

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM

VIỆN HOÁ HỌC

LÊ THỊ VINH HẠNH

**NGHIÊN CỨU TÍNH CHẤT ĐIỆN HÓA CỦA THUỐC NỔ TNT
TRÊN CÁC VẬT LIỆU ĐIỆN CỰC KHÁC NHAU NHẪM ỨNG
DỤNG TRONG PHÂN TÍCH MÔI TRƯỜNG**

Chuyên ngành: **Hóa Lý thuyết và Hóa lý**

Mã số: **62.44.31.01**

TÓM TẮT LUẬN ÁN TIẾN SĨ HÓA HỌC

Hà Nội - 2014

Công trình được hoàn thành tại:

Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Người hướng dẫn khoa học:

1. PGS.TS Vũ Thị Thu Hà , Viện hóa học – Viện Hàn lâm KH và CN Việt Nam.
2. GS. TS Lê Quốc Hùng, Viện hóa học – Viện Hàn lâm KH và CN Việt Nam.

Phản biện 1: PGS.TS. Trần Văn Chung - Viện Khoa học và Công nghệ Quân sự

Phản biện 2: PGS.TS. Trần Trung - Đại học sư phạm kỹ thuật Hưng Yên.

Phản biện 3: PGS.TS. Đào Quang Liêm - Đại học Giao thông Vận tải.

Luận án sẽ được bảo vệ trước Hội đồng chấm luận án cấp nhà nước họp tại:
Hội trường tầng 3, nhà A.18, Viện Hóa học, Viện hàn lâm KH và CN Việt Nam,
Số 18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội.

Vào hồi giờ ngày tháng năm 2014

Có thể tìm hiểu luận án tại thư viện:

1. Thư viện Quốc gia Hà Nội
2. Trung tâm thông tin – tư liệu, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

MỞ ĐẦU

1. Tính cấp thiết và mục đích nghiên cứu của luận án

** Tính cấp thiết của luận án:*

TNT là thuốc nổ có tỉ lệ pha trộn nhiều nhất trong các hỗn hợp nổ, tuy nhiên khi vào môi trường gây rất nhiều tác hại cho sức khỏe con người. Ở nước ta, việc nghiên cứu về thuốc nổ đã được nghiên cứu từ lâu, nhưng chủ yếu nghiên cứu về tính năng sử dụng TNT, ảnh hưởng của TNT đến môi trường và sức khỏe con người và quá trình phân hủy của nó xảy ra trong môi trường hay phân tích hàm lượng TNT trong các mẫu sinh học bằng các phương pháp sắc ký. Do vậy, việc tìm ra phương pháp phát hiện đơn giản để xử lý TNT ô nhiễm trong nước và trong đất vẫn là một bài toán khó đặt ra hiện nay.

Ở Việt Nam hiện chưa có các nghiên cứu chế tạo và ứng dụng các điện cực biến tính bằng chất lỏng ion và vi điện cực đầy đủ, chuyên sâu có thể sử dụng kết hợp với thiết bị phân tích điện hóa mà Việt Nam tự chế tạo được, thực hiện các phép phân tích nhanh tại hiện trường. Hơn nữa, chất nghiên cứu mà Luận án hướng tới là thuốc nổ TNT còn ít công trình nghiên cứu theo hướng phân tích TNT bằng phương pháp Von-Ampe trong mẫu môi trường, đặc biệt là trên điện cực tự chế tạo. Vì vậy, chúng tôi lựa chọn nội dung “Nghiên cứu tính chất điện hóa thuốc nổ TNT trên các vật liệu điện cực khác nhau nhằm ứng dụng trong phân tích môi trường” làm đề tài nghiên cứu của luận án với mục tiêu tự chế tạo các điện cực mới với các vật liệu và kích thước khác nhau, sử dụng các thiết bị đo điện hóa ghép nối máy tính với phần mềm đi kèm, có độ nhạy, độ phân giải cao, để nghiên cứu tính chất điện hóa của thuốc nổ TNT và sử dụng chúng cho phân tích TNT trong môi trường.

** Mục tiêu của luận án:*

- Chế tạo các điện cực với các vật liệu và kích thước khác nhau.
- Nghiên cứu tính chất của các loại điện cực chế tạo được.
- Định hướng cho việc xác định TNT trong môi trường nước.

2. Nội dung nghiên cứu của luận án

- Thiết kế, chế tạo các loại điện cực từ các loại vật liệu khác nhau (glassy cacbon, cacbon bột nhão, sợi cacbon và vàng) với kích thước và cấu hình khác nhau (điện cực kích thước thông thường và vi điện cực).
- Sử dụng phương pháp CV để khảo sát tính chất von-ampe của các điện cực đã chế tạo.
- Sử dụng phương pháp AdSV-DPV để khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến tính chất điện hóa của TNT trên các vật liệu điện cực khác nhau.
- Tìm điều kiện tối ưu cho quá trình khảo sát tính chất điện hóa của TNT.
- Thử nghiệm khảo sát tính chất của TNT trong môi trường chất lỏng ion và trong mẫu thực trên các điện cực đã chế tạo.

3. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của luận án

Luận án là công trình độc lập nghiên cứu về chế tạo các điện cực trên các vật liệu khác nhau, đặc biệt là điện cực cacbon bột nhão biến tính bằng chất lỏng ion và vi điện cực, đóng góp vào việc nghiên cứu cơ sở lý thuyết các quá trình điện hóa trên các điện cực đã chế tạo được. Các khảo sát đặc tính điện hóa của các điện cực, xây dựng điều kiện tối ưu để có thể phân tích lượng vết TNT theo phương pháp Von-Ampe hòa tan hấp phụ xung vi phân sử dụng điện cực biến tính chất lỏng ion, vi điện cực sợi than để phân tích TNT trong môi trường chất lỏng ion.

Luận án là sự kết hợp giữa nghiên cứu cơ bản và nghiên cứu ứng dụng, góp phần cung cấp cơ sở dữ liệu về cách chế tạo điện cực đặc biệt là vi điện cực sợi than với những ưu điểm rút ngắn thời gian phân tích, quá trình phân tích đơn giản, không độc hại, phân tích trực tiếp được các mẫu có thể tích nhỏ. Đặc biệt, cùng với việc chế tạo thiết bị phân tích điện hóa trong nước thành công này góp phần khẳng định khả năng tự chế tạo các thiết bị phân tích điện hóa có giá thành rẻ hơn so với thiết bị nhập ngoại, đáp ứng được yêu cầu nghiên cứu và phân tích trong nước..

4. Điểm mới của luận án

- Lựa chọn được chất lỏng ion phù hợp để biến tính điện cực cacbon bột nhão là chất lỏng ion 1-Butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate ($[C_4mim][BF_4]$), làm tăng đáng kể tín hiệu dòng thu được trên điện cực cacbon bột nhão biến tính chất lỏng ion so với điện cực cacbon bột nhão thông thường và cho giới hạn phát hiện TNT thấp nhất.
- Tìm ra tỉ lệ tốt nhất cho các thành phần (theo khối lượng) của điện cực cacbon bột nhão biến tính bằng chất lỏng ion với khối lượng cacbon bột nhão, parafin và chất lỏng ion là 80:10:10. Giới hạn phát hiện TNT trong điều kiện khảo sát là 0,086ppm, khoảng tuyến tính đến 21ppm, độ chụm lặp lại tính theo RSD là 1,67%. Mối quan hệ giữa mật độ dòng và nồng độ TNT trong dung dịch có hệ số tương quan tốt đến $R^2=0,9974$ và phép đo không có sai số hệ thống. Điện cực đã được sử dụng để phân tích TNT trong mẫu thực có thêm chuẩn TNT với độ thu hồi 101%.
- Đã chế tạo được vi điện cực sợi than trong phòng thí nghiệm và thử nghiệm phát hiện được TNT trong môi trường chất lỏng ion tributyl(2-methoxyethyl) phosphonium bis(pentafluoroethansulfonyl) amide với giới hạn phát hiện TNT là 3,217 ppm. Giúp tìm ra kỹ thuật để phân tích TNT trong môi trường nước được tốt hơn, thông qua việc sử dụng chất lỏng ion kỵ nước để chiết TNT từ pha nước sang pha chất lỏng ion.

5. Bố cục của luận án

Luận án gồm 131 trang, được trình bày trong các phần: Mở đầu: 6 trang, chương 1: Tổng quan: 35 trang, chương 2: Thực nghiệm: 13 trang, chương 3: Kết quả và thảo luận: 62 trang, kết luận: 2 trang; danh mục các công trình khoa học liên quan đến luận án: 1 trang và tài liệu tham khảo: 12 trang.

Chương 1: TỔNG QUAN

Trình bày tổng quan tình hình nghiên cứu trên thế giới và trong nước về các vấn đề:

1. Giới thiệu chung về thuốc nổ TNT
 - Tính chất điện hóa của TNT
 - Ứng dụng của điện hóa trong việc xử lý và phân tích TNT
 - Vai trò của môi trường làm việc trong nghiên cứu tính chất điện hóa của TNT
2. Các phương pháp phân tích TNT
 - Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao
 - Phương pháp sắc ký khí
 - Một số phương pháp khác
3. Phương pháp Von- Ampe phân tích TNT
 - Một số điện cực làm việc dùng trong phương pháp Von-Ampe
 - Phân tích TNT bằng phương pháp Von-Ampe

Chương 2: THỰC NGHIỆM

2.1 THIẾT BỊ, DỤNG CỤ VÀ VẬT LIỆU

2.1.1 Thiết bị và dụng cụ

- + Hệ thiết bị đo: Gồm máy đo, hệ bình đo được điều khiển tự động bằng máy tính.
- + Hệ điện cực: Điện cực làm việc, điện cực so sánh Ag/AgCl, điện cực đối Pt.
- + Một số dụng cụ khác.

