

NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI CADMIUM VÀ LEAD BẰNG PHƯƠNG PHÁP VON-AMPE HÒA TAN ANOT SÓNG VUÔNG DÙNG ErGO/GCE

Hà Thùy Trang^{1,2,*}, Nguyễn Đình Luyện², Nguyễn Hải Phong¹,
Hồ Xuân Anh Vũ¹, Hoàng Hồ Thùy Dương¹

¹ Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

² Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế

* Email: hathuytrang@dhsphue.edu.vn

Ngày nhận bài: 22/02/2025; ngày hoàn thành phản biện: 5/3/2025; ngày duyệt đăng: 13/3/2025

TÓM TẮT

Đã nghiên cứu xác định đồng thời cadmium (Cd) và lead (Pb) trong mẫu nước máy bằng phương pháp von-ampe hòa tan anot sóng vuông sử dụng vật liệu biến tính graphene oxide dạng khử điện hóa (ErGO) trên điện cực nền than thủy tinh (GCE). Các điều kiện thí nghiệm như thế điện phân, thời gian điện phân, biên độ sóng vuông và tần số sóng vuông đã được nghiên cứu. Với các điều kiện thí nghiệm thích hợp khoảng tuyến tính của Pb là hai khoảng từ 10 ppb đến 50 ppb và từ 50 ppb đến 150 ppb và của Cd từ 10 ppb đến 150 ppb. Giới hạn phát hiện của Cd và Pb lần lượt là 4,87 ppb và 7,24 ppb. Phương pháp SqW-ASV dùng ErGO/GCE đã được áp dụng phân tích đồng thời Cd và Pb trong mẫu nước máy.

Từ khóa: SqW-ASV, ErGO/GCE, nước máy.

1. MỞ ĐẦU

Lead (Pb) và cadmium (Cd) là hai kim loại độc có chỉ số độc hại chỉ sau mercury (Hg) và ảnh hưởng đến con người và động thực vật. Sự phơi nhiễm chì và cadmium có thể gây ra các vấn đề về sức khỏe như ung thư, rối loạn chức năng gan, hệ thần kinh, tim mạch và những bệnh lý khác [1]. Chì và cadmium được thải vào môi trường chủ yếu do các nguồn nhân tạo như: khai thác khoáng sản, mạ điện, công nghệ điện tử, năng lượng (pin) và giấy,... Ngoài ra, phải kể đến ngành nông nghiệp, giao thông và các loại chất thải rắn và nước thải [2]. Sự tồn lưu và tích lũy các dạng hòa tan của chì và cadmium trong nước và đất sẽ dễ dàng hấp thụ vào mô thực vật có thể gây ô nhiễm cho cây trồng và từ đó, có thể đi vào chuỗi thức ăn và ảnh hưởng đến sức khỏe con người.

Tổ chức Y tế thế giới (WHO) và Bộ Y tế đã đưa ra giá trị giới hạn của lead và cadmium trong nước uống lần lượt là $10 \mu\text{g.L}^{-1}$ và $3 \mu\text{g.L}^{-1}$ [3]. Chính vì vậy, việc kiểm soát và đánh giá mức độ ô nhiễm môi trường đã và đang được các nhà khoa học rất quan tâm. Hiện nay, các phương pháp phân tích để xác định kim loại nặng đã được phát triển như một số phương pháp phân tích quang phổ: quang phổ hấp thụ nguyên tử lò graphite (GFAAS) [4], quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS), quang phổ phát xạ plasma ghép nối khối phổ (ICP-MS) và quang phổ phát xạ cặp cảm ứng plasma (ICP-OES) [5],... Các phương pháp phân tích quang phổ có quy trình phân tích khá phức tạp, tốn thời gian và chi phí thiết bị đắt tiền dẫn đến chi phí phân tích cao [9]. Trong những năm gần đây, các phương pháp phân tích điện hóa một phần nào đã thay thế phương pháp quang phổ để xác định các ion kim loại nặng. Phương pháp phân tích điện hóa có một số ưu điểm như chế tạo thiết bị phân tích đo tại hiện trường, thao tác đơn giản, và lượng mẫu không nhiều. Một trong những phương pháp được sử dụng và độ nhạy cao để xác định kim loại nặng là von-ampe hòa tan anot (Anodic Stripping Voltammetry, ASV) [6]. Tác giả Wang và cộng sự [7] đã sử dụng vật liệu tổ hợp Graphene oxide/multi-walled carbon nanotubes/gold nanoparticle để biến tính screen-printed carbon electrode xác định đồng thời chì và cadmium trong mẫu đất. Điện cực glassy carbon cũng đã được biến tính với vật liệu oxit sắt từ và graphene oxide phân tích lead và cadmium trong mẫu nước. Hỗn hợp graphene oxide dạng khử và antimony cấu trúc nano để xác định Pb(II) và Cd(II) trong mẫu trà. Qua đó cho thấy điện cực nền được biến tính với vật liệu tổ hợp là rất có tiềm năng để phân tích đồng thời các kim loại bằng phương pháp phân tích điện hóa, cụ thể là phương pháp von-ampe hòa tan.

