

DIN EN ISO 12183

ICS 27.120.30

**Kernbrennstofftechnologie –
Coulometrische Bestimmung von Plutonium mit kontrolliertem Potential
(ISO 12183:2016);
Deutsche Fassung EN ISO 12183:2019**

Nuclear fuel technology –
Controlled-potential coulometric assay of plutonium (ISO 12183:2016);
German version EN ISO 12183:2019

Technologie du combustible nucléaire –
Dosage du plutonium par coulométrie à potentiel imposé (ISO 12183:2016);
Version allemande EN ISO 12183:2019

Gesamtumfang 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales 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 (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Fachbereichsbeirat NA 062-07 FBR „Fachbereichsbeirat Kerntechnik und Strahlenschutz“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO/IEC 17025 ^{*)}	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO/IEC 80000 (all parts)	siehe	DIN EN ISO 80000 (alle Teile)

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 80000 (alle Teile), *Größen und Einheiten*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

^{*)} In der Referenzfassung als ISO 17025 aufgeführt.

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	18
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;

- die Prüfprobe ist mit einem kontrollierten Potential zu reduzieren, mit dem das Plutonium auf mehr als 99,8 % Pu^{3+} elektrolysiert wird und das Gleichgewichtslösungspotential am Ende dieses Schrittes durch Kontrollpotential-Anpassung zu messen [2];
- die Prüfprobe ist mit einem kontrollierten Potential zu oxidieren, mit dem das Plutonium auf mehr als 99,8 % Pu^{4+} elektrolysiert wird und das Gleichgewichtslösungspotential am Ende dieser Elektrolyse durch Kontrollpotential-Anpassung zu messen;
- das Ergebnis für den Hintergrundstrom und den nicht elektrolysierten Plutonium-Anteil ist zu korrigieren;
- das Coulometer ist in Übereinstimmung mit rückführbaren elektrischen Standards und dem Ohmschen Gesetz zu kalibrieren;
- der gemessene Wert des Coulometer-Kalibrierfaktors und die Faraday-Konstante ist zu verwenden, um die Coloumb des integrierten Stroms aus der Elektrolyse in Mol Plutonium zu konvertieren;
- es sind rückführbare auf ihre Qualität geprüfte Plutonium-Standards zu verwenden, um die Leistung des Messsystems unabhängig nachzuweisen;
- das formale Potential des Plutonium-Paares E_0 ist regelmäßig zu messen, welches basierend auf Zelldesign, Verbindungen, Bezugselektrodentyp sowie Säurenart und Molarität des Trägerelektrolyts anwenderspezifisch ist.

Diese Schritte stellen sicher, dass repräsentative, reproduzierbare und stabile Prüfproben für die Messung vorbereitet werden. Die Prüfproben werden unter Verwendung eines Protokolls gemessen, das auf den Grundprinzipien basiert und einer rückführbaren, elektrischen Kalibrierung des Coulometers entspricht. Weitere Einzelheiten sind in den Abschnitten 10 und 11 aufgeführt.

5 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien mit Analysequalität zu verwenden.

Alle wässrigen Lösungen müssen mit bidestilliertem oder destilliertem, vollentsalztem Wasser mit einem spezifischen Widerstand von mehr als $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ vorbereitet werden, d. h. mit destilliertem Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696.

5.1 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 0,9 \text{ mol/l}$.

ANMERKUNG Bezüglich weiterer möglicher Elektrolyte, siehe 11.4.

5.2 Amidosulfonsäurelösung, $c(\text{NH}_2\text{HSO}_3) = 1,5 \text{ mol/l}$.

5.3 Schwefelsäurelösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 3 \text{ mol/l}$.

ANMERKUNG Die Molarität ist kein kritischer Parameter für Schwefelsäure, die für die Bedampfung von Plutonium-Prüfproben verwendet wird, vorausgesetzt, die Konzentration des Reagenzes liegt deutlich über der Stufe, bei der sich kolloidal Plutoniumkomplexe bilden.

5.4 Reines Argon oder reiner Stickstoff, (O_2 -Gehalt unter 10 ppm).

5.5 Reinluft, frei von organischer Kontamination.

6 Prüfeinrichtung

Es müssen übliche Laborinstrumente verwendet werden, die in einem radiochemischen Labor mit mittlerer Aktivität vorhanden und für die Arbeit mit Plutonium geeignet sind.