2.1.2 Vật liệu chế tạo điện cực

Vật liệu chế tạo điện cực gồm: Thanh glassy cacbon đường kính 3mm, sợi cacbon đường kính 6 μ m, dây vàng đường kính 2 mm; dây vàng đường kính 25 μ m, dây bạc đường kính 1 mm, dây đồng đường kính 8 mm, bột Cacbon và một số vật liệu khác.

2.2 HÓA CHẤT

2.2.1 Hóa chất tinh khiết: TNT, các hóa chất tinh khiết dùng pha dung dịch nền, các chất lỏng ion (IL), dầu parafin và một số hóa chất khác

2.2.2 Các dung dịch

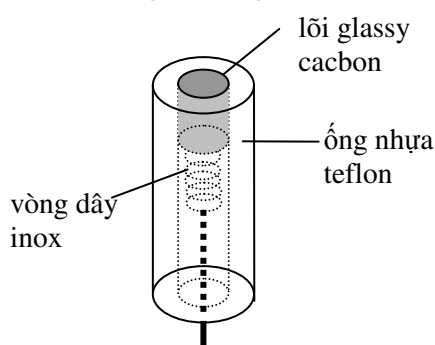
2.2.2.1 Dung dịch gốc: Các dung dịch gốc dùng để pha dung dịch điện li có nồng độ 0,2 M bao gồm: HCl, CH₃COOH, KOH, KCl, K₂HPO₄, KH₂PO₄, CH₃COONa. Các dung dịch gốc TNT với các mục đích nghiên cứu khác nhau: dung dịch TNT 50 ppm, 600 ppm, 1000 ppm.

2.2.2.2 Dung dịch điện li: Các dung dịch điện li được pha từ dung dịch gốc đến nồng độ mong đợi. Dung dịch đo được chuẩn bị hàng ngày cho mỗi phép đo bằng cách thêm dần dung dịch gốc TNT vào bình đo chứa sẵn dung dịch điện li.

2.3 CHẾ TẠO ĐIỆN CỰC

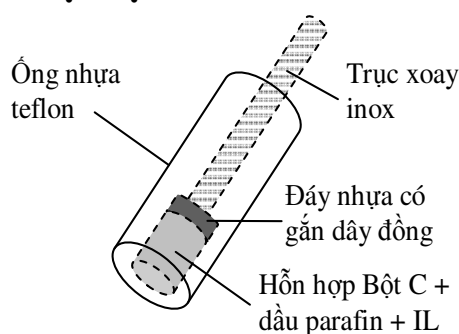
2.3.1 Điện cực thường

Gồm có hai điện cực GC và Au, được chế tạo từ lõi glassy cacbon đường kính 3mm và lõi vàng đường kính 2mm.

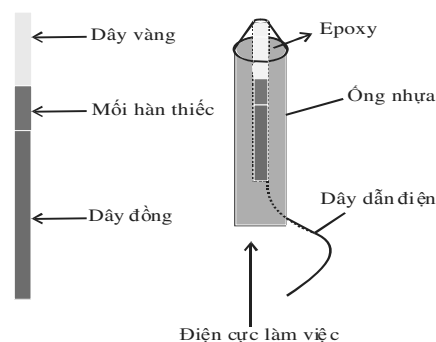


Hình 2.2 Sơ đồ cấu tạo điện cực GC.

2.3.2 Điện cực biến tính



Hình 2.7 Sơ đồ cấu tạo điện cực biến tính.



Hình 2.4 Sơ đồ cấu tạo điện cực Au

Bảng 2.1 Bảng tỉ lệ khối lượng thành phần các điện cực CpC₄mim.

Điện cực	Tỉ lệ khối lượng (%)		
	Bột C	Dầu Parafin	[C ₄ mim] [BF ₄]
CpC ₄ mim1	80	20	0
CpC ₄ mim2	80	15	5
CpC ₄ mim3	80	10	10
CpC ₄ mim4	80	5	15
CpC ₄ mim5	80	0	20

Các loại điện cực biến tính được chế tạo bao gồm:

- Điện cực CpC₄mim: là các điện cực được chế tạo từ bột cacbon (Cp), dầu parafin (Pa) và chất lỏng ion 1-Butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate ([C₄mim][BF₄]) với các tỉ lệ khác nhau.

- Điện cực CpTOMA: là các điện cực được chế tạo từ bột cacbon, dầu parafin và chất lỏng ion Trioctylmethylammonium bis (trifluoromethylsulfonyl) imide ([TOMA][C₁C₁N]) với các tỉ lệ khác nhau.

Bảng 2.2 Bảng tỉ lệ khối lượng thành phần các điện cực CpTOMA.