2. NỘI DUNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Hóa chất

Bột graphite ($\phi < 20 \mu\text{m}$, Sigma-Aldrich, USA), sulfuric acid (H_2SO_4 98%, Merck, Germany), phosphoric acid (H_3PO_4 85%, Merck, Germany), potassium permanganate (KMnO_4 99%, Scharlau, Spain). Dung dịch chuẩn Cd(II) và Pb(II) 1000 ppm (Merck, Germany) dùng cho quang phổ hấp thụ nguyên tử, dung dịch trung gian và làm việc được chuẩn bị hàng ngày. Đệm BRS: được chuẩn bị từ ba loại acid là H_3BO_3 , CH_3COOH và H_3PO_4 . Các giá trị pH khác nhau được điều chỉnh bằng hai dung dịch HCl 1 M và NaOH 1 M và kiểm tra bằng máy đo pH. Đệm acetate: được chuẩn bị từ CH_3COOH và CH_3COONa có nồng độ bằng nhau và bằng 1 M. Các hóa chất tinh khiết khác đều của hãng Merck, Germany và Trung Quốc.

2.2. Phương pháp và thiết bị

Các phương pháp phân tích điện hóa sử dụng là: phương pháp von-ampe vòng (CV) dùng để chế tạo điện cực biến tính rGO trên điện cực nền glassy carbon (GCE) và phương pháp von-ampe hòa tan anot sóng vuông (SqW-ASV).

Các phương pháp đều được thực hiện trên thiết bị Metrohm 797 (Thụy Sĩ) với hệ ba điện cực bao gồm: điện cực nền GCE; điện cực đối là điện cực bạch kim và điện cực so sánh $\text{Ag}|\text{AgCl}|\text{KCl } 3 \text{ M}$.

2.3. Phương pháp tổng hợp vật liệu

2.3.1. Tổng hợp vật liệu graphene oxide

Vật liệu graphene oxide (GO) được tổng hợp theo phương pháp Hummers cải tiến [8]. Tiếp theo, dung dịch huyền phù GO (1 mg/mL) được chuẩn bị bằng cách phân tán 10 mg GO trong 10 mL nước cất bằng siêu âm trong 12 giờ. Sau quá trình siêu âm, thêm $100 \mu\text{L}$ Nafion 5%.

2.3.2. Chuẩn bị điện cực biến tính ErGO-GCE

GCE được làm sạch cẩn thận bằng bột Al_2O_3 $0,05 \mu\text{m}$ và $0,03 \mu\text{m}$. Tiếp theo, GCE được ngâm trong dung dịch HNO_3 2 M và rửa bằng nước cất hai lần.

Điện cực biến tính ErGO-GCE được chuẩn bị qua hai bước:

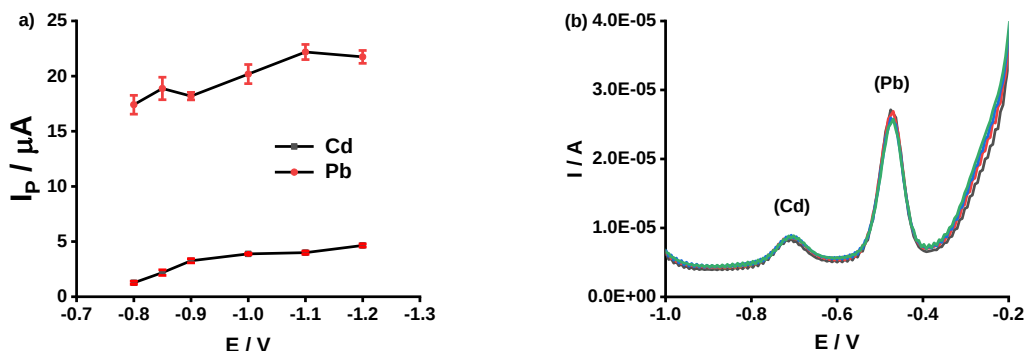
Lấy chính xác $5 \mu\text{L}$ dung dịch huyền phù GO ($1,0 \text{ mg/mL}$) nhỏ giọt lên bề mặt GCE và sấy khô dưới đèn hồng ngoại cho đến khi dung môi bay hơi. Sau đó điện cực được nhúng vào dung dịch đệm phosphat $0,1 \text{ M}$ có $\text{pH} = 7$. Quá trình khử GO về graphen oxide dạng khử bằng phương pháp von-ampe vòng (ký hiệu là ErGO) với 10 lần quét trong khoảng quét thế từ 0 V đến $-2,0 \text{ V}$ và tốc độ quét thế là $0,100 \text{ V.s}^{-1}$ [9].

