

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 21613:2017

(U, Pu)O₂-Pulver und gesinterte Pellets - Bestimmung von Chlor und Fluor (ISO 21613:2015)

(U, Pu)O₂ Powders and sintered pellets -
Determination of chlorine and fluorine
(ISO 21613:2015)

Poudres et pastilles frittées (U,Pu)O₂ -
Détermination du chlore et du fluor (ISO
21613:2015)

10/2017



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 21613:2017 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 21613:2017 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

Deutsche Fassung

(U, Pu)O₂-Pulver und gesinterte Pellets - Bestimmung von Chlor und Fluor (ISO 21613:2015)

(U, Pu)O₂ Powders and sintered pellets - Determination of chlorine and fluorine (ISO 21613:2015)

Poudres et pastilles frittées (U,Pu)O₂ - Détermination du chlore et du fluor (ISO 21613:2015)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 13. September 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Kurzbeschreibung.....	5
4 Reagenzien.....	5
5 Ausrüstung.....	8
5.1 Standard-Laboraüstung.....	8
5.5 Ionenanalysemessung mit selektiver Elektrodenausrüstung.....	9
5.6 Chromatographiesystem zum Ionenaustausch.....	9
5.7 Mörser.....	9
6 Durchführung des Verfahrens.....	10
6.1 Probe-Pyrohydrolyse.....	10
6.1.1 Blindprüfung.....	10
6.1.2 (U,Pu)O ₂ -Pulverprobe.....	10
6.1.3 (U,Pu)O ₂ -Pelletprobe.....	10
6.1.4 Pyrohydrolyse.....	10
6.2 Messung von Pyrohydrolyselösungen.....	12
6.2.1 Messung mittels einer selektiven Elektrode.....	12
6.2.2 Messung durch ionische Chromatographie.....	13
6.3 Darstellung der Prüfergebnisse.....	13
6.3.1 Berechnung.....	13
6.3.2 Validierungsgrenzen.....	14
6.3.3 Bestimmungsgrenzen.....	15
6.3.4 Bestimmungsunsicherheit.....	15
7 Prüfbericht.....	15
Literaturhinweise.....	16

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 21613:2015 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies and radiological protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21613:2017 durch das Technische Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21613:2015 wurde von CEN als EN ISO 21613:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 85 *Nuclear energy, nuclear technologies and radiological protection*, Unterkomitee SC 5 *Nuclear fuel cycle*.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Chlor und Fluor in $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ -Pulvern und gesinterten Pellets. Es ist für die Analyse von Proben anwendbar, die $5 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ bis $50 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ Chlor und $2 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ bis $50 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ Fluor enthalten.

Für UO_2 -Pulver und gesinterte Pellets, siehe ISO 22875.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 22875, *Nuclear energy — Determination of chlorine and fluorine in uranium dioxide powder and sintered pellets*

ISO 9892, *Uranium metal, uranium dioxide powder and pellets, and uranyl nitrate solutions — Determination of fluorine content — Fluoride ion selective electrode method*

3 Kurzbeschreibung

Die Proben werden bei $850 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $1\,000 \text{ }^\circ\text{C}$ in einem röhrenförmigen Ofen mit Dampf oder feuchtem Sauerstoff pyrohydrolysiert. Chlor und Fluor werden als halogenierte Säuren eingeschlossen und in einer wässrigen Lösung mitgeführt. Chlorid- und Fluorid-Ionen werden mithilfe selektiver Elektroden oder einem anderen geeigneten Verfahren, zum Beispiel ionischer Chromatographie, gemessen.

4 Reagenzien

Es werden nur Reagenzien von anerkannter Analysequalität genutzt.

4.1 Deionat, es wird empfohlen, mindestens die Qualität 1 nach ISO 3696 einzuhalten.

4.2 Wasserfreies Natriumchlorid (NaCl), Analysequalität.

4.3 Wasserfreies Natriumfluorid (NaF), Analysequalität.

4.4 Konzentrierte Natriumhydroxidlösung, $w(\text{NaOH}) = 32 \%$, relative Dichte ungefähr $1,35 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$.