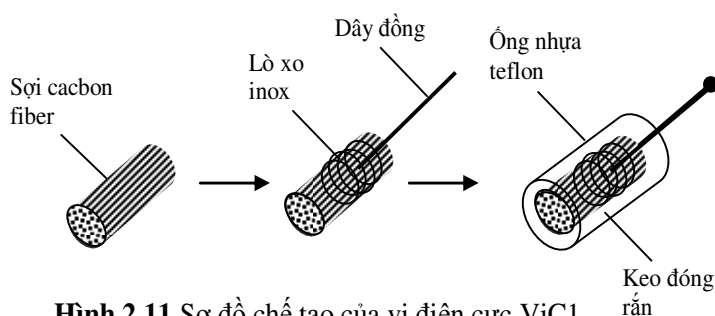
Điện cực	Tỉ lệ khối lượng (%)		
	Bột C	Dầu Parafin	[TOMA] [C ₁ C ₁ N]
CpTOMA1	80	20	0
CpTOMA2	80	10	10
CpTOMA3	80	0	20

2.3.3 Vi điện cực

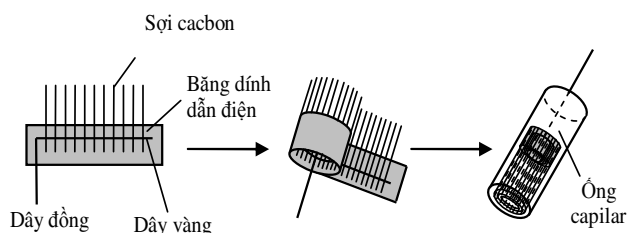
Các vi điện cực được chế tạo bao gồm:

- Vi điện cực sợi than ViC1 và ViC2, được chế tạo từ các sợi than có kích thước 6µm bằng cách tổ hợp ngẫu nhiên và tổ hợp tuyến tính các sợi than.

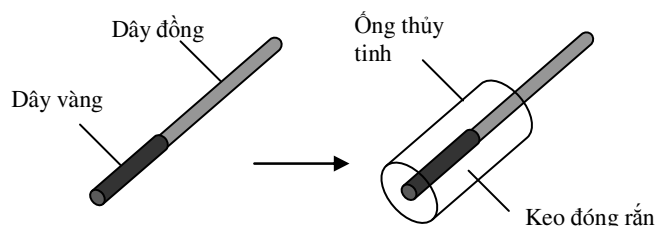
- Vi điện cực vàng ViAu được chế tạo từ sợi vàng có kích thước 25 µm.



Hình 2.11 Sơ đồ chế tạo của vi điện cực ViC1.



Hình 2.13 Các bước chế tạo điện cực ViC2.



Hình 2.15 Sơ đồ cấu tạo vi điện cực vàng (ViAu).

2.4 PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.4.1 Nghiên cứu đặc tính Von-Ampe của điện cực bằng phương pháp Von-Ampe tuần hoàn (CV)

- Hoạt hóa bề mặt điện cực
- Khảo sát đặc tính đặc tính Von – Ampe của các điện cực làm việc

2.4.2 Nghiên cứu tính chất điện hóa của TNT bằng phương pháp Von-Ampe hòa tan hấp phụ xung vi phân (AdSV-DPV)

Để tìm được điều kiện tối ưu cho việc nghiên cứu tính chất điện hóa của thuốc nổ TNT, nghiên cứu được tiến hành khảo sát các yếu tố sau:

- Khảo sát tín hiệu Von-Ampe của TNT trên các điện cực.
- Khảo sát ảnh hưởng của dung dịch nền
- Khảo sát ảnh hưởng của sự khuếch tán TNT trong dung dịch điện ly.
- Khảo sát ảnh hưởng của sự hấp phụ TNT trên bề mặt điện cực.
- Khảo sát độ lặp lại của các điện cực.
- Khảo sát sự phụ thuộc của mật độ dòng pic khử vào nồng độ TNT trong dung dịch ở điều kiện đã tối ưu hóa.

Sau đó thử nghiệm phát hiện TNT trong mẫu thực và trong môi trường chất lỏng ion.

2.4.3 Phương pháp xử lý số liệu

Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

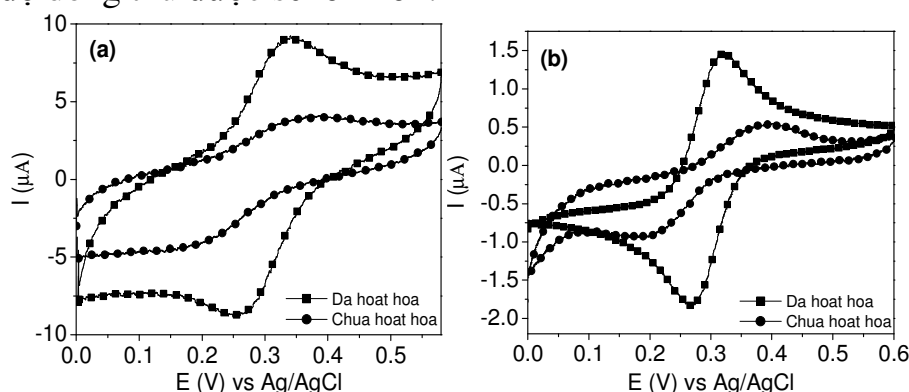
3.1 ĐIỆN CỰC THƯỜNG

3.1.1 Khảo sát đặc tính điện hóa của các điện cực thường

3.1.1.1 Ảnh hưởng của việc hoạt hóa bề mặt điện cực đến khả năng làm việc của điện cực thường

