

KfK 4299  
August 1987

# **Strippingvoltammetrische Bestimmung von Technetiumspuren mit Hilfe einer TOPO-beschichteten Glaskohlenstoffelektrode**

J. M. Torres Llosa, H. Ruf, K. Schorb, H. J. Ache  
Institut für Radiochemie  
Projekt Wiederaufarbeitung und Abfallbehandlung

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Radiochemie

Projekt Wiederaufarbeitung und Abfallbehandlung

KfK 4299

PWA-38/87

Strippingvoltammetrische Bestimmung von Technetiumspuren  
mit Hilfe einer TOPO-beschichteten Glaskohlenstoffelektrode

J.M. Torres Llosa, H. Ruf, K. Schorb und H.J. Ache

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH, KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## Strippingvoltammetrische Bestimmung von Technetiumspuren mit Hilfe einer TOPO-beschichteten Glaskohlenstoffelektrode

### Zusammenfassung

Es wird ein strippingvoltammetrisches Verfahren für die Technetiumbestimmung beschrieben, bei welchem die Anreicherung des Radioelementes nicht durch Elektrolyse, sondern durch Komplexbildung mit Tri-n-octylphosphinoxid, in dünner Schicht auf einer Glaskohlenstoffelektrode aufgetragen, aus 3 M HCl-saurer Lösung erfolgt. Bei der sich anschließenden DP-voltammetrischen Messung wird die bei etwa 0 Volt einsetzende Elektrodenspannung in Richtung negativer Potentiale verändert. Der von Pertechetat hierbei verursachte Strippingpeak befindet sich bei -350 mV (vs. Ag/AgCl). Die mit einer Anreicherungszeit von 10 Minuten erreichte untere Nachweisgrenze liegt bei  $1,8 \times 10^{-8}$  Mol Tc/Liter. Da in unmittelbarer Nähe zu genannter Peaklage auch Tc-IV ein strippingvoltammetrisches Signal liefert, ist eine genaue Bestimmung von Tc-VII neben Tc-IV nicht ohne weiteres möglich. Uranmengen, die die vorliegenden Technetiummengen übersteigen, stören die Bestimmung. Da nur wenige andere Elemente in stark saurem Milieu mit Tri-n-octylphosphinoxid reagieren, ist die Bestimmung weitgehend selektiv.

## Stripping Voltammetric Assay of Technetium Traces with the Aid of a TOPO Modified Glassy Carbon Electrode

### Abstract

A stripping voltammetric procedure for the analytical assay of technetium traces is described, in which enrichment of the radioelement is not achieved by electrolysis, but by complex formation with tri-n-octylphosphineoxide (TOPO) covering the surface of a glassy carbon electrode. The deposition is best performed with 3 M HCl solutions. In a subsequent cathodic DP mode polarization starting from zero V, a distinct reduction peak appears at -350 mV (vs. Ag/AgCl) if pertechnetate is present in the solution. After 10 minutes of enrichment  $1,8 \times 10^{-8}$  moles of Tc per liter still furnish a signal which can be well utilized. A DP voltammetric stripping signal is also generated by Tc-IV with a peak potential more negative by about 50 mV as compared with the Tc-VII signal. On account of the too narrow peak distance simultaneous precise recording of Tc-IV and Tc-VII is not easily possible. Uranium amounts surpassing those of the technetium present interfere. Since only a few elements react with TOPO in strongly acid media, the determination is rather selective.



## Einleitung

Es war das Ziel der im folgenden beschriebenen Untersuchungen, mit Hilfe der empfindlichen Methode der Strippingvoltammetrie unter Verwendung einer chemisch modifizierten, möglichst selektiv ansprechenden Arbeitselektrode sehr niedrige Technetiumkonzentrationen (von etwa  $10^{-8} \text{ Mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) analytisch zu erfassen. Das Hauptaugenmerk galt dabei dem zumeist vorliegenden Tc-VII, der beständigsten Oxidationsstufe des Radioelementes, wobei gewiß auch die Möglichkeit der Unterscheidung von dem in Analysenproben nicht selten gleichzeitig anwesenden Tc-IV sondiert werden sollte.