Es wird eine konzentrierte Natriumhydroxidlösung (4.4) verwendet, um Natriumhydroxidlösungen vorzubereiten (4.4.1, 4.4.2 und 4.4.3). Konzentrationen von Lösungen (4.4.1, 4.4.2 und 4.4.3) sind Beispiele für Bezugslösungen, die für die Anwendung geeignet sind.

4.4.1 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

Dieses Reagenz kann auch auf verschiedene Arten mithilfe von festem Natriumhydroxid hergestellt werden.

Das Verfahren kann zum Beispiel wie folgt sein.

460 ml konzentrierte Natriumhydroxidlösung (4.4) werden in einen 1 000-ml-Messkolben gegossen, mithilfe von Deionat (4.1) bis zur Markierung verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.

Dieses Reagenz kann auch durch Auflösen von festem Natriumhydroxid (4.5) in einer Lösung mithilfe von Deionat (4.1) hergestellt werden.

4.4.2 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

46 ml konzentrierte Natriumhydroxidlösung (4.4) werden in einen 1 000-ml-Messkolben gegossen, mithilfe von Deionat (4.1) bis zur Markierung verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.

4.4.3 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

100 ml Natriumhydroxid ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) (4.4.2) werden in einen 1 000-ml-Messkolben gegossen, mithilfe von Deionat (4.1) bis zur Markierung verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.

4.4.4 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ (oder pH-Wert 10).

Die Konzentration der Lösung (4.4.4) ist ein Beispiel für eine Vorlagelösung, die zur Messung mit Chromatographie verwendet werden kann.

4.5 Wasserfreies Natriumhydroxid, (NaOH), Granulat.**4.6 Eisessig**, (CH_3COOH), relative Dichte ungefähr $1,06 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$.**4.7 Natriumacetat**, (CH_3COONa), Analysequalität.**4.8 Pufferlösung.**

Es wird empfohlen, die folgende Pufferlösung zu verwenden, um sicherzustellen, dass die absorbierende Lösung alkalisch bleibt. Ein Beispiel des Verfahrens, um die Pufferlösung vorzubereiten, ist wie folgt.

15 ml Essigsäure (4.6) werden in einen 1 000-ml-Polyethylen-Messkolben gegossen und darin werden 50 g Natriumacetat (4.7) aufgelöst. Das Lösungsvolumen (4.1) wird mit Deionat auf etwa 900 ml eingestellt. Der pH-Wert wird zum Beispiel mit der Natriumhydroxidlösung ($5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) (4.4.1) auf 5,3 eingestellt, dann wird sie mithilfe von Deionat (4.1) bis zur Markierung verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.

Eine pH-Wert-Einstellung kann mit einer anderen Konzentration einer Natriumhydroxidlösung durchgeführt werden.

Es kann auch ein anderes Reagenz wie zum Beispiel eine NaOH-Lösung mit Phenolphthalein verwendet werden.

4.9 Chlorid-Bezugslösung.**4.9.1 Primäre Chlorid-Bezugslösung**, $c(\text{Cl}^-) = 0,5 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$.

166 mg trockenes wasserfreies Natriumchlorid (4.2) werden in Deionat (4.1) aufgelöst. Dies wird in einen 200-ml-Messkolben gegossen. Dann wird es mithilfe von Deionat (4.1) bis zur Markierung verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.

Eine primäre Chlorid-Bezugslösung (4.9.1) wird verwendet, um Chlorid-Bezugslösungen vorzubereiten (4.9.2, 4.9.3, 4.9.4, 4.9.5 und 4.9.6). Konzentrationen von Lösungen (4.9.2, 4.9.3, 4.9.4 und 4.9.5) sind Beispiele für Bezugslösungen, die für die Kalibrierung von selektiven Elektroden verwendet werden können. Exakte Konzentrationen von Kalibrierungslösungen sollten vom Anwender auf Grundlage der erwarteten Analytkonzentration in der NaOH-Pufferlösung bestimmt werden.

4.9.2 Chlorid-Bezugslösung, $c(\text{Cl}^-) = 35 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$.

70 ml primäre Bezugslösung (4.9.1) werden in einen 1 000-ml-Messkolben pipettiert. Diese wird bis zur Markierung mit der Natriumhydroxidlösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) (4.4.3) verdünnt und es wird alles miteinander vermischt.