2.3.3. Chuẩn bị mẫu thật

Mẫu nước máy được lấy tại phòng thí nghiệm Hóa Phân tích, Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Mẫu sau khi lấy được acid hóa bằng dung dịch HNO_3 đậm đặc ($2 \text{ mL HNO}_3/\text{L}$ mẫu), ký hiệu TW và bảo quản trong chai nhựa PET ở 4°C trước khi phân tích. Sau đó, lấy 10 mL mẫu vào ống thủy tinh thạch anh (15 mL) và thêm $50 \mu\text{L H}_2\text{O}_2$ 30% (w/w). Tiếp theo, tiến hành chiếu xạ trong 60 phút bằng thiết bị UV Digester 705 digester (Metrohm) với công suất 500 W của đèn UV tại 90°C . Sau khi để nguội đến nhiệt độ phòng, các mẫu được lọc hút chân không qua màng lọc $0,45 \mu\text{m}$ (Nylon Membrane Filter, England) [10].

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của thế điện phân làm giàu



Hình 1. Ảnh hưởng của E_{Dep} đến tín hiệu hòa tan của Cd và Pb (a) và E_{Dep} tại -1,10 V (b), sử dụng ErGO/GCE.

Điều kiện thí nghiệm (ĐKTN): đệm acetate 0,100 M, $pH = 5,00$, $C_{Cd(II)} = C_{Pb(II)} = 25$ ppb, thời gian điện phân $t_{Dep} = 120$ s, biên độ xung $\Delta E = 20$ mV, tần số sóng vuông $f = 25$ Hz, khoảng quét thế $r = -1,10$ V – +0,50 V.

Thế điện phân làm giàu (E_{Dep}) được lựa chọn sao cho trong quá trình điện phân phải thực hiện được quá trình khử các kim loại Cd(II) và Pb(II). Vì vậy, qua một số thí nghiệm thử nghiệm và tham khảo tài liệu, các thế điện phân khảo sát từ -0,80 V đến -1,20 V so với điện cực bạc - bạc clorua (Ag, AgCl, KCl 3M). Hình 1, chỉ ra cho thấy khi E_{Dep} dịch chuyển về phía âm hơn thì I_p tăng dần và đạt cực đại ở -1,10 V đối với Pb, I_p : $22,19 \pm 0,6866$, RSD 2,99 %. Nhưng với Cd có tăng nhưng không nhiều với I_p : $4,001 \pm 0,142$, RSD 3,55 %. Tại các thế -0,80 V và -0,85 V, I_p của Cd giảm đáng kể và của Pb ít thay đổi. Hiện tượng này có thể là do E_{Dep} gần với E_p hòa tan của Cd và do đó, trong giai đoạn làm giàu không đạt hiệu quả. Tại E_{Dep} là -1,20 V I_p của Pb giảm và I_p của Cd tăng không đáng kể. Để tránh một số ion kim loại có trong dung dịch cũng bị điện phân làm giàu do đó E_{Dep} là -1,10 V là thích hợp.

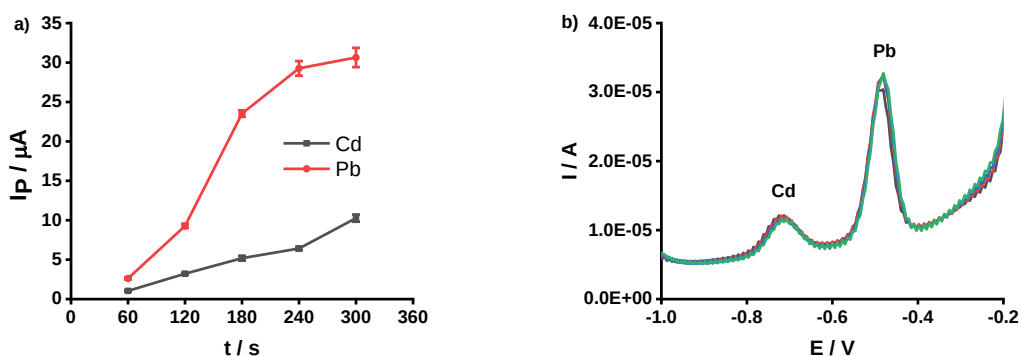
3.2. Ảnh hưởng của thời gian điện phân làm giàu

Về mặt lý thuyết, khi tăng thời gian điện phân làm giàu (t_{Dep}) thì nồng độ của Cd và Pb trên bề mặt ErGO/GCE sẽ tăng. Song, không tăng quá lớn vì dẫn đến sự bão hòa hoặc bề dày lớp ErGO cũng gia tăng. Việc này làm hạn chế quá trình truyền điện tử và tín hiệu hòa tan. Do đó, chọn khoảng t_{Dep} từ 60 s đến 300 s.