Eine diesbezüglich vielversprechende Art der Elektrodenmodifizierung schien die Beschichtung einer Glaskohlenstoffelektrode (GCE) mit Tri-n-octylphosphinoxid (TOPO) zu sein, welche sich bereits bei Uranbestimmungen in Meerwasserproben bewährte, ohne daß es hierbei eines zusätzlichen Trennschrittes bedurfte /1,2/. Ähnlich dem Uran nämlich bildet bekanntlich auch das Technetium mit TOPO einen aus Salzsäurelösungen extrahierbaren stabilen Komplex /3/, dem die Zusammensetzung  $\text{HTcO}_4 \cdot 2(\text{TOPO})$  zugeschrieben wird /4/.

Die nach dieser Überlegung grundsätzlich bestehende Möglichkeit auch der Technetium-Anreicherung an einer mit TOPO beschichteten GCE (TOPO-GCE) ohne Elektrolyse aus chloridhaltigen sauren Lösungen sollte sich im Prinzip wie beim Uran zu strippingvoltammetrischen Bestimmungen ausnutzen lassen.

## Experimentelles

Als Polarograph diente das Metrohm-Fabrikat Polarecord E 506 mit dem VA-Meßstand 663 sowie dem einen halbautomatischen Analysenablauf ermöglichenden VA-Controller E 608. Potential-Bezugssystem war die verwendete Ag/AgCl-Elektrode. Die Hilfselektrode bestand aus einem Stab aus Glaskohlenstoff.

Zwecks der Realisierung jeweils vorgesehener Anreicherungszeiten modifizierten wir die am VA-Stand 663 bestehende Elektrodenkonstruktion durch Anbringen eines einfachen Handgriffes, mit dem die Elektrode ohne Beeinträchtigung der in der Meßzelle herrschenden Inertgasatmosphäre nach Bedarf in die Meßlösung eingetaucht bzw. aus dieser wieder entfernt werden kann.

Die notwendige Umwälzung der Meßlösung während des Anreicherungs Vorganges wie auch bei der Entlüftung der Zelle besorgt ein Magnetrührsystem.

Zur Präparierung der Arbeitselektrode wird eine als Substrat fungierende Scheibenelektrode aus Glaskohlenstoff nacheinander mit entionisiertem Wasser, 1 N-HCl und wiederum mit Wasser vorgereinigt, danach schließlich mit auf einem Poliertuch befindlichem Aluminiumpulver (Korndurchmesser 0,3  $\mu\text{m}$ ) poliert. Nach Abspülen des Poliermaterials mittels Wasser wird auf die trockene Elektrodenfläche ein Volumen von 10  $\mu\text{l}$  einer  $5 \times 10^{-3}$ -molaren ethanolischen TOPO-Lösung pipettiert. Die Hauptmenge des Lösungsmittels verdunstet an der Luft ohne Zutun binnen weniger Minuten. Die vollständige Trocknung erfolgt dann während eines dreiminütigen Erhitzens der Elektrode unter einer IR-Lampe, wonach das aufgetragene TOPO (Fp. 52 - 55  $^{\circ}\text{C}$ ) als Schmelze vorliegt. Nach dem Eintauchen der erkalteten Elektrode mit ihrem nunmehr erstarrten Reagenzfilm in eine Tc-freie 3 M HCl-Lösung weist erstere in der Regel etwas erhöhte Blind-Stromwerte auf, die sich aber durch wiederholtes Polarisieren der Elektrode zwischen 0 und -0,9 V auf einen konstanten Minimalwert reduzieren lassen. Die wünschenswerte gleichmäßige Verteilung des TOPO auf der GCE, die unter dem Mikroskop zu erkennen ist, erreicht man durch Eindampfen des aufgesetzten Lösungstropfens am besten unter Rotieren der Elektrode.

Zwecks der nach jeweils ca. 15 Einsätzen zu empfehlenden Elektrodenregenerierung wird die alte TOPO-Schicht mit Aceton heruntergelöst und die Elektrode erneut der beschriebenen Prozedur unterworfen.

Die bereits von geringen Luftsauerstoffmengen verursachte erhebliche Störung der Bestimmung macht das Durchleiten eines Inertgasstromes auch während der Messungen nötig.

