



KHẢO SÁT MỘT SỐ YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN TÍN HIỆU VON-AMPE HÒA TAN ANỐT CỦA As(III) TRÊN ĐIỆN CỰC KIM CƯƠNG PHA TẠP BO PHỦ VÀNG

Lê Thị Kim Dung^{1*}, Hoàng Thái Long¹, Đặng Văn Khánh²

¹ Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế

² Trung tâm Kiểm nghiệm Thuốc, Mỹ phẩm, Thực phẩm Thừa Thiên Huế

Tóm tắt: Ảnh hưởng của thành phần nền dung dịch phân tích As(III) và một số thông số kỹ thuật von-ampe hòa tan anốt xung vi phân đến cường độ dòng đỉnh hòa tan (I_p) của As(III) trên điện cực kim cương pha tạp bo phủ màng vàng (chế tạo bằng kỹ thuật *ex-situ* kết hợp *in-situ*) đã được khảo sát. Kết quả cho thấy thành phần dung dịch nền chứa HCl 0,7 M, axit ascorbic 0,3 mM và Au(III) 2 mg/L rất thích hợp để ghi được I_p của As(III) với cường độ cao và lặp lại tốt. Làm sạch điện cực ở thế +600 mV trong 5 s sau mỗi phép đo có thể tăng được độ lặp lại của kết quả đo I_p . So với điện cực màng vàng chế tạo bằng kỹ thuật *ex-situ*, điện cực chế tạo bằng kỹ thuật *ex-situ* kết hợp *in-situ* cho phép sử dụng thời gian điện phân làm giàu dài hơn để định lượng As(III) trong các dung dịch có nồng độ thấp.

Từ khóa: von-ampe hòa tan anốt, asen, vàng, điện cực kim cương pha tạp bo

1 Đặt vấn đề

Tình trạng ô nhiễm asen trong nước ngầm xảy ra khá phổ biến trên thế giới. Asen và nhiều hợp chất của nó có độc tính cao đối với con người và động vật. Theo Tổ chức Quản lý Độc chất và bệnh tật Hoa kỳ (ATSDR), Tổ chức Y tế thế giới (WHO), nhiều bộ phận trong cơ thể người (da, bào thai, gan, hệ tim mạch, phổi, hệ thần kinh, hệ nội tiết) có thể bị tổn thương do bị ngộ độc mãn tính asen. Asen và các hợp chất của nó cũng đã được Tổ chức Nghiên cứu bệnh ung thư thế giới (IARC) xếp vào loại các hợp chất gây ung thư nhóm 1 [1]. Có thể sử dụng các phương pháp khác nhau như quang phổ hấp thụ nguyên tử kết hợp với kỹ thuật hydrua hóa; phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao kết hợp khối phổ – cặp cảm ứng plasma, các phương pháp phân tích điện hóa... để xác định lượng vết asen trong nước. Cho đến nay, đã có nhiều công trình nghiên cứu áp dụng phương pháp von-ampe hòa tan để xác định lượng vết asen với độ nhạy, giới hạn phát hiện tương đương với các phương pháp phổ và có quy trình phân tích đơn giản, chi phí phân tích thấp. Ưu điểm nổi bật của phương pháp von-ampe hòa tan là có thể thu nhỏ thiết bị phân tích để phân tích tại hiện trường. Vì vậy, phương pháp này rất thích hợp để áp dụng cho các phòng thí nghiệm ở Việt Nam.

Phương pháp von-ampe hòa tan để định lượng asen có thể sử dụng nhiều loại điện cực khác nhau như điện cực Hg, Pt, Au, than thủy tinh phủ màng vàng... Trong đó, điện cực Au hay

* Liên hệ: ltkdung.cb@huemed-univ.edu.vn

màng vàng được xem là tốt nhất để phân tích arsen do trong giai đoạn làm giàu Au tạo được hợp chất gian kim loại với arsen Au_xAs_y (với $x = 1-3$ và $y = 2-6$) [2]. Trong giai đoạn hòa tan, arsen bị oxi hóa từ hợp chất này làm xuất hiện tín hiệu hòa tan dùng để định lượng. Điện cực Au có thể được sử dụng dưới dạng đĩa, vi sợi, màng vàng trên cacbon thủy tinh hay ống nano cacbon... Gần đây, kim cương pha tạp bo (BDD) là loại điện cực mới được sử dụng ngày càng nhiều hơn trong các nghiên cứu để xác định lượng vết arsen bằng phương pháp von-ampe hòa tan, với những ưu điểm vượt trội như trơ về mặt hóa học, bền cơ học, dòng nền thấp, khoảng thế làm việc rộng... [3]. Bài báo này công bố các kết quả khảo sát ảnh hưởng của thành phần chất điện ly nền và các thông số kỹ thuật von-ampe hòa tan anot xung vi phân (DP-ASV) đến tín hiệu hòa tan của arsen (cường độ dòng đỉnh hòa tan, I_p) trên điện cực BDD phủ màng vàng bằng kỹ thuật tạo màng *ex-situ* kết hợp *in-situ* (gọi tắt là kỹ thuật *ex-in*). Kết quả khảo sát này là cơ sở quan trọng để xây dựng quy trình phân tích định lượng As(III) trong nước.