Dòng đỉnh hòa tan của Cd và Pb có sự khác nhau rất rõ ràng. Đối với Pb không có sự tăng tuyến tính giữa I_p và t_{Dep} . Khi t_{Dep} dao động từ 180 s đến 300 s, $I_{p,Pb}$ tăng khá chậm. Nhưng đối với Cd, giữa I_p và t_{Dep} có sự tăng tuyến tính với phương trình sau:

$$I_{p,Cd} (\mu A) = (-1,267 \pm 2,369) + (0,03609 \pm 0,0119) t_{Dep} (s), R^2 = 0,9688. \quad (1)$$

Điều này cho thấy ở cùng nồng độ là 25 ppb, nhưng Pb có dòng đỉnh hòa tan cao hơn nhiều, chứng tỏ độ nhạy hoặc lượng Pb trên bề mặt điện cực biến tính với ErGO của Pb lớn. Do vậy, khi t_{Dep} lớn hơn 180 s thì $I_{P,Pb}$ tăng chậm. Để thuận lợi cho việc định lượng cũng như thời gian phân tích, thời gian điện phân làm giàu lựa chọn là 180 s.



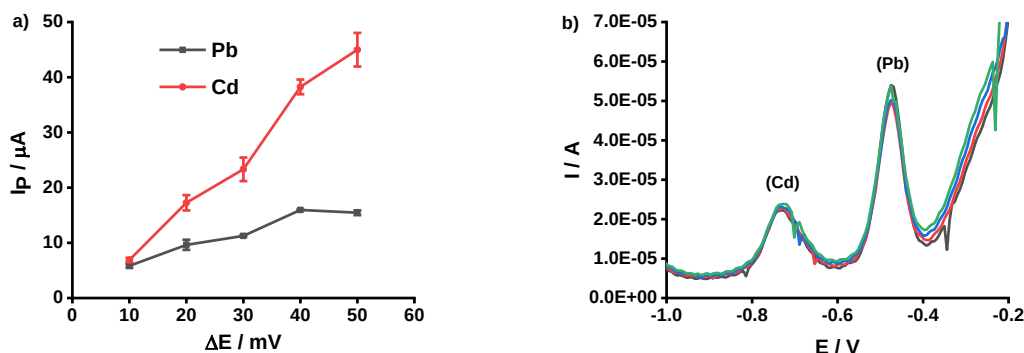
Hình 2. Ảnh hưởng của t_{Dep} đến tín hiệu hòa tan của Cd và Pb (a) và t_{Dep} tại 120 s (b), sử dụng ErGO/GCE.

ĐKTN: đệm acetate 0,100 M, pH = 5,00, $C_{Cd(II)} = C_{Pb(II)} = 25$ ppb, $E_{Dep} = -1,10$ V, $\Delta E = 20$ mV, $f = 25$ Hz, $r = -1,10$ V – +0,50 V.

3.3. Ảnh hưởng của biên độ xung

Về mặt lý thuyết và trên các thiết bị điện hóa trong kỹ thuật đo xung vi phân và sóng vuông các xung được thiết kế là xung thế trong thời gian mỗi bước thế và vì vậy, khi tăng biên độ xung (ΔE) tức là tăng thế. Chính vì vậy, dẫn đến I_p sẽ gia tăng.

Các giá trị ΔE được khảo sát từ 10 mV đến 50 mV và được trình bày ở hình 3.



Hình 3. Ảnh hưởng của ΔE đến tín hiệu hòa tan của Cd và Pb (a) và ΔE tại 40 mV (b), sử dụng ErGO/GCE.

ĐKTN: đệm acetate 0,100 M, pH = 5,00, $C_{Cd(II)} = C_{Pb(II)} = 25$ ppb, $E_{Dep} = -1,10$ V, $t_{Dep} = 180$ s, $f = 25$ Hz, $r = -1,10$ V – +0,50 V.

Kết quả thực nghiệm cho thấy, khi ΔE càng tăng thì I_P của Cd và Pb đều tăng (hình 3 a). Sự gia tăng đều có xu thế tăng tuyến tính đối với Pb (2) và (3). Ngoài ra, $I_{P,Pb}$ tăng nhanh hơn so với $I_{P,Cd}$ điều này được thể hiện ở hệ số góc. Nhưng khi ΔE là 50 mV thì đối với Cd không gia tăng mà giảm so với ΔE là 40 mV. Do đó, ΔE được lựa chọn là 40 mV.

$$I_{P,Pb} = (-3,61 \pm 13,9) + (1,002 \pm 0,506) \Delta E, R^2 = 0,9731 \quad (2)$$