Die benutzte Salzsäure war vom Reinheitsgrad "suprapur" (Merck). Verdünnt wurde diese ausschließlich mit entionisiertem Wasser. Das verwendete, nicht eigens nachgereinigte TOPO-Produkt bezogen wir von Fluka. Der vom Hersteller angegebene Reinheitsgrad betrug 98,7 %.

Als Technetium-Isotop stand das von Amersham-Buchler als Ammoniumpertechnetat gelieferte langlebige Tc-99 ( $T_{1/2} = 2,15 \times 10^5 \text{ a}$ ) zur Verfügung. Technetium der Oxidationsstufe +IV wurde durch elektrolytische Reduktion von Tc-VII in 6 M HCl nach /5/ hergestellt.

## Ergebnisse und Diskussion

Angesichts der bekannten Gegebenheit, daß der Verteilungskoeffizient für Tc-VII im TOPO-HCl-System bei ca. 3 M HCl seinen maximalen Wert von etwas mehr als 100 hat /3/, was einem Übergang von mindestens 99 % des Technetiums in die organische Phase entspricht, lag es nahe, die Anreicherung eben aus 3 M HCl-sauren Technetiumlösungen zu versuchen.

Wie bereits im Zusammenhang mit der Uranbestimmung berichtet wurde /1,2/, war allerdings besonders darauf zu achten, daß die Meßlösungen völlig frei von Sauerstoff-Gas sind, da in jedem Fall dieses die Messungen an der TOPO-GCE beträchtlich stört.

Die Experimente mit dem Technetium selbst haben nun gezeigt, daß die erstrebte Akkumulierung desselben nach dem skizzierten Prinzip aus genügend HCl-sauren Lösungen in der Tat gelingt /6/. Erhält man doch mittels der TOPO-GCE nach einem nur drei Minuten dauernden Kontakt mit Lösungen schon sehr geringer Pertechnetatkonzentrationen ein diskretes und zudem relativ starkes stripping-voltammetrisches Signal. Das Potential des bei Anwendung der DP-Meßtechnik als Peak in Erscheinung tretenden Signals liegt bei etwa -350 mV. Letzteres entsteht nach beendeter Anreicherung im Verlauf eines bei etwa 0 Volt zu beginnenden, nach negativen Potentialen gerichteten Spannungsvorschubs. An Tc-VII-Lösungen verschiedener Konzentrationen auf diese Weise registrierte Strippingvoltammogramme zeigt Abb. 1. Wie der aus den gemessenen Signalthöhen und den jeweils vorgelegten Technetiummengen berechnete Korrelationskoeffizient von  $R = 0,9987$  erkennen läßt, besteht zwischen deren Werten eine für Eichzwecke sich gut eignende lineare Beziehung (siehe Abb. 2).

In Bestätigung des an der TOPO-GCE wirkenden zeitabhängigen Anreicherungs-effektes erhöht sich das erwähnte analytische Technetiumsignal mit Verlängerung der Anreicherungszeit zunächst linear (siehe Abb. 3). Bei ausgedehnteren Reaktionszeiten freilich wird diese Signalthöhenzunahme deutlich schwächer (an einer  $10^{-7}$  M Pertechnetatlösung ab etwa 25 Minuten), worin sich wohl die begrenzte Kapazität der aktiven Elektrodenfläche manifestiert.

Daß es wirklich die auf der eingesetzten Elektrode befindliche TOPO-Schicht ist, welche bei der Fixierung des Technetiums die entscheidende Rolle spielt, geht aus Abb. 4 hervor. Ohne TOPO findet an der spannungslosen GCE erwartungsgemäß

überhaupt keine Anreicherung statt, während mit zunehmender TOPO-Schichtdicke der erzielbare Anreicherungsgrad in starkem Maße erhöht wird. Wesentlich mehr als 15 µl der verwendeten TOPO-Lösung zur Modifizierung der GCE vorzulegen, erscheint aufgrund zu befürchtender Leitfähigkeitseinbußen nicht ratsam.