2 Thực nghiệm

2.1 Hóa chất và dụng cụ

Các dung dịch chuẩn As(III) được chuẩn bị từ dung dịch chuẩn gốc As(III) 1000 ppm (tinh khiết PA, AAS, Merck). Dung dịch axit ascorbic được chuẩn bị từ axit ascorbic tinh thể (tinh khiết PA, Merck). Các loại thuốc thử khác đều được pha chế từ hóa chất tinh khiết dùng cho phân tích (Merck). Dùng nước cất 2 lần khử ion (gọi tắt là nước cất) 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 làm việc BDD (Windsor Scientific) phủ màng vàng; điện cực so sánh: Ag/AgCl/KCl 3 M và điện cực phụ trợ Pt.

2.2 Tiến hành

Chuẩn bị điện cực làm việc

– *Hoạt hóa điện cực BDD*: Điện cực BDD được rửa bằng nước cất và hoạt hóa trong HCl 1 M bằng cách quét thế 5 vòng từ $-1,5$ mV đến $+1,5$ mV, sau đó giữ thế ở $+1,5$ V trong 1 min. Lấy điện cực BDD ra khỏi bình điện phân, rửa cẩn thận bằng nước cất.

– *Chế tạo điện cực BDD phủ màng vàng ex-situ (AuFE/BDD)*: lắp điện cực BDD đã làm sạch vào máy phân tích điện hóa; tiến hành điện phân tạo màng trong dung dịch Au(III) 1000 mg/L chứa HCl 2 M ở -100 mV trong 120 s. Trong quá trình điện phân không quay điện cực. Kết thúc quá trình điện phân tạo màng vàng; tiến hành làm sạch điện cực ở $+500$ mV trong 30 s. Điện cực AuFE/BDD thu được có màu vàng sáng bóng. Lấy điện cực ra khỏi dung dịch điện phân, rửa cẩn thận bằng nước cất. AuFE/BDD *ex-situ* được chuẩn bị ngay trước mỗi thí nghiệm, không để bề mặt điện cực khô trong không khí.

Sau khi kết thúc một loạt các phép đo trên cùng một AuFE/BDD, tín hiệu đo sẽ bị suy giảm; lúc này cần chế tạo điện cực mới. Dùng bông mềm để làm sạch lớp vàng trên bề mặt điện cực hay làm sạch vàng bằng phương pháp điện hóa thích hợp trong HCl, rồi lặp lại quá trình chế tạo điện cực AuFE/BDD như trên.

Ghi đường von-ampe hòa tan

Cho dung dịch nghiên cứu chứa As(III), HCl, axit ascorbic (AA), Au(III) vào bình điện phân. Sục khí N_2 để đuổi oxy hòa tan trong dung dịch phân tích trong 180 s. Điện phân làm giàu ở -200 mV (E_{dep}) với thời gian điện phân 90 s (t_{dep}) để tập trung Au(III) và As(III) lên bề mặt điện cực. Sau khi kết thúc giai đoạn này, ngừng quay điện cực và nghỉ 15 s. Sau đó, quét thế theo chiều dương dần từ -200 mV đến $+400$ mV bằng kỹ thuật xung vi phân (DP). Sau mỗi phép đo, tiến hành làm sạch điện cực ở thế $+600$ mV (E_{clean}) trong thời gian 5 s (t_{clean}). Xác định thế (E_p) và cường độ dòng đỉnh hòa tan (I_p) từ đường von-ampe hòa tan thu được.

