ 10 mV đến 70 mV thì I_p tăng dần từ 0,9 μA đến 5,16 μA . Sau đó, nếu tiếp tục tăng U_{ampli} từ 70 mV đến 100 mV thì I_p tăng chậm, đồng thời có sự dịch chuyển thế đỉnh hòa tan của Hg^{II} về phía âm dần. Chọn $U_{ampli} = 70$ mV ($I_p = 5,21 \mu A$; RSD = 1,3%) để tiến hành các khảo sát tiếp theo.

3.6.2. Tốc độ quét thế (v)



Hình 7. Ảnh hưởng của biên độ xung (U_{ampli}) đến I_p của Hg^{II} .

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 0,5 ppm; KCl 0,03 M; $E_{dep} = -900$ mV; $t_{dep} = 300$ s.



Hình 8. Ảnh hưởng của tốc độ quét thế đến I_p của Hg^{II} .

ĐKTN: Hg^{II} 5 ppb; Au^{III} 0,5 ppm; KCl 0,03 M; $E_{dep} = -900$ mV; $t_{dep} = 300$ s.

Tiến hành ghi I_p của dung dịch phân tích chứa Hg^{II} 5 ppb khi biến đổi v từ 5 đến 50 mV/s. Vì tốc độ quét thế phụ thuộc vào thời gian mỗi bước thế (t_{step}) và bước thế (U_{step}) nên để biến đổi tốc độ quét thế từ 5 đến 50 mV/s, giữ cố định $U_{step} = 6$ mV và thay đổi t_{step} từ 0,12 s đến 1,2 s. Kết quả cho thấy, khi tốc độ quét tăng lên từ 5 đến 35 mV/s thì I_p tăng lên rất nhanh, sau đó tăng chậm lại. Ở tốc độ quét thế 35 mV/s, I_p cao, độ lặp lại tốt ($I_p = 6,11 \mu A$; RSD = 0,8%)

nên chọn tốc độ quét thế này để khảo sát các thí nghiệm tiếp theo.

3.7. Độ lặp lại, khoảng tuyến tính và giới hạn phát hiện

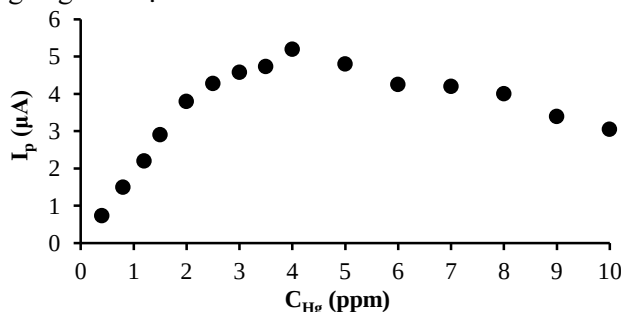
3.7.1. Độ lặp lại

Tiến hành ghi I_p lặp lại của dung dịch nghiên cứu với các điều kiện thích hợp đã được lựa chọn ở trên. Kết quả thí nghiệm cho thấy độ lặp lại của kết quả ghi I_p tốt ngay ở nồng độ nhỏ của Hg^{II} là 1 ppb ($I_{p(TB)} = 2,30 \mu A$; $RSD = 4,7\%$, $n=9$); Khi nồng độ Hg^{II} là 5 ppb độ lặp lại của I_p rất tốt, với $RSD = 1,0\%$ ($n=9$).

3.7.2. Khoảng tuyến tính

Ghi I_p của các dung dịch phân tích với nồng độ thủy ngân tăng dần từ 0,4 đến 10 ppb. Kết quả được biểu diễn trong hình 9.

Kết quả thí nghiệm cho thấy I_p có thể phụ thuộc tuyến tính vào nồng độ Hg^{II} trong khoảng nồng độ từ 0,4 đến 3,0 ppb. Khi nồng độ Hg^{II} tăng trên 5 ppb thì I_p giảm, điều này không phù hợp với quy luật thông thường (khi tăng dần nồng độ của chất phân tích thì I_p sẽ thường tăng, sau đó tăng chậm dần và có thể đạt giá trị bão hòa). Hiện tượng bất thường này có thể là do nồng độ Au^{III} đã dùng để ngăn chặn sự tạo thành kết tủa Hg_2Cl_2 trong thí nghiệm này còn quá thấp và chỉ phù hợp với nồng độ Hg^{II} là 5 ppb. Vì vậy, khi tăng nồng độ Hg^{II} , mà không tăng Au^{III} , Hg^0 kết tủa trên bề mặt điện cực nhanh chóng bị chuyển thành Hg_2Cl_2 che phủ điện cực, làm I_p của thủy ngân giảm mạnh.