Führt man zwecks Vergrößerung des Nachweisvermögens die Messungen mit eingestellten hohen Stromempfindlichkeiten aus ( $10^{-9}$  A pro mm Registrierung), so ergibt sich schon an der technetiumfreien Grundlösung mit den von uns verwendeten Reagenzien just im interessierenden Potentialbereich ein nennenswerter Anstieg der voltammetrischen Grundlinie (siehe Abb. 5). Weder durch sorgfältiges Reinigen des Meßgefäßes (mit  $\text{HNO}_3$  "suprapur") noch durch gründliches Entlüften der Probenlösung konnte dieser vermieden werden, weshalb dessen Ursache vielleicht im TOPO-Präparat liegen dürfte. Nichtsdestoweniger kommt der für das Technetium maßgebende Peak bei erträglichen Anreicherungszeiten (etwa 10 Minuten) schon ab einer Konzentration von etwa  $1,8 \times 10^{-8}$  Mol · L<sup>-1</sup> aufwärts neben dem erhöhten Untergrund klar und auch analytisch auswertbar zum Vorschein.

Wie weitere mittels der DP-Meßtechnik durchgeführte Experimente gezeigt haben, arbeitet man zur Erlangung hoher Nachweisempfindlichkeiten am besten mit einer möglichst großen Pulsamplitude (siehe Abb. 6). An den in unserem Laboratorium verfügbaren Polarographen betragen die wählbaren maximalen Pulsamplituden  $\pm 100$  bzw.  $\pm 250$  mV.

Als optimale Spannungsvorschubgeschwindigkeit erweist sich nach den in Abb. 7 dargestellten Versuchsergebnissen eine solche von etwa  $60 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .

Welche elektrochemische Reaktion des Tc-VII dem aufgefundenen Analysensignal zugrunde liegt, wurde bis jetzt nicht untersucht. Hinsichtlich mittels Quecksilberelektroden an sauren Pertechnetatlösungen bislang registrierter polarographischer Stufen existieren einander widersprechende Angaben. Dies gilt auch für Messungen in 4 M HCl, die keine übereinstimmenden Spitzenpotentiale, im Gegensatz zu unseren Resultaten jedoch stets zwei Stromspitzen ergaben. Colton et al. /7,8/ wie auch Floss et al. /9/ berichten über eine bei -0,47 V liegende erste, sowie über eine bei -0,63 V liegende zweite Spitze, die sie auf die Übergänge Tc-VII → Tc-VI bzw. Tc-VI → Tc-IV zurückführen. Magee et al. /10/ fanden in 4 M HCl die erste Stufe des Pertechnetats bei -0,1 V und die zweite bei -0,30 V, machen betreffs einer Zuordnung indes keine Angaben. Andere Autoren /11/ nehmen Bezug auf ein mit Pertechnetat in 0,5 M (KCl + HCl) bei -0,25 V registriertes Signal und bringen dieses mit dem Übergang Tc-VII → Tc-III in Verbindung.

In Anbetracht des bestehenden Interesses für Verfahren zur einfachen analytischen Unterscheidung zwischen simultan anwesendem Tc-IV und Tc-VII erhob sich desweiteren die Frage nach dem Verhalten von Tc-IV and der TOPO-GCE. Immerhin ist von einer Extrahierbarkeit auch des Tc-IV mit TOPO berichtet worden /12/. Wie im Einklang damit festzustellen ist, läßt sich an besagter Elektrode tatsächlich auch Tc-IV anreichern, wobei anschließend ebenfalls ein voltammetrischer Peak registriert wird. Das Potential dieses Peaks weicht aber von dem des Tc-VII nur geringfügig ab, so daß eine einwandfreie Erfassung beider Spezies auf diesem Wege Schwierigkeiten bereitet (siehe Abb. 8). Das Signal mag vom Übergang Tc-IV  $\rightarrow$  Tc-III herrühren, den Love und Greendale /13/ für das an der Quecksilberelektrode in sauren Tc-IV-Lösungen ermittelte Halbstufenpotential von -300 mV verantwortlich machen. Zur Erhellung des Störungsmaßes vorgenommene Messungen an Tc-IV-Lösungen, die mit unterschiedlichen Tc-VII-Mengen versetzt waren, erbrachten die in Abb. 9 wiedergegebenen Strippingvoltammogramme, die in günstigen Fällen wenigstens noch eine grobe Abschätzung der Tc-IV- und Tc-VII-Anteile möglich erscheinen lassen.