3 Kết quả và thảo luận

3.1 Ảnh hưởng của thành phần nền

Nồng độ HCl (C_{Cl})

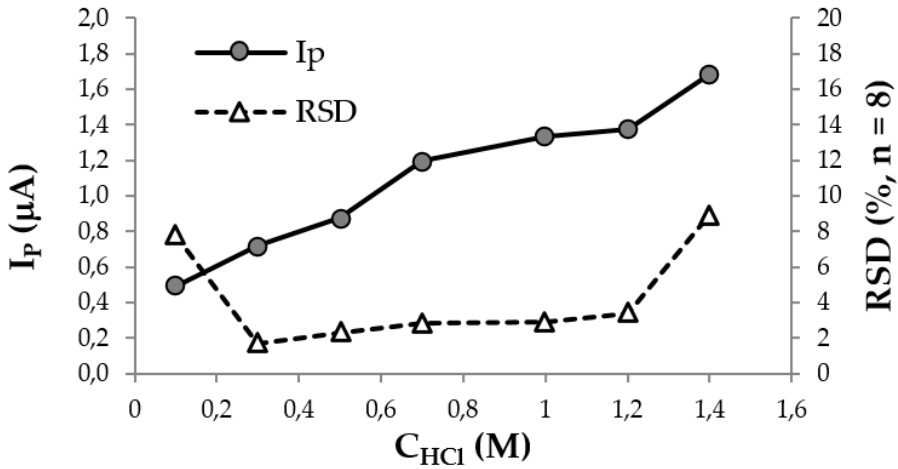
Khi tăng nồng độ HCl trong dung dịch phân tích, I_p của arsen tăng. Theo Mays và cs. [4], dung dịch axit HCl là chất điện ly nền thường được sử dụng nhất để xác định arsen bằng phương pháp von-ampe hòa tan. Arnold [5] và Sun [6] cho rằng As(III) tồn tại trong dung dịch chứa Cl^- ở các dạng khác nhau, trong đó các dạng $As(OH)_2Cl$ và $As(OH)Cl_2$ được xem là tác nhân vận chuyển điện tử trên bề mặt điện cực; khi nồng độ Cl^- tăng thì nồng độ các tác nhân này cũng tăng, làm tăng hiệu quả của quá trình làm giàu arsen; đồng thời Cl^- đóng vai trò là cầu ion giữa điện cực làm việc và các dạng arsen, làm phản ứng oxi hóa khử trở nên thuận nghịch hơn và làm tăng dòng đỉnh.

Tuy vậy, độ lặp lại của I_p có xu hướng giảm khi tăng nồng độ HCl của dung dịch. Ở nồng độ HCl cao, màng vàng của điện cực có thể bị ăn mòn mạnh sau mỗi lần quét thế anốt, vi cấu trúc của bề mặt điện cực không ổn định, làm giảm độ lặp lại [7]. Nồng độ HCl 0,7 M cho phép thu được I_p khá cao với độ lặp lại tốt.

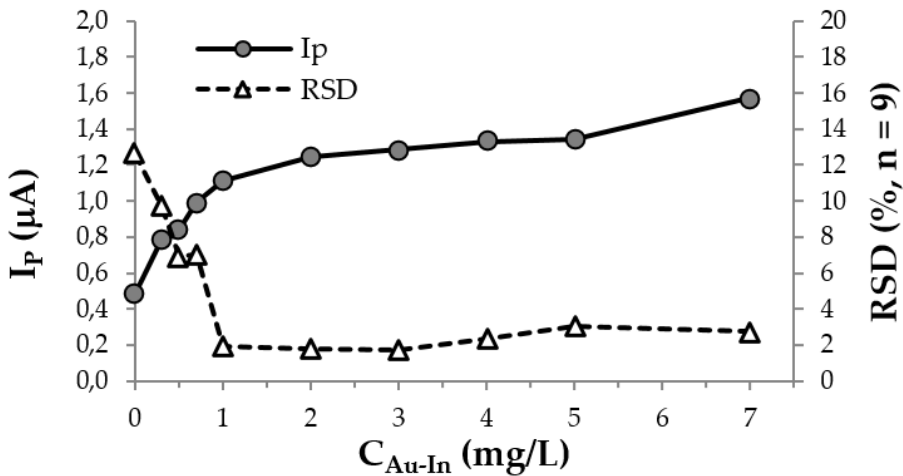
Nồng độ Au(III) thêm vào dung dịch phân tích (C_{Au-In})

Thí nghiệm thực tế cho thấy rằng nếu dung dịch phân tích không chứa Au(III) thì kết quả ghi I_p của arsen trên điện cực BDD/AuFE liên tục bị suy giảm; độ lặp lại của giá trị I_p rất thấp. Sau các lần đo lặp lại, lớp màng vàng trên bề mặt điện cực làm việc có thể đã bị suy giảm, hoặc arsen tích tụ trên bề mặt điện cực đã không bị hòa tan hết tạo ra hiện tượng che phủ một phần bề mặt hoạt động của điện cực. Để khắc phục tình trạng này, một lượng nhỏ Au(III) (C_{Au-In}) đã được thêm vào dung dịch phân tích. Trong quá trình điện phân làm giàu, bề mặt màng vàng của điện cực được bổ sung, làm mới cùng với sự tích tụ của arsen. Để xác định được C_{Au-In} thích hợp, tiến hành ghi lặp lại I_p ($n = 9$) của các dung dịch phân tích chứa Au(III) với nồng độ tăng dần. Sau mỗi phép đo, điện cực làm việc được làm sạch điện hóa ở $+600$ mV trong 10 s. Kết quả thí nghiệm được trình bày trên Hình 2.