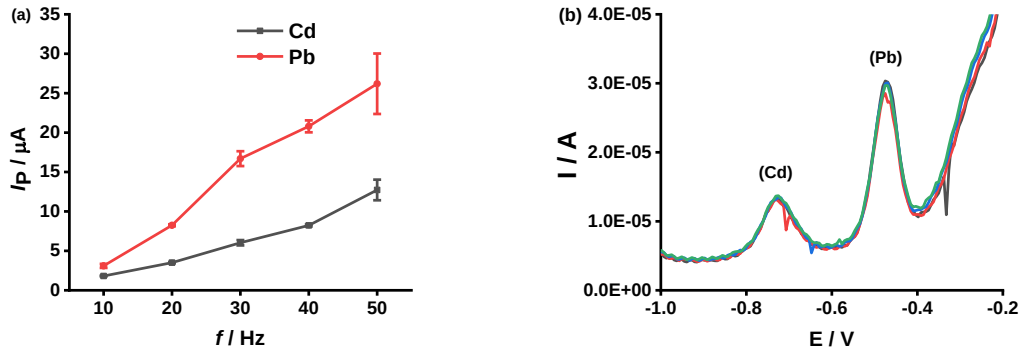
$$I_{P,Cd} = (2,67 \pm 4,68) + (0,320 \pm 0,171) \Delta E, R^2 = 0,9731 \quad (3)$$

3.4. Ảnh hưởng của tần số sóng vuông

Tần số sóng vuông (f , Hz) có quan hệ tuyến tính với tốc độ quét thế qua công thức (4). Như vậy, sẽ làm tăng I_P của chất phân tích và giảm thời gian phân tích.

$$v \text{ (mV.s}^{-1}\text{)} = U_{\text{Step}} * f \quad (4)$$

Kết quả khảo sát tần số từ 10 Hz đến 50 HZ được chỉ ra ở hình 4.



Hình 4. Ảnh hưởng của f đến tín hiệu hòa tan của Cd và Pb (a) và f tại 40 Hz (b), sử dụng ErGO/GCE.

ĐKTN: đệm acetate 0,10 M, pH = 5,00, $C_{Cd(II)} = C_{Pb(II)} = 25$ ppb, $E_{Dep} = -1,10$ V, $t_{Dep} = 180$ s, $\Delta E = 40$ mV, $r = -1,10$ V – +0,50 V.

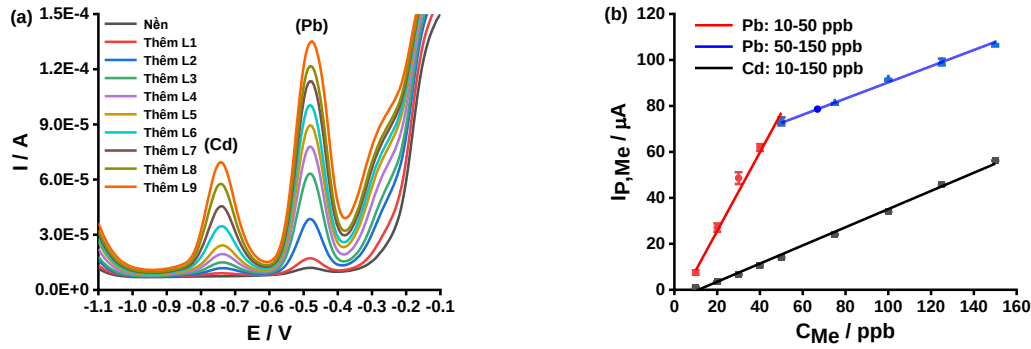
Qua đó nhận thấy giữa I_P của Cd và Pb tăng khá tuyến tính với f với các hệ số xác định cao. Tuy nhiên, tại $f = 50$ Hz $I_{P,Pb}$ có sai số quá lớn với RSD 14,64%. Trong khi đó tại $f = 40$ Hz, tín hiệu I_P của Cd và Pb vẫn đủ lớn và RSD đều nhỏ và cụ thể là 1,49% và 3,65% đối với Cd và Pb. Do đó, tần số sóng vuông là 40 Hz được lựa chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.

$$I_{P,Pb} = (-1,50 \pm 3,00) + (0,266 \pm 0,091) f, R^2 = 0,9667 \quad (5)$$

$$I_{P,Cd} = (-2,62 \pm 3,84) + (0,588 \pm 0,116) f, R^2 = 0,9886 \quad (6)$$

3.5. Đánh giá độ tin cậy của phương pháp SqW-ASV

Khoảng làm việc và khoảng tuyến tính giữa dòng đỉnh hòa tan và nồng độ chất phân tích đã được tài liệu [10] giới thiệu. Do vậy, khoảng nồng độ của ion Cd(II) và Pb(II) được khảo sát từ 10 ppb đến 150 ppb trong dung dịch đệm acetate, pH 5,0 với các điều kiện thí nghiệm đã lựa chọn.



Hình 5. Các đường SqW-ASV (a) và các đường hồi quy tuyến tính giữa I_p và nồng độ (b) của Cd và Pb sử dụng ErGO/GCE.