Uran, zu dessen Bestimmung das in vorliegender Arbeit in Anspruch genommene Verfahrenskonzept von anderen Autoren zuerst benutzt worden ist, verursacht unter den angewandten experimentellen Bedingungen einen bei -480 mV auftretenden Stripping-Peak /1,2/. Wenn auch der zwischen den Peaklagen für Uran und Tc-VII bestehende Unterschied nur mäßig ist, sollte die von kleineren Urangehalten ausgehende Beeinträchtigung nicht gravierend sein. Hingegen lassen stark überwiegende Urangehalte eine Technetiumbestimmung mit der TOPO-GCE nicht zu (siehe Abb. 10).

Nach den in Abb. 11 dargestellten Befunden ist auch dann mit einer Störung durch das Uran zu rechnen, wenn es sich zusammen mit Tc-IV in der Probe befindet, wobei, vermutlich infolge gegenseitiger Einflußnahmen, Verschiebungen der Peakpositionen eintreten.

Mit Ausnahme einiger weiterer, mit TOPO nach /3/ aus stark sauren Lösungen extrahierbaren Metalle, wie Fe, Mo, Zn, Zr, Nb und Sn-IV wird die hier erörterte Technetiumbestimmung kaum von anderen Elementen gestört, was wohl auch dem Umstand zu verdanken ist, daß bei der benutzten Anreicherungsart eine Elektrolysespannung entfällt.

Die aufgezeigte empfindliche Analysenmethode kommt nicht zuletzt der aktuell gewordenen Untersuchung von Lösungen zugute, die beim prophylaktischen Studium der Auswaschfestigkeit des Technetiums anlässlich der Einwirkung von Chloridsalzlösungen auf verglasten, für die Tief Lagerung in Salzbergwerken vorgesehenen Nuklearwaste anfallen. Zu einer erfolgreichen Tc-Akkumulierung der beschriebenen Art bedarf es nach Ergebnissen entsprechender Nachprüfungen auch bei konzentrierteren Chloridlösungen immer eines ausreichend hohen Säuregehaltes, ohne den der bereits genannte protonenhaltige, für den Anreicherungs effekt wahrscheinlich verantwortliche Komplex  $\text{HTcO}_4 \cdot 2$  (TOPO) offenbar nicht gebildet wird.

Literatur

- /1/ K.H. Lubert, M. Schnurrbusch, A. Thomas: Anal. Chim. Acta, 144, 123/36 (1982).
- /2/ K. Izutsu, T. Nakamura, T. Ando: Anal. Chim. Acta 152, 285/8 (1983)
- /3/ T. Ishimori, E. Nakamura: JAERI 1047 (1963).
- /4/ G.E. Boyd, Q.V. Larson: J. Phys. Chem. 64, 988 (1960).
- /5/ G.A. Mazzocchin, F. Magno, U. Mazzi, R. Portanova: Inorg. Chim. Acta, 3, 263 (1974).
- /6/ J.M. Torres Llosa: Diplomarbeit, Universität Karlsruhe (1987).
- /7/ R.C. Colton, J. Dalziel, W.P. Griffith, G. Wilkinson: Nature 183, 1755 (1959).
- /8/ R.C. Colton, J. Dalziel, W.P. Griffith, G. Wilkinson: J. Chem. Soc., London, 1960, 71/8.
- /9/ J.G. Floss, A.V. Grosse: J. Inorg. Nucl. Chem. 9, 318/9 (1959).
- /10/ R.J. Magee, I.A.P. Scott, C.L. Wilson: Talanta 2, 376/9 (1959).
- /11/ G.B.S. Salaria, C.L. Rulfs, P.J. Elving: J. Chem. Soc., London 1963, 2479/84.
- /12/ M. Jowtscheff, H. Koch: Isotopenpraxis 12 (9) 314 (1976).
- /13/ D.L. Love, A.F. Greendale: Anal. Chem. 32, 780/6 (1960).