Với mục đích cải thiện độ lặp lại, có thể chọn C_{Au-In} từ 1 đến 7 ppm, nhưng để tiết kiệm chi phí và hạn chế thêm chất tan mới vào dung dịch phân tích, $C_{Au-In} = 2$ mg/L được chọn để dùng cho các thí nghiệm sau.



Hình 1. Kết quả xác định I_p của asen ở các nồng độ HCl khác nhau (Dung dịch phân tích chứa As(III) 5 $\mu g/L$; AA 0,5 mM; Au(III) 5 mg/L)



Hình 2. Kết quả xác định I_p của asen với các C_{Au-In} khác nhau (Dung dịch phân tích chứa As(III) 5 $\mu g/L$; HCl 0,7 M; AA 0,5 mM)

Nồng độ axit ascorbic (C_{AA})

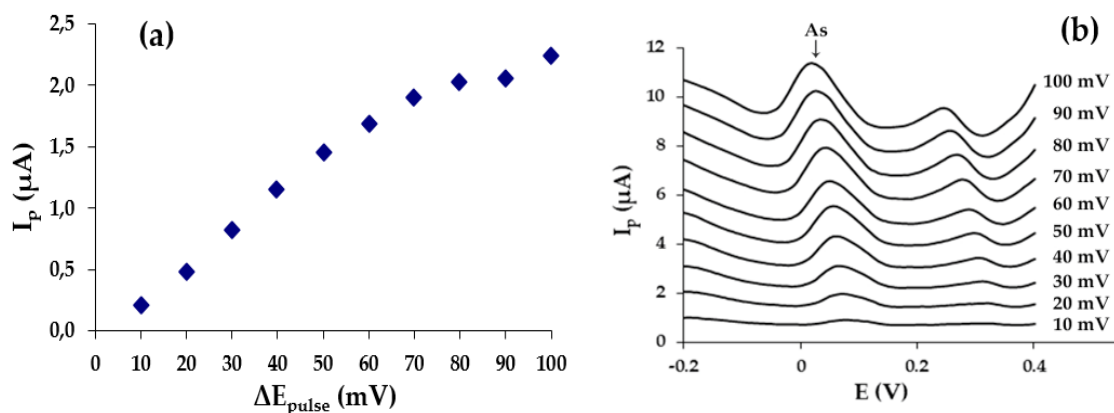
Theo Bodewig [8], trong môi trường pH thấp chứa nhiều Cl^- , As(III) có thể bị oxy hóa thành As(V). Do As(V) không điện hoạt, nên phản ứng oxy hóa As(III) thành As(V) có thể làm I_p của các lần đo liên tiếp bị suy giảm. Nghiên cứu của Feldman [9] cho thấy thêm axit ascorbic (AA) vào dung dịch phân tích có thể giúp As(III) không bị oxi hóa. Trong nghiên cứu này, AA đã được thêm vào dung dịch phân tích để ngăn ngừa phản ứng oxy hóa As(III). Đỉnh hòa tan của asen chỉ xuất hiện khi thêm AA vào dung dịch phân tích. Nồng độ AA thích hợp để có độ lặp lại tốt của I_p là khoảng 0,3 mM.

3.2 Các thông số kỹ thuật xung vi phân

Mặc dù không phải là yếu tố quyết định đến sự xuất hiện của đỉnh hòa tan asen trong phương pháp von-ampe hòa tan, nhưng việc khảo sát lựa chọn các thông số kỹ thuật xung thích hợp cho phép cải thiện được đáng kể độ nhạy của việc định lượng asen (I_p lớn).

Biên độ xung (ΔE_{pulse})

Hình 3 cho thấy khi tăng ΔE_{pulse} từ 10 mV đến 100 mV thì I_p tăng từ 0,2 μA đến 2,2 μA ; điều này hoàn toàn phù hợp với lý thuyết, cường độ dòng đỉnh tăng tỉ lệ với biên độ xung ở nồng độ xác định [10]. Ta thấy, khi $\Delta E_{pulse} > 50$ mV, I_p tăng không nhiều và đỉnh hòa tan của asen có xu thế doãng rộng, làm giảm độ phân giải đỉnh; điều này cũng đã được Wang ghi nhận trước đây [11]. Điều này có thể dẫn đến ảnh hưởng cản trở của các tạp chất có đỉnh hòa tan gần asen. Vì vậy, giá trị ΔE_{pulse} thích hợp được lựa chọn cho các thí nghiệm tiếp sau là 50 mV.