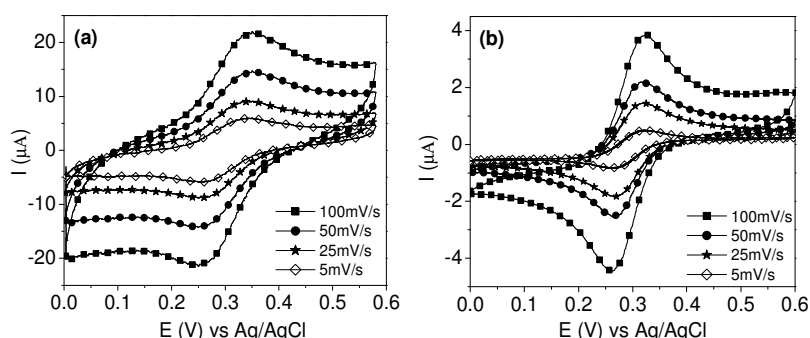
Các điện cực thường được hoạt hóa bằng cách quét thế tuần hoàn (CV) ở tốc độ 100 mV/s trong môi trường axit H_2SO_4 0,5 M cho đến khi các đường CV gần như trùng lên nhau, với khoảng quét từ -1 V đến 1 V cho điện cực GC và từ 0 V đến 1,8 V cho điện cực Au.

Việc khảo sát ảnh hưởng của hoạt hóa đến khả năng làm việc của điện cực thường được tiến hành bằng cách quét CV từ 0 đến 0,6 V trong dung dịch $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ 5 mM, KCl 0,5 M với các điện cực trước và sau khi hoạt hóa. Kết quả trình bày trên Hình 3.1 cho thấy rằng, ở cùng tốc độ quét thế 25 mV/s với điện cực sau khi hoạt hóa dòng đo tăng lên nhiều so với điện cực trước khi hoạt hóa, hình dạng pic oxy hóa và khử rõ ràng hơn. Điều này chứng tỏ rằng việc hoạt hóa bề mặt điện cực đóng vai trò rất quan trọng, phù hợp với các nghiên cứu trên thế giới cho rằng, phương pháp quét thế tuần hoàn trong khoảng thế giới hạn với một số vòng nhất định sẽ ngăn chặn được sự tạo bề mặt gồ ghề và tạo ra bề mặt sạch cho điện cực làm việc, do đó cường độ dòng thu được sẽ lớn hơn.



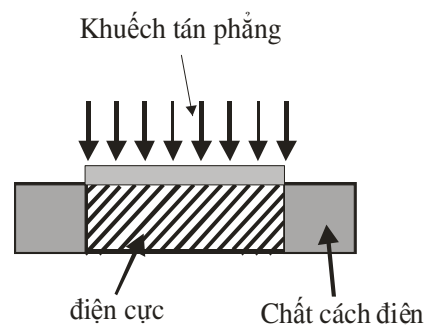
Hình 3.1 So sánh tín hiệu CV của các điện cực thường trong dung dịch $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ 5 mM, KCl 0,5 M ở tốc độ quét 25 mV/s khi có và không hoạt hóa. (a) GC (b) Au

3.1.1.2 Nghiên cứu đặc tính Von-Ampe tuần hoàn trên các điện cực thường



Hình 3.2 Phổ đồ CV của các điện cực thường trong dung dịch $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ 5 mM / KCl 0,5 M ở các tốc độ quét khác nhau. (a) GC (b) Au.

Nghiên cứu được thực hiện trên các điện cực thường, bằng cách quét phổ CV với các tốc độ quét khác nhau: 5 mV/s, 25 mV/s, 50 mV/s và 100 mV/s trong dung dịch $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ 5 mM / KCl 0,5 M. Kết quả thu được trên Hình 3.2 cho



Hình 3.3 Mô tả sự khuếch tán phẳng ở điện cực kích thước lớn.

thấy, dòng pic thu được tăng dần khi tốc độ quét thế tăng, đặc trưng cho khuếch tán phẳng như mô tả trên Hình 3.3, nên đường Von-Ampe tuần hoàn thu được có dạng pic. Giá trị dòng đáp ứng tăng tỷ lệ thuận với căn bậc hai của tốc độ quét theo phương