6.1 Analysenwaage, die in einer radiologischen Eindämmungseinheit installiert ist und die in der Lage sein muss, 1 g Masse mit einer Unsicherheit von $\pm 0,1$ mg (Erweiterungsfaktor, $K = 1$) zu wägen. Dies entspricht einer relativen Unsicherheit von 0,01 %.

- Ein Gewicht von unter 1 g führt zur umgekehrt proportionalen Erhöhung der relativen Unsicherheit auf $> 0,01$ %.
- Wenn die Unsicherheit der eingebauten Waage nicht das Kriterium von $\pm 0,01$ mg erfüllt, sind entsprechend größere Prüfproben erforderlich.

6.2 Wägebürette, aus Glas oder Kunststoff; die Materialauswahl ist kein kritischer Faktor, vorausgesetzt, das Instrument behält eine stabile Masse (Eigengewicht) und die statische Ladung wird, wie in 7.1.1 beschrieben, kontrolliert.

6.3 Einrichtung zur Verdampfung der Prüfprobe in der coulometrischen Zelle bestehend aus einem Decken-Strahlungsheizgerät oder einer Heizplatte mit Steuerelementen zum Anpassen der Temperatur. Zu den Auslegungsanforderungen und optionalen Merkmalen für eine effektive Verdampfung und Bedampfung gehören:

- Einstellungen, die eine schnelle und gut steuerbare anfängliche Verdampfungsrate ermöglichen, gefolgt von der Bedampfung der verbleibenden Schwefelsäurelösung bis zur Trocknung bei höherer Temperatur;
- Vermeidung von mechanischem Verlust der Prüfprobenlösung durch Aufkochen und/oder Verspritzen;
- Vermeidung von Verunreinigung durch Fremdchemikalien wie jenen, die zur Neutralisierung von Säuredämpfen verwendet werden dürfen;
- Beheizung der Coulometer-Zellenwand zur Optimierung der Bedampfung und Minimierung des Rückflusses von Schwefelsäure, indem die Zelle während des Bedampfungsschrittes zur Beheizung der Zellenwände in einer optionalen Aluminiumröhre mit einem Innendurchmesser platziert wird, der 1 mm bis 3 mm größer ist als der Außendurchmesser der Zelle und einer Höhe, die 1 mm bis 5 mm geringer ist als die Zelle;

ANMERKUNG Anstelle der Aluminiumröhren darf ein Aluminiumblock mit Löchern verwendet werden, die ähnliche Spezifikationen aufweisen wie die Röhre, in die die Zelle gegeben wird.

- Hinzufügen einer optionalen Luftversorgung mit einer Zufuhrrohre, die in Richtung der Flüssigkeitsoberfläche ausgerichtet wird, um die Verdampfungsrate zu optimieren und die Säuredämpfe aufzulösen;
- Hinzufügen einer optionalen Dampfabsaugung und lokaler Dampfneutralisierung zur Kontrolle von Säuredämpfen, abhängig vom Aufbau der Einrichtung und den Anforderungen des Belüftungssystems.

Siehe Bild 1.