ĐKTN: đệm acetate 0,100 M, pH = 5,00, $C_{Cd(II)} = C_{Pb(II)} = 25$ ppb, $E_{Dep} = -1,10$ V, $t_{Dep} = 180$ s, $\Delta E = 40$ mV, $f = 40$ Hz, $r = -1,10$ V $\rightarrow +0,50$ V.

Hình 5 chỉ ra rằng, đối với Pb có hai khoảng tuyến tính rất rõ rệt là từ 10 ppb đến 50 ppb và từ 50 ppb đến 150 ppb với các phương trình hồi quy tuyến tính như sau:

$$- I_p (\mu A) = (-6,230 \pm 13,40) + (1,664 \pm 0,4039) C (\text{ppb}), R = 0.9914 \quad (7)$$

$$- I_p (\mu A) = (56,58 \pm 4,140) + (0,3375 \pm 0,0390) C (\text{ppb}), R = 0.9980 \quad (8)$$

Qua (7) và (8), nhận thấy ở khoảng nồng độ thấp có độ nhạy cao hơn gấp 5 lần ở nồng độ cao. Hiện tượng này có thể là do khi nồng độ của Pb cao trong dung dịch sẽ được làm giàu gần bão hòa trên ErGO/GCE. Trong khi đó, với Cd chỉ có một khoảng tuyến tính với phương trình là:

$$- I_p (\mu A) = (-4,916 \pm 1,631) + (0,4001 \pm 0,0201) C (\text{ppb}), R = 0.9984 \quad (9)$$

Như vậy, so với cùng khoảng nồng độ thấp từ 10 ppb đến 50 ppb độ nhạy của Pb vẫn lớn hơn của Cd gấp 4 lần. Kết quả thực nghiệm cho thấy điện cực biến tính với vật liệu ErGO là rất nhạy với việc xác định Pb.

Theo [10], sử dụng ở khoảng nồng độ thấp đã xác định được giới hạn phát hiện (LOD) dựa vào quy tắc 3σ cụ thể là, với Cd: 4,87 ppb và Pb = 7,24 ppb.

Độ lặp lại của cường độ dòng hòa tan được đánh giá qua độ lệch chuẩn tương đối thực nghiệm ($RSD_{Exp, \%}$) và độ lệch chuẩn tương đối tính theo hàm Horwitz (RSD_H) tại các $C_{Me(II)}$ được lựa chọn. Hai thí nghiệm được bố trí với nồng độ của Cd(II) và Pb(II) khác nhau như sau, thí nghiệm 01 (TN1): $C_{Cd(II)} = 20$ ppb và $C_{Pb(II)} = 10$ ppb; thí nghiệm 02

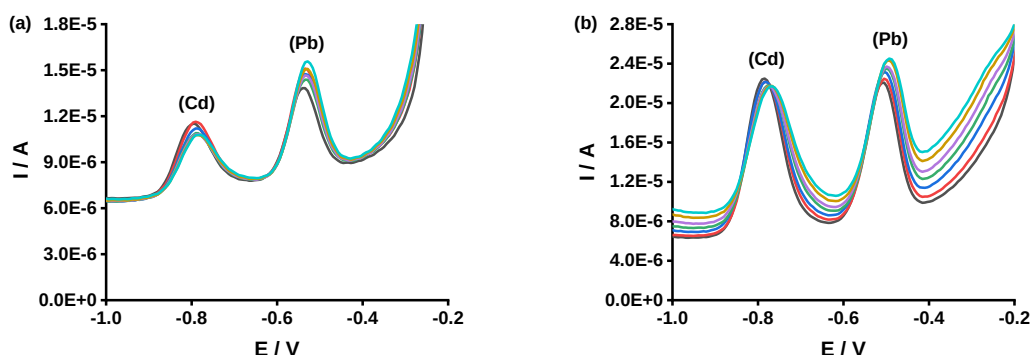
(TN2): $C_{Cd(II)} = 40$ ppb và $C_{Pb(II)} = 20$ ppb.

Kết quả sau 07 lần đo lặp lại đối với các thí nghiệm là:

- TN 1: $I_{P,Cd} = 3,855 \pm 0,3645$, RSD = 9,46% và $I_{P,Pb} = 6,236 \pm 0,4807$, RSD = 7,71%.

- TN 2: $I_{P,Cd} = 13,68 \pm 1,257$, RSD = 9,18% và $I_{P,Pb} = 12,45 \pm 0,6747$, RSD = 5,42%.

Trong khi đó, $1/2RSDH$ ở ba nồng độ 10 ppb, 20 ppb và 40 ppb lần lượt là 16,00%, 14,41% và 12,99%. Như vậy, giá trị RSD thực nghiệm của Cd và Pb đều nhỏ hơn. Điều này chứng tỏ độ lặp lại là chấp nhận được.