Hình 3. Ảnh hưởng của biên độ xung ΔE_{pulse} đến I_p của asen (a) và các đường von-ampe hòa tan tương ứng (b)
(Dung dịch phân tích chứa As(III) 5 $\mu\text{g/L}$; AA 0,3 mM; HCl 0,7 M; Au(III) 2 mg/L)

Tốc độ quét thế (v)

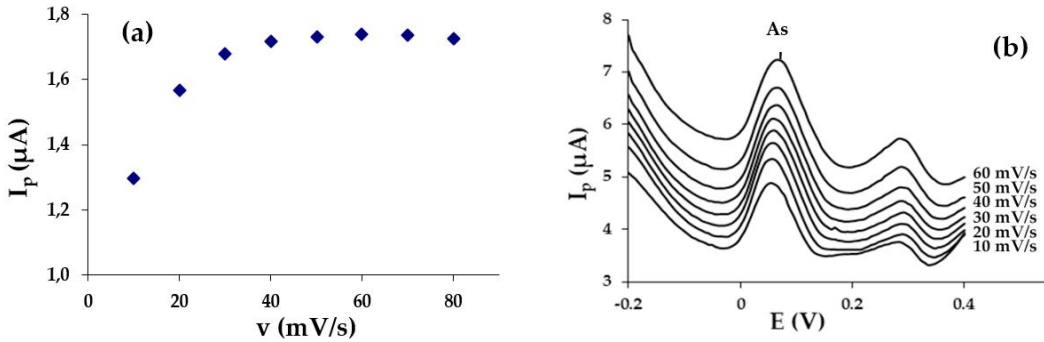
Để khảo sát ảnh hưởng của tốc độ quét thế lên I_p của asen, thay đổi tốc độ quét thế từ 10 mV/s đến 60 mV/s. Ghi I_p ở các giá trị tốc độ quét thế khác nhau.

Ở tốc độ quét thế thấp cường độ dòng đỉnh hòa tan thấp, còn ở tốc độ quét thế quá cao, cường độ dòng đỉnh hòa tan cao nhưng asen tích tụ trên bề mặt điện cực có thể đã không được hòa tan hoàn toàn, đỉnh hòa tan không cân đối [12]. Ở Hình 4, khi tăng tốc độ quét thế, mặc dù dòng đỉnh hòa tan I_p của asen lúc đầu tăng nhanh nhưng sau hầu như tăng không đáng kể, độ dốc đường nền tăng, đỉnh mất cân đối. Tốc độ quét thế thích hợp được lựa chọn là $v = 20$ mV/s.

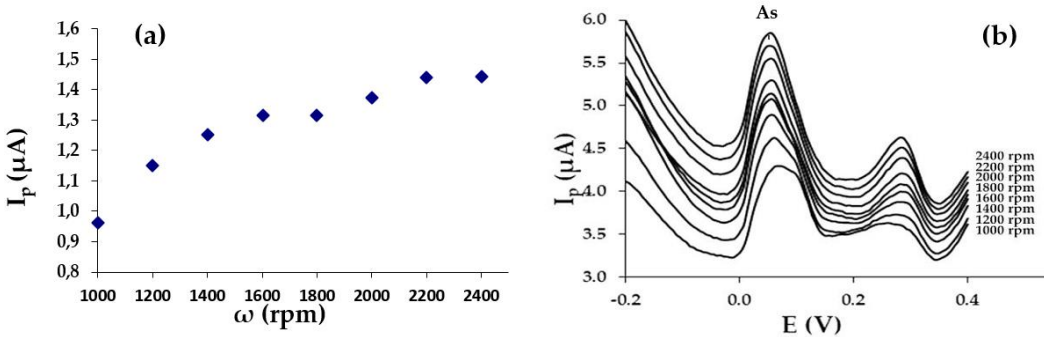
Ảnh hưởng của tốc độ quay điện cực (ω)

Theo Wang [11], dòng điện phân làm giàu (I_L) và dòng đỉnh hòa tan (I_p) đều tỷ lệ thuận với ω^α (α là hằng số phụ thuộc vào bản chất của hệ điện cực và chế độ thủy động). Thí nghiệm cho

thấy khi tăng ω thì I_p của arsen tăng, nhưng I_p chỉ tăng đến một giới hạn nào đó, sau đó ngừng tăng. Tốc độ khuấy $\omega = 2000$ rpm được chọn để tiến hành các thí nghiệm tiếp theo, do hình dạng đỉnh sắc nét và cân đối, đồng thời khi tăng ω thêm, I_p không tăng thêm đáng kể.