Hình 9. Biến thiên của tín hiệu hòa tan I_p theo nồng độ Hg^{II} .

Sử dụng phương pháp bình phương tối thiểu để xác định phương trình hồi quy tuyến tính $I_p - C_{Hg^{II}}$ trong khoảng nồng độ của Hg^{II} từ 0,4 đến 3,0 ppb, ta có phương trình sau:

$$I_p = (1,707 \pm 0,065) C_{Hg}^{II}$$

hệ số tương quan: $R = 0,9957$.

3.7.3. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Dựa vào các kết quả thí nghiệm đã dùng để xác định khoảng tuyến tính và phương trình hồi quy tuyến tính, áp dụng quy tắc 3σ , có thể xác định được giá trị giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của phép định lượng Hg^{II} :

$$LOD = 0,08 \text{ ppb}; LOQ = 0,3 \text{ ppb}$$

4. KẾT LUẬN

Có thể ghi được tín hiệu von-ampe hòa tan xung vi phân của dung dịch Hg^{II} trên điện cực kim cương pha tạp bo trong dung dịch nền chứa KCl 0,03 M; Au^{III} 0,5 ppm. Thế điện phân làm giàu thích hợp là -900 mV. Trong điều kiện thí nghiệm của bài báo, khoảng tuyến tính của I_p-C_{Hg} khá hẹp (0,08 – 3,0 ppb). Điều này có thể do nồng độ Au^{III} thêm vào bình điện phân còn khá thấp, chưa phù hợp với các khoảng nồng độ lớn của Hg^{II} . Với 300 s điện phân làm giàu, LOD và LOQ (theo quy tắc 3 σ) lần lượt là 0,08 ppb và 0,3 ppb. Các kết quả khảo sát bước đầu, cho thấy có thể tiếp tục nghiên cứu để phát triển phương pháp định lượng Hg^{II} bằng kỹ thuật von-ampe hòa tan anot xung vi phân dùng điện cực kim cương pha tạp bo.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Maria Zaib et al. (2015). Electrochemical determination of inorganic mercury and arsenic - A review, *Biosens. Bioelectron.*, 74, pp. 895-908.
- [2]. Chaiyo S., et al. (2014). Highly sensitive determination of mercury using copper enhanced by diamond electrode coupled with sequential injection-anodic stripping voltammetry, *Anal. Chem. Acta*, 852, pp. 55-62.
- [3]. Kenedy J.H. (1990). *Analytical Chemistry Principles*, Saunder College Publishing, USA, 2nd ed.
- [4]. Macpherson J.V. (2015). A practical guide to using boron doped diamond in electro-chemical, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 17, pp. 2935-2949.
- [5]. Manivannan (2005). Mercury detection at boron doped diamond electrodes using a rotating disk technique. *J. Electroanal. Chem.*, 557, pp. 287-293.
- [6]. Seehra M., Manivannan A., Fujishima A. (2004). Detection of mercury at ppb level in solution using boron-doped diamond electrode, *Fuel Process. Technol.*, 85, pp. 513-519.

**AN INVESTIGATION OF FACTORS AFFECTING DIFFERENTIAL PULSE
STRIPPING VOLTAMMETRIC SIGNALS OF Hg^{II}
ON BORON DOPED DIAMOND ELECTRODE**

Le Thi Thuy^{1*}, Hoang Thai Long²

¹ Quang Nam Department of Science & Technology

² Department of Chemistry, Hue University College of Sciences

* Email: lethuy09.qn@gmail.com

ABSTRACT

Boron doped diamond (BDD) electrode was used to obtain the differential pulse stripping voltammograms of Hg^{II} solutions. In a solution containing Hg^{II} 5 ppb, KCl 0.03 M and Au^{III} 0.5 ppm, stripping peak of Hg^{II} was recorded after a deposition step of 300 s at -900 mV. After each run, BDD electrode was electrochemically cleaned by applying a cleaning potential of 800 mV in 10 s. This cleaning step did not increase stripping current of Hg^{II} , but significantly improved the repeatability. Results of 18 replicated measurements indicated that, the repeatability of I_p were good even at very low concentration of Hg^{II} . With a deposition time of 300s, the limit of detection and limit of quantification of Hg^{II} calculated using “3 σ rule” were 0.08 ppb and 0.3 ppb, respectively.

Key words: BDD, diamond electrode, mercury, voltammetry.