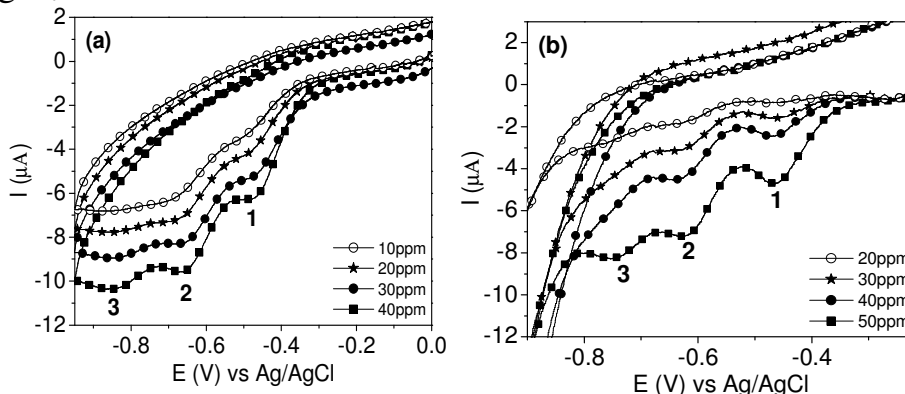
$$\text{trình Randles-Sevcik, (3.1): } I_p = (2,69 \cdot 10^5) n^2 A C D^{\frac{1}{2}} v^{\frac{1}{2}} \quad (3.1)$$

Trong đó, v là tốc độ quét thế, A là diện tích của điện cực, n là số điện tử trao đổi, C là nồng độ chất điện ly, D là hệ số khuếch tán.

3.1.2 Khảo sát tính chất điện hóa của TNT trên các điện cực thường

3.1.2.1 Khảo sát tín hiệu Von-Ampe của TNT trên các điện cực thường

Nghiên cứu được tiến hành bằng cách quét phổ CV của các điện cực thường trong dung dịch đệm phát phát, dung dịch làm việc được pha từ dung dịch gốc đến các nồng độ mong đợi.



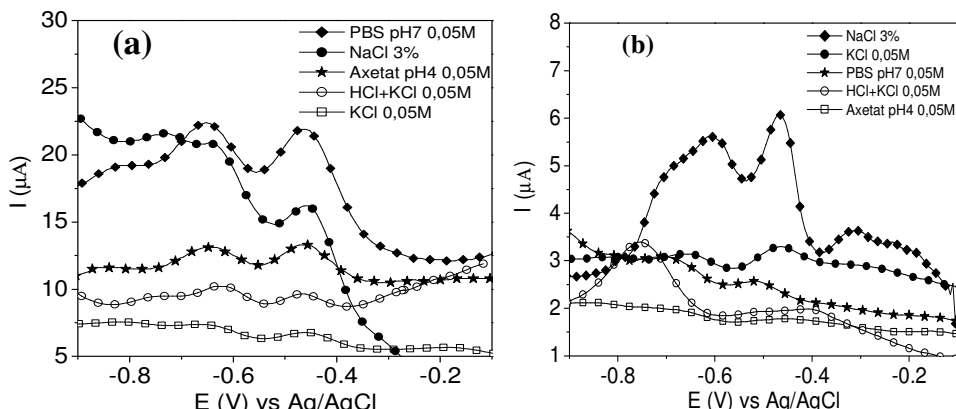
Hình 3.5 Tín hiệu CV của TNT trên điện cực các điện cực thường. (a) GC (b) Au.

Hình 3.5 cho thấy rõ ràng khi quét thế theo chiều khử từ 0 đến -1 V trên phổ đồ CV xuất hiện ba pic với các cường độ dòng khác nhau.

Với điện cực GC ba pic xuất hiện ở các khoảng thế -0,472 V; -0,665 V và -0,852 V (so với Ag/AgCl), trong khi đó với điện cực Au ba pic xuất hiện ở khoảng thế -0,469 V; -0,625 V và -0,752 V (so với Ag/AgCl), điều này phù hợp với công bố của tác nghiên cứu trên thế giới. Trong ba pic đó thì pic thứ nhất tại thế -0,47V là đặc trưng cho TNT, chỉ có TNT mới có và tỉ lệ tốt nhất với nồng độ TNT trong dung dịch nên có thể sử dụng nó để định lượng TNT có trong dung dịch.

Như vậy, cả hai điện cực đều cho tín hiệu pic với TNT ở các khoảng thế và cường độ dòng pic khác nhau phụ thuộc vào bản chất của vật liệu làm điện cực và diện tích bề mặt điện cực.

3.1.2.2 Khảo sát ảnh hưởng của dung dịch nền



Hình 3.6 Phổ đồ DPV của dung dịch TNT 30 ppm trong các dung dịch nền khác nhau, (a) GC (b) Au.

Các dung dịch điện ly được lựa chọn cho nghiên cứu bao gồm: KCl 0,05 M, KOH + KCl 0,05 M, HCl+KCl 0,05 M, đệm axetat 0,05 M, đệm phot phát (PBS) 0,05 M ở các pH khác nhau, NaCl 3 %. Kết quả trình bày trên Hình 3.6.

