

ILNAS

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

ILNAS-EN ISO 12183:2019

Kernbrennstofftechnologie - Coulometrische Bestimmung von Plutonium mit kontrolliertem Potential (ISO 12183:2016)

Nuclear fuel technology - Controlled-
potential coulometric assay of plutonium
(ISO 12183:2016)

Technologie du combustible nucléaire -
Dosage du plutonium par coulométrie à
potentiel imposé (ISO 12183:2016)

06/2019

A decorative graphic in the bottom right corner featuring several interlocking gears in shades of blue and yellow. Overlaid on the gears is a vertical column of binary code (0s and 1s) and various mathematical symbols like plus, minus, and multiplication signs.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 12183:2019 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 12183:2019 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

Kernbrennstofftechnologie - Coulometrische Bestimmung von Plutonium mit kontrolliertem Potential (ISO 12183:2016)

Nuclear fuel technology - Controlled-potential coulometric assay of plutonium (ISO 12183:2016)

Technologie du combustible nucléaire - Dosage du plutonium par coulométrie à potentiel imposé (ISO 12183:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 8. März 2019 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

| | Seite |
|---|-----------|
| Europäisches Vorwort | 4 |
| Vorwort | 5 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 6 |
| 2 Normative Verweisungen | 6 |
| 3 Begriffe | 6 |
| 4 Kurzbeschreibung | 6 |
| 5 Reagenzien..... | 7 |
| 6 Prüfeinrichtung..... | 8 |
| 7 Verfahren..... | 14 |
| 7.1 Plutonium-Bestimmung..... | 14 |
| 7.1.1 Wägen der Prüfprobe, mit einer Unsicherheit von $\pm 0,01$ %, $K = 1$..... | 14 |
| 7.1.2 Herstellung der Prüfprobe..... | 15 |
| 7.1.3 Vorbehandlung der Elektrode | 16 |
| 7.1.4 Elektrische Kalibrierung des Stromintegrationssystems..... | 17 |
| 7.1.5 Bestimmung des formalen Potentials..... | 18 |
| 7.1.6 Bestimmung des coulometrischen Blindwerts..... | 19 |
| 7.1.7 Messung von Plutonium..... | 20 |
| 7.2 Analyse der nachfolgenden Prüfproben | 21 |
| 8 Angabe der Ergebnisse | 21 |
| 8.1 Berechnung des elektrischen Kalibrierfaktors..... | 21 |
| 8.2 Berechnung des Blindwerts..... | 22 |
| 8.3 Fraktion von elektrolysiertem Plutonium | 23 |
| 8.4 Plutoniumgehalt | 23 |
| 8.5 Qualitätskontrolle | 24 |
| 9 Eigenschaften des Verfahrens..... | 24 |
| 9.1 Wiederholpräzision..... | 24 |
| 9.2 Konfidenzintervall | 24 |
| 9.3 Dauer der Analyse | 24 |
| 10 Störungen | 25 |
| 11 Verfahrensabweichungen und -optimierung..... | 29 |
| 11.1 Nachweisbarkeitsmessungen und Referenzmaterialvorbereitung..... | 29 |
| 11.2 Prozesssteuerungsmessungen | 29 |
| 11.3 Aufbau der Messzelle | 30 |
| 11.4 Elektrolyt- und Elektrodenoptionen | 30 |
| 11.5 Prüfprobengröße..... | 31 |
| 11.6 Korrektur von Hintergrundströmen..... | 31 |
| 11.7 Korrektur um Eisen | 32 |
| 11.8 Anpassung des Kontrollpotentials | 33 |
| 11.9 Kalibriermethodik | 33 |
| Anhang A (normativ) Reinigung durch Anionenaustausch-Trennung..... | 34 |
| A.1 Allgemeines | 34 |
| A.2 Weitere Reagenzien und Ausrüstungen für die Reinigung durch Anionenaustausch | 34 |

| | | |
|---|---|----|
| A.3 | Reinigung durch Anionenaustausch-Trennung | 35 |
| A.3.1 | Verfahrensreihenfolge | 35 |
| Anhang B (normativ) Bestimmung des formalen Potentials, E_0 | | 36 |
| B.1 | Grundlegendes Verfahren | 36 |
| B.2 | Alternatives Verfahren | 37 |
| Literaturhinweise..... | | 38 |

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 12183:2016 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 12183:2019 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 Dezember 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2019 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 12183:2016 wurde von CEN als EN ISO 12183:2019 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 Technische Komitee ist ISO/TC 85, *Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection*, Unterkomitee SC 5, *Nuclear fuel cycle*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 12183:2005), die technisch überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

In diesem Dokument wird das Analyseverfahren für die elektrochemische Prüfung von reinen Plutoniumnitrat-Lösungen nuklearer Qualität beschrieben, deren Gesamtunsicherheit $\pm 0,2\%$ bei einem Vertrauensniveau von 0,95 bei einer Einzelbestimmung (Erweiterungsfaktor, $K = 2$) nicht übersteigt. Das Verfahren eignet sich für wässrige Lösungen, die mehr als 0,5 g/l Plutonium sowie Prüfproben, die zwischen 4 mg und 15 mg Plutonium enthalten. Die Anwendung dieses Verfahrens für Lösungen, die weniger als 0,5 g/l Plutonium und Prüfproben, die weniger als 4 mg Plutonium enthalten, erfordert einen experimentellen Nachweis durch den Anwender, dass die vorgeschriebenen Datenqualitätsziele erreicht werden.

Bei manchen Anwendungen ist vor der Messung eine Reinigung der Prüfproben durch Anionenaustausch erforderlich, um Störsubstanzen zu entfernen, wenn diese in erheblichen Mengen vorhanden sind. Siehe Abschnitt 10 bezüglich der Erläuterung von Störungen und entsprechende Korrekturmaßnahmen. Eine Reinigung ist auch dann erforderlich, wenn die Reinheit der Prüfprobe unbekannt ist oder wenn sie während des Herstellungsprozesses unvorhersehbar schwankt.

In Abschnitt 11 werden die Änderungen bei der Anwendung der Verfahren sowie die Methoden, die angewendet werden können, und wichtige Überlegungen bei der Auswahl der Messparameter besprochen, die sich jedoch nach wie vor im Anwendungsbereich dieses Dokuments befinden.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Die wichtigsten Schritte und deren Zweck werden nachfolgend beschrieben:

- die Prüfproben werden durch Wägen und anschließende Bedampfung bis zur Trockenheit mit Schwefelsäure vorbereitet, um ein konsistentes und stabiles anhydrites Plutoniumsulfat-Salz zu erhalten, das frei von Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Hydroxylamin und flüchtigen organischen Verbindungen ist;
- falls für die Entfernung von Störungen erforderlich, sind die Prüfproben aufzulösen und durch Anionenaustausch zu reinigen, anschließend ist die eluierte Plutoniumlösung unter Verwendung von Schwefelsäure zu bedampfen, um die trockene, chemische Form von Plutoniumsulfat zu erhalten;
- eine Blindprobe des Trägerelektrolyts Salpetersäure ist zu messen und die für die Elektrolyse der Prüfprobe anwendbare Hintergrundstromkorrektur mithilfe von Lade-, Faraday- und Fehlerstrom zu berechnen [1];
- die getrocknete Prüfprobe ist im zuvor gemessenen Trägerelektrolyt (Blindprobe) aufzulösen;