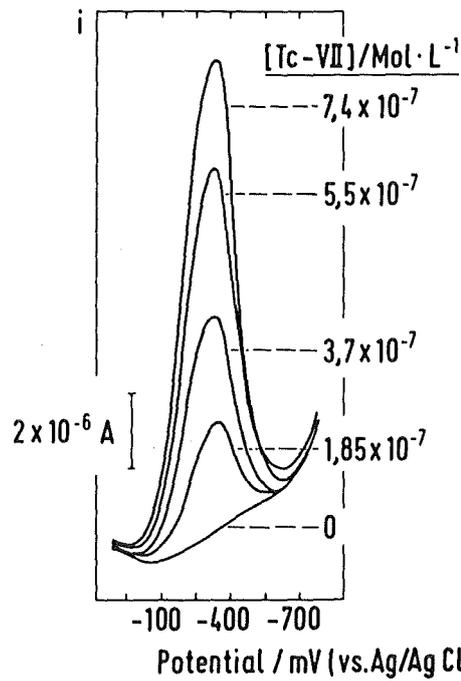


Abb. 1

Mit Hilfe der TOPO-GCE nach Anreicherung ohne Elektrolysespannung an  $\text{TcO}_4^-$ -Lösungen unterschiedlicher Konzentrationen registrierte DP-Strippingvoltammogramme.

Grundlösung: 3 M HCl; Anreicherungszeit: 200 s; Pulsamplitude: -250 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $10 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .

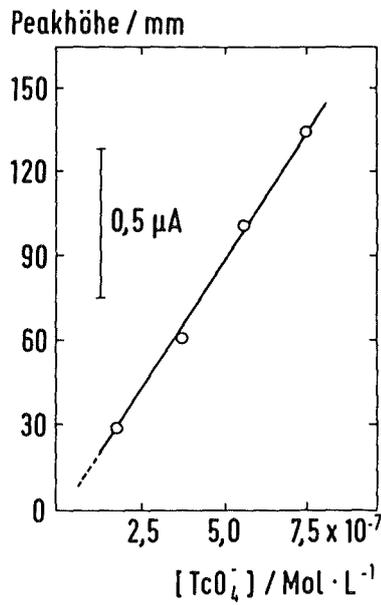


Abb. 2

Höhe des mit Hilfe der TOPO-GCE nach Anreicherung ohne Elektrolysespannung registrierten DP-strippingvoltammetrischen Signals in Abhängigkeit von der  $\text{TcO}_4^-$ -Konzentration.

Grundlösung: 3 M HCl; Anreicherungszeit: 200 s; Pulsamplitude: -250 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $10 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .

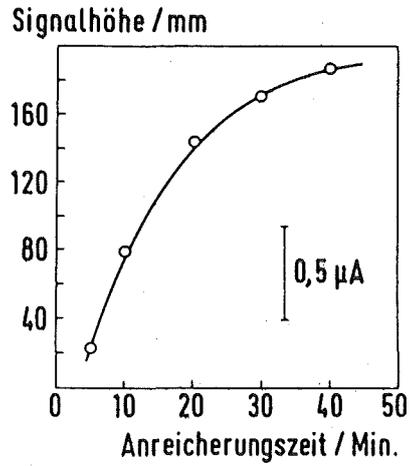


Abb. 3

An der TOPO-GCE registrierte DP-strippingvoltammetrische Tc-Signalthöhen bei -350 mV (vs. Ag/AgCl) in Abhängigkeit von der Anreicherungszeit. Tc-VII-Konzentration:  $10^{-7}$  Mol  $\cdot$  L $^{-1}$ ; Pulsamplitude: -100 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit: 15 mV  $\cdot$  s $^{-1}$ .

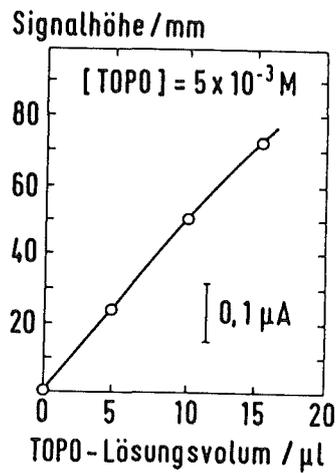


Abb. 4

Abhängigkeit der Höhe des DP-strippingvoltammetrischen Tc-Signals von der zur Modifizierung auf die GCE aufgetropften TOPO-Lösungsmenge. TOPO-Konz.:  $5 \times 10^{-3}$  Mol  $\cdot$  L $^{-1}$ ; Tc-Konz.:  $3,6 \times 10^{-8}$  Mol  $\cdot$  L $^{-1}$ ; Anreicherungszeit: 10 Min.; Pulsamplitude: -100 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit: 15 mV  $\cdot$  s $^{-1}$ .