Mật độ dòng pic khử của TNT được tính toán từ phổ đồ DPV sau khi đã trừ nền được trình bày trong Bảng 3.1.

Bảng 3.1 Mật độ dòng pic khử của TNT 30 ppm trên các điện cực thường trong các dung dịch nền khác nhau.

Dung dịch nền	Mật độ dòng J ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)	
	GC	Au
Đệm axetat	0,389	-
KCl 0,05 M	0,108	0,098
KCl + HCl 0,05M	0,244	-
PBS 0,05 M pH 7	1,251	0,069
NaCl 3 %	1,110	0,402

Từ Bảng 3.1 cho thấy để thu được cường độ dòng pic lớn nhất cho phép đo thì dung dịch NaCl 3% và PBS 0,05 M pH 7 được lựa chọn làm dung dịch nền cho điện cực Au và điện cực GC tương ứng.

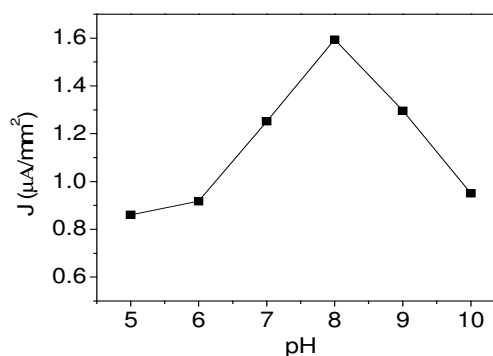
Ảnh hưởng của pH của PBS cũng được khảo sát bằng cách quét phổ DPV của dung dịch TNT nồng độ 30 ppm trong PBS với các giá trị pH khác nhau: pH = 5, 6, 7, 8, 9, 10. Kết quả được trình bày trên Bảng 3.2 và Hình 3.7 đã cho thấy khả năng phản ứng tăng dần từ pH=5 cho đến pH=8 sau đó lại giảm dần, trong các giá trị pH đã khảo sát thì ở pH=8 cho kết quả tốt nhất.

nhất.

Như vậy, từ các kết quả nghiên cứu ở trên dung dịch đệm phot phát pH=8 và NaCl 3% được lựa chọn làm dung dịch điện ly cho điện cực GC và điện cực Au tương ứng cho các nghiên cứu tiếp theo.

Bảng 3.2 Mật độ dòng ở các giá trị pH khác nhau của dung dịch PBS trên điện cực GC.

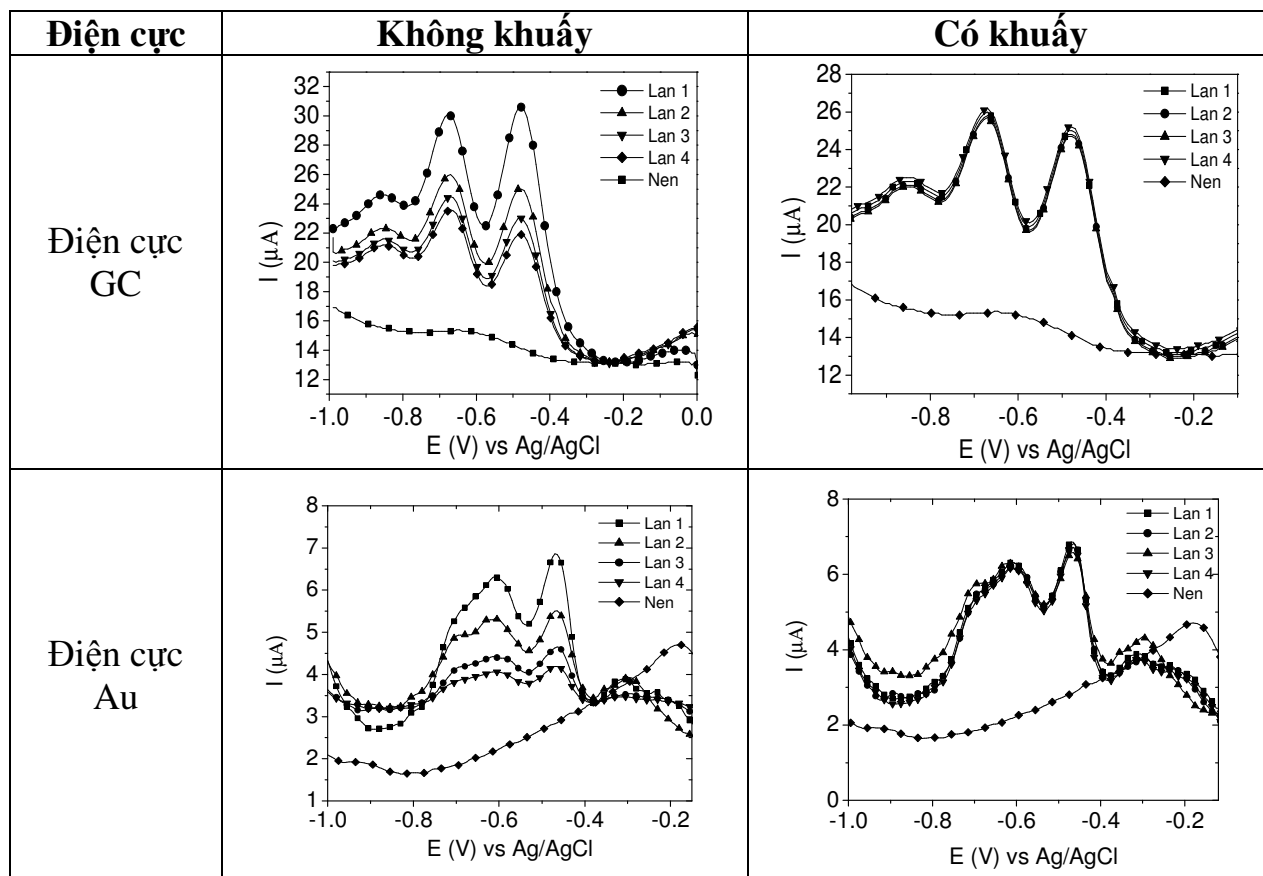
pH	Mật độ dòng J ($\mu\text{A}/\text{mm}^2$)
5	0,860
6	0,917
7	1,251
8	1,594
9	1,297
10	0,950