Hình 4. Ảnh hưởng của tốc độ quét thế đến I_p của arsen (a) và các đường von-ampe hòa tan tương ứng (b) (Dung dịch phân tích chứa As(III) 5 $\mu g/L$; AA 0,3 mM; HCl 0,7 M; Au(III) 2 mg/L).



Hình 5. Ảnh hưởng của tốc độ quay điện cực đến I_p của arsen (a) và các đường von-ampe hòa tan tương ứng (b) (Dung dịch phân tích chứa As(III) 5 $\mu g/L$; AA 0,3 mM; HCl 0,7 M; Au(III) 2 mg/L).

Thế (E_{clean}) và thời gian (t_{clean}) làm sạch AuFE/BDD *ex-in* sau mỗi lần đo

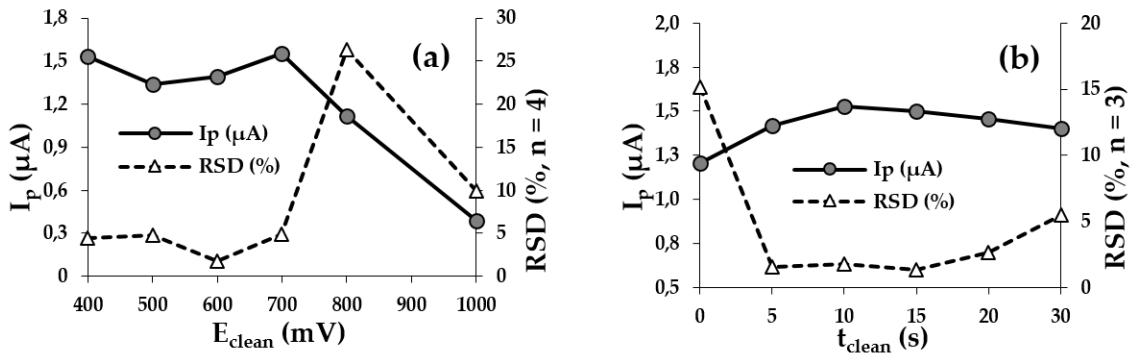
Sau mỗi phép đo, bề mặt điện cực cần được làm sạch điện hóa bằng cách áp một thế E_{clean} đủ dương trong khoảng thời gian thích hợp t_{clean} để hòa tan hết lượng arsen đã tích tụ nhưng có thể chưa bị tan hết trên bề mặt điện cực. Quá trình làm sạch điện hóa cuối mỗi phép đo kết hợp với quá trình tạo màng bổ sung trong giai đoạn làm giàu còn giúp cho màng vàng trên bề mặt điện cực được ổn định sau nhiều chu trình đo liên tiếp. Ghi I_p của dung dịch phân tích khi thay đổi E_{clean} từ + 400 mV đến + 1000 mV trong thời gian 10 s để xác định thế làm sạch thích hợp. Sau đó, xác định thời gian làm sạch t_{clean} ở thế làm sạch này (Hình 6).

Kết quả thí nghiệm cho thấy làm sạch điện cực không ảnh hưởng đáng kể đến độ nhạy của phép phân tích (I_p không thay đổi đáng kể) nhưng đã cải thiện được độ lặp lại. Khi kéo dài thời gian làm sạch hay làm sạch ở thế quá dương, bề mặt điện cực bị thay đổi mạnh nên độ lặp lại cũng như giá trị I_p đều bị giảm. Với mục đích vừa cải thiện độ lặp lại, vừa không kéo dài quá trình phân tích và giảm độ nhạy, $E_{clean} = +600$ mV và $t_{clean} = 5$ s được chọn áp dụng cho các thí nghiệm tiếp theo.