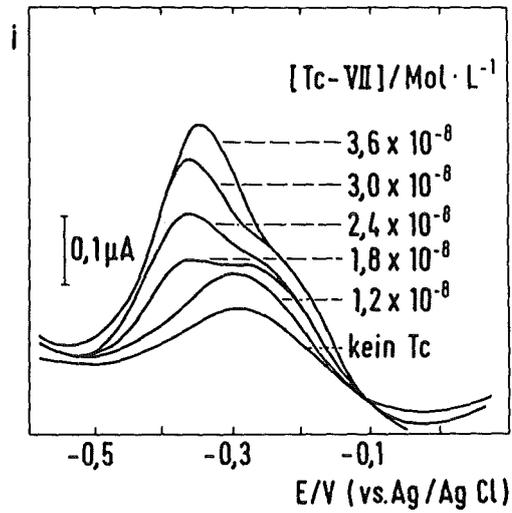


Abb. 5

Mittels der TOPO-GCE erhaltene DP-Strippingvoltammogramme stark verdünnter Tc-Lösungen verschiedener Konzentrationen.  
Anreicherungszeit: 10 Min.; Pulsamplitude: -100 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $15 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .

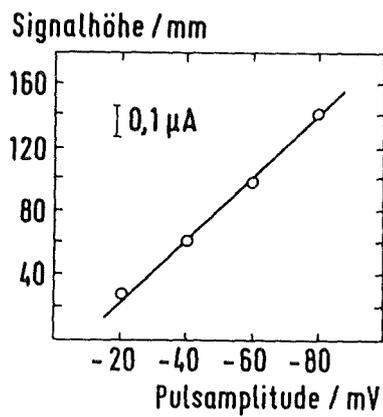


Abb. 6

Abhängigkeit der Höhe des mit Hilfe der TOPO-GCE registrierten DP-strippingvoltametrischen Tc-Signals bei -350 mV (vs. Ag/AgCl) von der bei der Messung verwendeten Pulsamplitude.

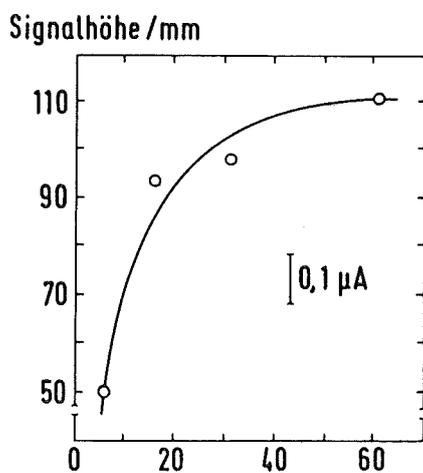


Abb. 7 Spannungsvorschubgeschw. / mV · s<sup>-1</sup>

Abhängigkeit der mittels der TOPO-GCE gemessenen Höhe des DP-stripping-voltammetrischen Tc-Signals von der Spannungsvorschubgeschwindigkeit.  
Tc-Konzentration:  $1,2 \times 10^{-7}$  M; Anreicherungszeit: 10 Min.; Pulsamplitude: -100 mV.

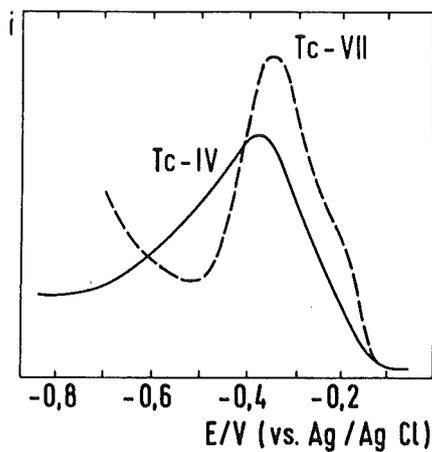


Abb. 8

An Tc-IV- und Tc-VII-Lösungen mittels der TOPO-GCE registrierte DP-Strippingvoltammogramme mit den für beide Spezies beobachteten Peak-Lagen.