Hình 6. Các đường SqW-ASV của Cd và Pb đối với TN1 (a) và TN2 (b) sử dụng ErGO/GCE.

ĐKTN: Như ở hình 5.

3.4. Áp dụng phân tích mẫu thật

Mẫu thật được lựa chọn là mẫu nước máy (TW) được lấy tại phòng thí nghiệm Hóa Phân tích, trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Mẫu sau khi lấy, xử lý và phân hủy như đã trình bày ở mục 2.3.3. Kết quả được trình bày ở Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả phân tích mẫu nước máy bằng phương pháp SqW-ASV dùng điện cực biến tính ErGO-GCE.

Kim loại	$C_{Me(II)}$, ppb	$C_{Me(II)}$ thêm chuẩn, ppb	$C_{Hg(II)}$ tìm thấy, ppb	Rev (%)
Cd	KXĐĐ ($< LOD$)	5	$4,80 \pm 0,23$	$92,58 \pm 5,29$ (n = 3)
			$4,77 \pm 0,29$	
			$4,32 \pm 0,22$	
Pb	KXĐĐ ($< LOD$)	10	$8,34 \pm 0,51$	$97,41 \pm 13,5$ (n = 3)
			$9,84 \pm 0,27$	
			$11,0 \pm 0,26$	

KXĐĐ: không xác định được, sau dấu " $\pm$ " là độ lệch chuẩn.

Kết quả ở bảng 1 cho thấy, với phương pháp SqW-ASV dùng điện cực biến tính ErGO/GCE không xác định được Cd và Pb trong nước máy. Kết quả này có thể là do nồng độ Cd và Pb quá thấp và thấp hơn giới hạn định lượng. Điều này chứng tỏ nguồn nước cấp không bị ô nhiễm Cd và Pb.

Mặt khác, khi thêm chất chuẩn Cd và Pb vào mẫu nước máy lần lượt là 5 ppb và 10 ppb, độ thu hồi của Cd và Pb cụ thể là $92,58 \pm 5,29 \%$ và $97,41 \pm 13,5$ sau 03 lần đo. Như vậy theo [11] là hoàn toàn chấp nhận được, hay nói cách khác là độ đúng tốt.

4. KẾT LUẬN

Vật liệu nano ErGO được tổng hợp một cách đơn giản, nhanh và thân thiện môi trường được dùng để biến tính điện cực than thủy tinh xác định đồng thời Cd và Pb trong mẫu nước máy với các điều kiện thí nghiệm của kỹ thuật sóng vuông đã được khảo sát. Phương pháp SqW-ASV dùng điện cực ErGO/GCE được đánh giá qua một số đại lượng thống kê. Kết quả nhận thấy có tính khả thi để phân tích đồng thời trong mẫu môi trường khi có sự ô nhiễm Cd và Pb.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Đề tài cấp Đại học Huế mã số DHH2023-03-179.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] M. Valko, H. Morris, and T. D. M. Cronin, "Metals, Toxicity and Oxidative Stress," *Current Medicinal Chemistry*, vol. 12, no. 10, pp. 1161–1208, 2005. doi: <http://dx.doi.org/10.2174/0929867053764635>.
- [2] A. A. Saeed, B. Singh, M. Nooredeen Abbas, and E. Dempsey, "Evaluation of Bismuth Modified Carbon Thread Electrode for Simultaneous and Highly Sensitive Cd (II) and Pb (II) Determination," *Electroanalysis*, vol. 28, no. 9, pp. 2205–2213, 2016, doi: 10.1002/elan.201600006.
- [3] W. H. Organization, *Guidelines for drinking-water quality*, Fourth. 2022.
- [4] G. S. Valasques *et al.*, "Multivariate optimization for the determination of cadmium and lead in crude palm oil by graphite furnace atomic absorption spectrometry after extraction induced by emulsion breaking," *Microchem. J.*, vol. 153, p. 104401, 2020.
- [5] H. M. A. Alhussaini, M. A. Hossain, and S. S. Arputhanantham, "Determination of toxic heavy metal content in a whitening creams by using inductively coupled plasma-optical emission spectrometry," *Arab. J. Geosci.*, vol. 15, no. 8, p. 692, 2022, doi: 10.1007/s12517-022-09932-4.
- [6] H. Wang *et al.*, "Graphene oxide/multi-walled carbon nanotubes/gold nanoparticle hybridfunctionalized disposable screen-printed carbon electrode to determine Cd(II) and