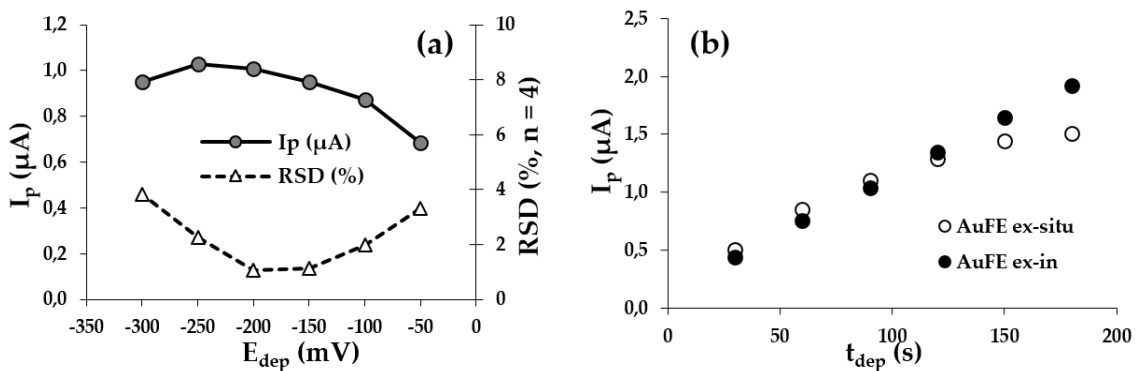
Ảnh hưởng của thế và thời gian điện phân làm giàu

Thế điện phân làm giàu (E_{dep})

Kết quả thí nghiệm trình bày ở Hình 7 cho thấy ở các thế điện phân dương hơn -100 mV, hiệu quả làm giàu thấp, I_p thấp. Giá trị I_p ghi được cao hơn và khá ổn định ở những thế âm hơn -100 mV với độ lặp lại tốt. Tuy vậy, không thể điện phân làm giàu ở thế quá âm do nguy cơ nhiễm bẩn tạp chất các kim loại khác cũng như khả năng xuất hiện bọt khí H_2 phủ một phần bề mặt điện cực làm việc. Ở thế rất âm, $As(0)$ trên bề mặt điện cực có thể bị khử một phần thành asin (AsH_3) [13]. $E_{dep} = -200$ mV được chọn cho các nghiên cứu tiếp theo do có cường độ dòng định cao và độ lặp lại tốt.



Hình 6. Ảnh hưởng của E_{clean} (a) và t_{clean} (b) đến I_p của asen (Dung dịch phân tích chứa $As(III)$ 5 $\mu g/L$; AA 0,3 mM; HCl 0,7 M và $Au(III)$ 2 mg/L)



Hình 7. Ảnh hưởng của E_{dep} (a) và t_{dep} (b) đến I_p của asen trên AuFE/BDD *ex-situ* (Dung dịch phân tích chứa $As(III)$ 5 $\mu g/L$; AA 0,3 mM; HCl 0,7 M; $Au(III)$ 2 mg/L)

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

Thông thường, càng tăng thời gian điện phân làm giàu thì lượng chất phân tích được tập trung lên bề mặt điện cực càng nhiều, nên sẽ làm tăng I_p . Tuy nhiên, kết quả thí nghiệm cho thấy có sự khác biệt đáng chú ý khi sử dụng 2 loại điện cực AuFE *ex-situ* và AuFE *ex-in*.

Đối với điện cực chế tạo theo kỹ thuật *ex-situ*, I_p chỉ tăng tỷ lệ với t_{dep} khi $t_{dep} < 120$ s. Kéo dài thời gian điện phân trên 120 s, I_p tăng chậm và đạt giá trị bão hòa. Khi thời gian điện phân làm giàu quá dài có thể tạo thành lớp As(0) dẫn điện kém trên bề mặt điện cực, ngăn chặn quá trình tích tụ asen nên I_p không tăng thêm [13]. Như vậy, khi dùng AuFE kiểu *ex-situ*, không nên kéo dài thời gian điện phân khi không thật sự cần thiết. Trong khi đó, khi dùng AuFE chế tạo theo kỹ thuật *ex-in*, tăng thời gian điện phân lên đến 180 s vẫn chưa quan sát thấy hiện tượng bão hòa I_p . Có thể sự kết tủa đồng thời của As(0) và Au(0) trên bề mặt điện cực xảy ra trong giai đoạn điện phân làm giàu đã hạn chế được sự tạo thành lớp asen kém dẫn điện như đã nêu trên. Do đó, khi định lượng As(III) ở nồng độ thấp, cần kéo dài thời gian điện phân làm giàu và nên sử dụng điện cực AuFE/BDD chế tạo bằng kỹ thuật *ex-in* thay vì dùng điện cực kiểu *ex-situ*.

4 Kết luận

Nghiên cứu này đã xác định được ảnh hưởng của thành phần nền và các thông số kỹ thuật khác đến cường độ dòng đỉnh hòa tan của asen trong phương pháp von-ampe hòa tan xung vi phân khi sử dụng điện cực màng vàng chế tạo bằng kỹ thuật *ex-situ* kết hợp *in-situ* trên nền điện cực kim cương pha tạp bo. Để thu được tín hiệu hòa tan của asen tốt, dung dịch phân tích As(III) cần chứa HCl 0,7 M, Au(III) 2 mg/L và axit ascorbic 0,3 mM. Quá trình điện phân làm giàu được thực hiện ở -200 mV trong 90 s với tốc độ quay điện cực 2000 rpm. Các thông số kỹ thuật xung vi phân khác thích hợp để ghi được tín hiệu hòa tan của asen nhạy và lặp lại bao gồm: biên độ xung 50 mV; bước nhảy thế 6 mV; thời gian mỗi bước thế 300 ms và tốc độ quét thế 20 mV/s. Kết quả khảo sát đã trình bày trên có thể được sử dụng để phát triển phương pháp phân tích As(III) đáp ứng các yêu cầu về độ đúng và độ chính xác.

Tài liệu tham khảo

1. Cogliano V. J. *et al.* (2011), Preventable Exposures Associated With Human Cancers, *J. Natl. Cancer Inst.*, 103(24), 1827–1839.
2. Tikhomirova V. I., Akhmedzanova G. M., Nekrasov I. Y. (1994), An investigation of the effect of arsenic and redox conditions on solubility of gold in halogenide solutions at 200–300°C and a pressure of 50 MPa, *Exp. Geosci.*, 3(1), 1–9.
3. Compton R. G., Foord J. S., Marken F. (2003), Electroanalysis at diamond-like and doped-diamond electrodes, *Electroanalysis*, 15(17), 1349–1363.
4. Mays D. E., Hussam A. (2009), Voltammetric methods for determination and speciation of inorganic arsenic in the environment-A review, *Anal. Chim. Acta*, 646(1–2), 6–16.
5. Arnold J. P., Johnson R. M. (1969), Polarography of arsenic, *Talanta*, 16(8), 1191–1207.
6. Sun Y., Mierzwa J., Yang M. (1997), New method of gold-film electrode preparation for anodic stripping voltammetric determination of arsenic (III and V) in seawater, *Talanta*, 44, 1379–1387.
7. Giacomino A., Abollino O., Lazzara M., Malandrino M., Mentasti E. (2011), Determination of As(III) by anodic stripping voltammetry using a lateral gold electrode: Experimental conditions, electron transfer and monitoring of electrode surface, *Talanta*, 83(5), 1428–1435.
8. Bodewig F. G., Valenta P., Nurnberg H. W. (1982), Trace Determination of As (III) and As (V) in Natural Waters by Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry, *Fresenius Z Anal Chem*, 311, 187–191.

9. Feldman C. (1979), Improvements in the Arsine Accumulation-Helium Glow Detector Procedure for Determining Traces of Arsenic, *Anal. Chem.*, 51(6), 664–669.
10. Lund W., Onshus D. (1976), The determination of copper, lead and cadmium in sea water by differential pulse anodic stripping voltammetry, *Anal. Chim. Acta*, 86, 109–122.
11. Wang J. (1985), *Stripping analysis – Principles, Instrumentation and Application*. VCH Publishers, Inc: Deerfield Beach, FL, USA.
12. Yamada D., Ivandini T. A., Komatsu M., Fujishima A. (2008), Anodic stripping voltammetry of inorganic species of As³⁺ and As⁵⁺ at gold-modified boron doped diamond electrodes, *Electroanal. Chem.*, 615, 145–153.
13. Feeney R., Kounaves S. P. (2000), On-Site Analysis of Arsenic in Groundwater Using a Microfabricated Gold Ultramicroelectrode Array, *Anal. Chem.*, 72(10), 2222–2228.

FACTORS INFLUENCING ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY SIGNALS OF As(III) AT Au-COATED BORON-DROPPED DIAMOND ELECTRODE

Le Thi Kim Dung^{1*}, Hoang Thai Long¹, Dang Van Khanh²

¹HU – University of Sciences

²Drug, Cosmetic and Food Quality Control Center of Thua Thien Hue province

Abstract. The influence of the composition of the analyte solution and several major parameters of differential pulse anodic stripping voltammetry on the stripping peak current (I_p) of As(III) at gold film boron-doped diamond electrodes (fabricated by *ex-situ* combined with *in-situ* techniques) was investigated. The results showed that the analyte solution containing 0.7 M HCl, 0.3 mM ascorbic acid, and 2 mg/L Au (III) was suitable for the I_p measurement with a high intensity and good repeatability. Cleaning the electrode at +600 mV for 5 seconds after each measurement could increase the repeatability of I_p . Compared with electrodes prepared by means of *ex-situ* technique, electrodes fabricated by using *ex-situ* combined with *in-situ* techniques allowed to apply longer deposition time to quantify As(III) in low-concentration solutions.

Keywords: Arsenic, Gold, Boron-doped diamond electrode, Anodic stripping voltammetry