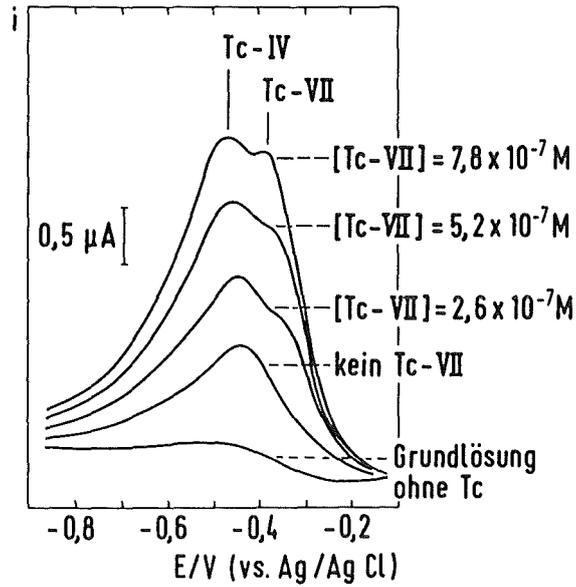


Abb. 9

Mit Hilfe der TOPO-GCE registrierte DP-Strippingvoltammogramme einer  $6 \times 10^{-7} M$  Tc-IV-Lösung mit unterschiedlichen Tc-VII-Zusätzen. Anreicherungszeit: 5 Min.; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $15 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ ; Pulsamplitude:  $-100 \text{ mV}$ .

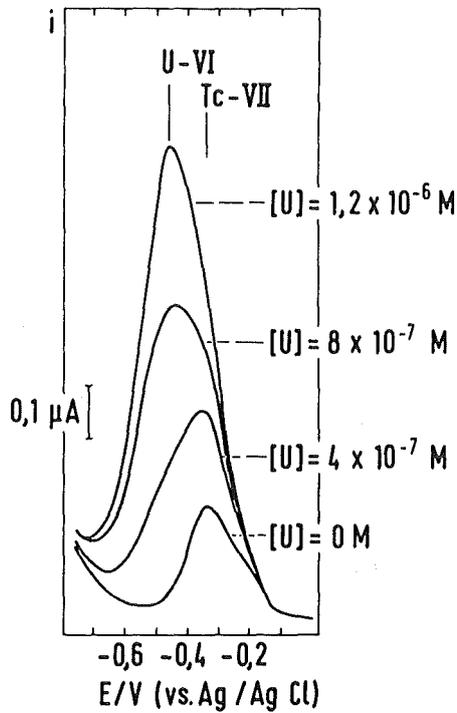


Abb. 10

DP-Strippingvoltammogramme einer  $3,6 \times 10^{-8} M$   $\text{TcO}_4^-$ -Lösung mit unterschiedlichen Uran-VI-Gehalten. Anreicherungszeit: 10 Min.; Pulsamplitude:  $-100 \text{ mV}$ ; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $15 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .

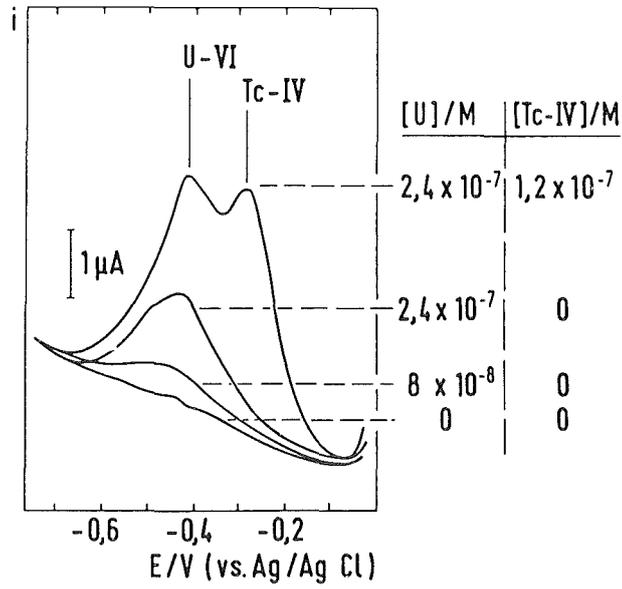


Abb. 11

An der TOPO-GCE registrierte DP-Strippingvoltammogramme von Lösungen mit unterschiedlichen Tc-IV- und U-VI-Gehalten.  
Anreicherungszeit: 10 Min.; Pulsamplitude: -100 mV; Spannungsvorschubgeschwindigkeit:  $15 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ .