

# Bestimmung des kritischen Potentials der Pb-Abscheidung an einer Pt-Elektrode

H. Hummrich, U. Rieth, J.V. Kratz  
 Institut für Kernchemie, Johannes Gutenberg-Universität Mainz

Um die elektrochemische Abscheidung von Spuren von Metallionen auf Fremdelektroden und eine mögliche Anwendung zur Abtrennung superschwerer Elemente eingehender zu untersuchen, wurden Experimente unter kontrollierten Potenzialbedingungen durchgeführt. Das Potenzial an der Arbeitselektrode wird mit Hilfe eines Potentiostaten auf einem vorgegebenen Sollwert relativ zu einer Ag/AgCl-Referenzelektrode gehalten. Die Zählelektrode (Pt) dient dazu, Ströme abzuleiten und so eine Polarisierung der Referenzelektrode zu verhindern.

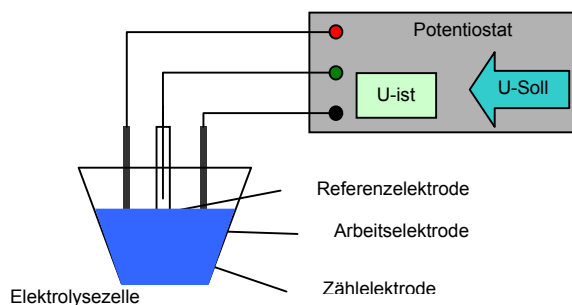


Abb. 1: Prinzip des potentiostatischen Regelkreises

Es wurde die Abscheidung von  $^{212}\text{Pb}$  aus 20 ml 0,1 M HCl an einer Pt-Kathode untersucht. Die Fläche der Pt-Elektrode betrug  $2\text{ cm}^2$ , eine Durchmischung erfolgte durch Einleiten von Stickstoff.

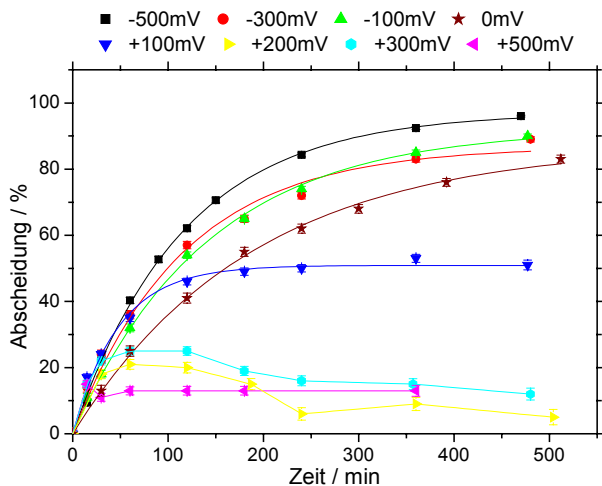


Abb. 2: Abscheidung als Funktion der Elektrolyse-dauer und des Elektrodenpotentials

Um den zeitlichen Verlauf der Abscheidung an der Kathode in-situ zu messen, verwendete Joliot bei Experimenten mit Po Proportionalzähler, die sich unmittelbar hinter der Elektrode befanden [1]. Da eine  $^{212}\text{Pb}$ -Lösung immer auch durch Tochteraktivitäten verunreinigt ist, musste im vorliegenden Experiment anders vorgegangen werden. Es wurde die

Abnahme der  $^{212}\text{Pb}$ -Aktivität in der Lösung während der Elektrolyse gemessen. Die Abscheideversuche wurden bei verschiedenen Elektrodenpotenzialen durchgeführt (Abb. 2). Da die Steigung der Kurven unterschiedlich ist, wird erst nach mehrstündiger Elektrolysedauer ein Zusammenhang zwischen Abscheidung und Potenzial sichtbar, eine zu kurze Experimentierdauer würde zu Fehlern führen. Die Kurven nähern sich einer maximalen Abscheidung, die nach Joliot [1] berechnet werden kann.

Die maximale Abscheidung als Funktion des Elektrodenpotentials (Abb. 3) liegt bei hohen Potenzialen bei wenigen Prozent, steigt dann sprunghaft an und nähert sich 100%. Das „kritische Potenzial“ kann durch Anlegen von Tangenten wie dargestellt, erhalten werden. In diesem Experiment wurde ein Wert von 190 mV (bezogen auf Ag/AgCl) ermittelt.

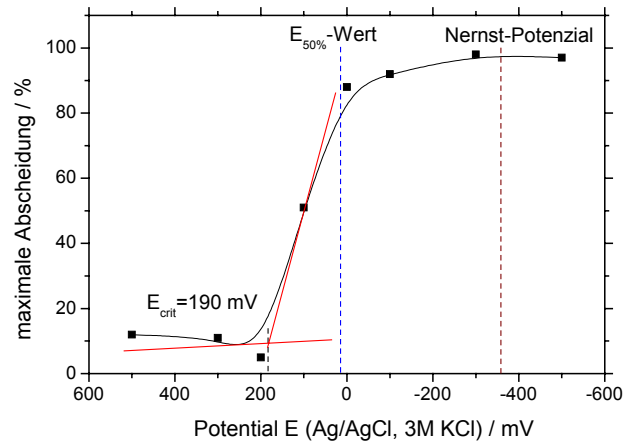


Abb.3: Bestimmung des kritischen Potentials für  $^{212}\text{Pb}$  an Pt

Im Vergleich dazu kommen Ziv et al. für die Abscheidung von  $^{212}\text{Pb}$  an Pt aus 1M  $\text{HNO}_3$  zu einem kritisches Potenzial von 255 mV [2]. Eichler und Kratz errechnen aus physikalischen Konstanten einen  $E_{50\%}$ -Wert von 10 mV für die Abscheidung von Pb an Pt [3].

In zukünftigen Experimenten werden durch Einsatz einer Micro-Bezugselektrode mit  $450\text{ }\mu\text{m}$  Durchmesser Elektrolysen in sehr kleinen Volumina ( $100\text{ }\mu\text{l}$ ) möglich, was zu einer starken Beschleunigung der Abscheidung führen sollte. Außerdem ist geplant, gemessene kritische Potentiale mit cyclovoltammetrischen Messungen von Unterpotenzialverschiebungen zu vergleichen.

[1] F. Joliot, J. Chim. Phys. **27**, 119 (1930)  
 [2] D.M. Ziv, G.M. Sukhodolov, V.F. Fateev, L.I. Lastochin, Radiochemistry **8**, 182 (1966)  
 [3] B. Eichler, J.V. Kratz, Radiochimica Acta **88**, 475 (2000)