- Pb(II) in soil," *Int. J. Agric. Biol. Eng.*, vol. 12, no. 3, pp. 194–200, 2019, doi: 10.25165/j.ijabe.20191203.4300.
- [7] M. Baghayeri, H. Alinezhad, M. Fayazi, M. Tarahomi, R. Ghanei-Motlagh, and B. Maleki, "A novel electrochemical sensor based on a glassy carbon electrode modified with dendrimer functionalized magnetic graphene oxide for simultaneous determination of trace Pb(II) and Cd(II)," *Electrochim. Acta*, vol. 312, pp. 80–88, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2019.04.180>.
- [8] D. C. Marcano *et al.*, "Improved Synthesis of Graphene Oxide," *ACS Nano*, vol. 4, no. 8, pp. 4806–4814, Aug. 2010, doi: 10.1021/nn1006368.
- [9] A. B. Chimezie, R. Hajian, N. A. Yusof, P. M. Woi, and N. Shams, "Fabrication of reduced graphene oxide-magnetic nanocomposite (rGO-Fe₃O₄) as an electrochemical sensor for trace determination of As(III) in water resources," *J. Electroanal. Chem.*, vol. 796, pp. 33–42, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2017.04.061>.
- [10] TCVN 6663-3:2016: Tiêu chuẩn quốc gia về chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 3: Bảo quản và xử lý mẫu nước.
- [11] Konieczka P., and Namiesnik J., (2018), *Quality Assurance and Quality Control in the Analytical Chemical Laboratory: A Practical Approach*, Second Edition, CRC Press Taylor & Francis Group, England.

STUDY ON SIMULTANEOUS DETERMINATION OF CADMIUM AND LEAD BY SQUARE WAVE ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY USING ErGO/GCE

**Ha Thuy Trang^{1,2,*}, Nguyen Dinh Luyen², Nguyen Hai Phong¹,
Ho Xuan Anh Vu¹, Hoang Ho Thuy Duong¹**

¹ University of Sciences, Hue University

² University of Education, Hue University

* Email: hathuytrang@dhsphue.edu.vn

ABSTRACT

The simultaneous determination of cadmium (Cd) and lead (Pb) in tap water samples was studied by square wave anodic stripping voltammetry using electrochemically reduced graphene oxide (ErGO) as a modified material on a glassy carbon electrode (GCE). Experimental conditions such as deposition potential, deposition time, amplitude, and square wave frequency were studied. With suitable experimental conditions, the linear ranges of Pb were from 10 ppb to 50 ppb, from 50 ppb to 150 ppb and that of Cd was from 10 ppb to 150 ppb. The detection limits of Cd and Pb were 4.87 ppb and 7.24 ppb, respectively. The SqW-ASV method using ErGO/GCE was also applied to the simultaneous analysis of Cd and Pb in tap water samples.

Keywords: SqW-ASV, ErGO/GCE, tap water.



Hà Thùy Trang sinh năm 1992 tại Quảng Bình. Bà tốt nghiệp cử nhân Hóa học tại trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế năm 2015. Năm 2018, bà tốt nghiệp Thạc sĩ chuyên ngành Hóa học Phân tích tại trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế. Bà hiện đang là nghiên cứu sinh chuyên ngành Hóa phân tích tại trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Hiện nay, bà đang công tác tại Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích điện hóa, phân tích kim loại, phân tích hợp chất hữu cơ, nghiên cứu vật liệu.



Nguyễn Đình Luyện sinh năm 1965 tại Quảng Bình. Ông tốt nghiệp cử nhân Hóa học năm 1986 tại trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế. Năm 1999, ông nhận bằng Tiến sĩ chuyên ngành Hóa Phân tích tại trường Đại học Sư phạm Hà Nội. Năm 2009, Ông được Hội đồng chức danh Nhà nước công nhận đạt chuẩn Phó Giáo sư. Từ năm 1986 đến nay, ông công tác tại Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích quang phổ, Phân tích điện hóa. Đánh giá ô nhiễm kim loại độc trong thực phẩm và môi trường nước.



Nguyễn Hải Phong sinh ngày 23/05/1962 tại Hà Nội. Ông tốt nghiệp cử nhân Hóa học tại trường Đại học Tổng hợp Huế (nay là trường Đại học Khoa học, Đại học Huế) năm 1984. Năm 2003, ông tốt nghiệp Thạc sĩ chuyên ngành Hóa học Phân tích tại trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế. Ông nhận bằng Tiến sĩ năm 2011 tại trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc Gia Hà Nội. Năm 2018, Ông được Hội đồng chức danh Nhà nước công nhận đạt chuẩn Phó Giáo sư. Từ năm 1984 đến nay công tác tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích điện hóa, Đánh giá ô nhiễm kim loại độc trong trầm tích và Đánh giá chất lượng nước.



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.



Hoàng Hồ Thùy Dương sinh năm 2002 tại Gia Lai. Cô tốt nghiệp cử nhân chuyên ngành Hóa học năm 2024 tại trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế. Hiện đang là học viên cao học chuyên ngành Hóa học tại trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích điện hoá, phân tích kim loại, phân tích hợp chất hữu cơ.