Hình 3.7 Sự phụ thuộc của mật độ dòng vào các giá trị pH khác nhau của điện cực GC trong PBS.

3.1.2.3 Khảo sát ảnh hưởng của sự khuếch tán TNT trong dung dịch trên điện cực thường

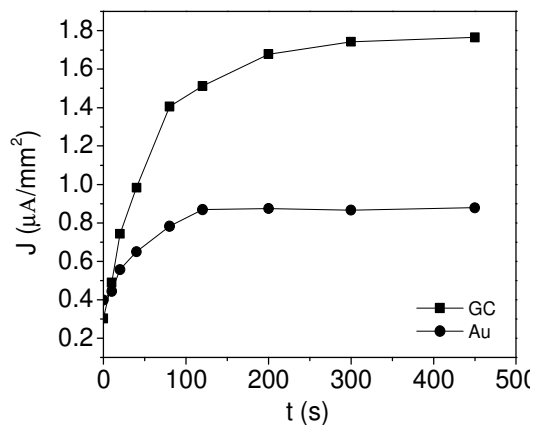
Phổ DPV được quét liên tục bốn lần trong các dung dịch nền đã chọn, mỗi lần cách nhau 10s trong điều kiện có khuấy và không khuấy, khoảng cách giữa các điện cực luôn được giữ cố định. Kết quả được trình bày trên Hình 3.8 cho thấy trong trường hợp có khuấy tín hiệu dòng thu được ổn định hơn. Do đó để đảm bảo tín hiệu Von-Ampe ổn định gần như không thay đổi thì trong các nghiên cứu tiếp theo dung dịch cần được khuấy đều trong quá trình đo.



Hình 3.8 Phổ đồ DPV của các điện cực thường trong điều kiện có khuấy và không khuấy.

3.1.2.4 Khảo sát ảnh hưởng của sự hấp phụ TNT trên bề mặt điện cực thường

Để khảo sát ảnh hưởng của sự hấp phụ TNT trên bề mặt các điện cực thường, phép đo được thực hiện bằng cách ngâm điện cực trong dung dịch TNT, với thời gian lần lượt là 0 s, 10 s, 20 s, 40 s, 80 s, 120 s, 200 s, 300 s và 450 s trong điều kiện khuấy liên tục trước mỗi phép đo. Sau đó quét phổ DPV của điện cực đã được hấp phụ TNT. Kết quả trình bày trên Hình 3.9 cho thấy, có sự tương đồng giữa điện cực GC và điện cực Au, lượng TNT hấp phụ tăng dần từ 0 s đến 200 s sau đó tăng chậm và bão hòa ở 450 s, kết quả này cũng phù hợp với một số nghiên cứu tương tự khác.



Hình 3.9 Đồ thị sự phụ thuộc của mật độ dòng pic vào thời gian hấp phụ của các điện cực thường.

Như vậy, để lượng TNT hấp phụ gần hết trên bề mặt điện cực và có lợi về mặt thời gian, thì 200s là thời gian hấp phụ TNT được lựa chọn cho điện cực thường.

3.1.2.5 Khảo sát độ lặp lại của các điện cực thường

Mỗi điện cực làm việc được đo lặp lại 10 lần trong một dung dịch điện li với một nồng độ TNT xác định. Kết quả khảo sát được trình bày trên Hình 3.10 và Bảng 3.3

Kết quả cho thấy, RSD của điện cực Au (4,01%) lớn hơn rất nhiều so với RSD của điện cực GC, điều đó cho thấy điện cực Au có độ nhạy kém ổn định hơn so với điện