Maße in Zentimeter^{N1)}

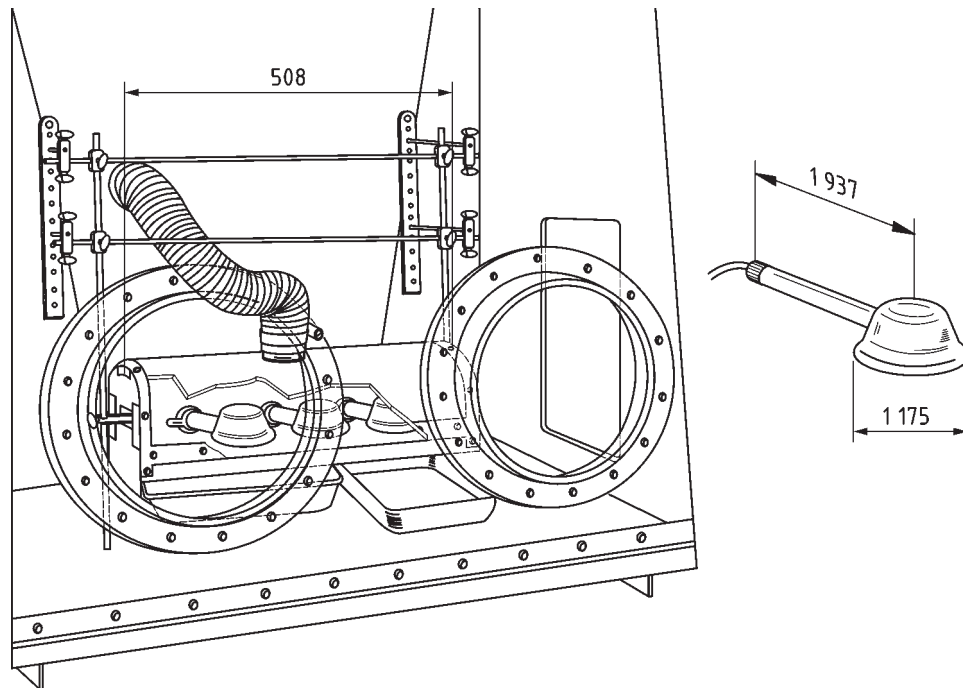


Bild 1 — Beispiel eines Verdampfungssystems

6.4 Coulometer mit kontrolliertem Potential.

Siehe Bild 2.

6.4.1 Aufbau der Coulometerzelle, die folgende Elemente umfasst:

- Rührwerk-Motor mit einer Rotationsfrequenz von mindestens $1\,000\text{ min}^{-1}$;

ANMERKUNG 1 Motoren mit anpassbarer Drehzahl ermöglichen die Optimierung der Drehgeschwindigkeit bei individuellen Zellenausführungen. Es werden Rührwerk-Motoren bevorzugt, die von einer isolierten Gleichstromversorgung angetrieben werden, damit elektronische Störgrößen, die die Blindwertprobe und die an den Integrator gesendeten Elektrolysestromsignale der Prüfprobe überlagern, vermieden werden.

- zylindrische oder kegelförmige coulometrische Zelle mit einem Fassungsvermögen von 50 ml oder weniger, mit einer O-Ring-Dichtung und einem fest sitzenden Deckel mit Öffnungen zum Einbringen der folgenden internen Einrichtungen:
 - einen Einlassschlauch für befeuchtetes Inertgas, um aufgelösten und atmosphärischen Sauerstoff aus der Lösung bzw. Elektrolysezelle zu entfernen;
 - ein Rührwerk mit Klinge und Welle aus chemisch inerten Werkstoffen [z. B. Polytetrafluorethylen (PTFE)], durch dessen Auslegung ein Verspritzen verhindert wird; die Welle des Rührwerks befindet sich üblicherweise in der Mitte der Zelle und ist direkt an den Rührwerk-Motor angeschlossen;

N1) Nationale Fußnote: Die ISO enthält hier einen Fehler; es muss richtig lauten: Maße in Millimeter.

- eine Arbeitselektrode aus Gold (z. B. 99,99 %), die über einen Golddraht verfügt, der an einen zylindrischen Golddrahtrahmen geschweißt oder gefräst wird und eine nominelle Höhe von 15 mm und einen Durchmesser von 20 mm aufweist, um den ein sehr feines Goldgeflecht geschweißt oder gefräst wird, das üblicherweise aus mehreren Lagen besteht (z. B. vier Lagen);

ANMERKUNG 2 Bezüglich weiterer möglicher Arbeitselektroden, siehe 11.4.

- eine am unteren Ende angesteckte Glasröhre mit einer Sinterglasscheibe (mit typischen Maßen von 2,5-mm Dicke und einer Porengröße $< 0,01 \mu\text{m}$); die Röhre ist dabei mit Salpetersäurelösung gefüllt (5.1) und das obere Ende der Sinterglasscheibe wird innerhalb des Rings der Arbeitselektrode platziert;
- eine Bezugselektrode, gesättigte Kalomelelektrode (SCE, en: saturated calomel electrode) oder eine andere in 11.3 beschriebene Bezugselektrode wird in die Glasröhre eingeführt;
- eine weitere Glasröhre, die der ersten ähnelt und auch mit Salpetersäure gefüllt ist (5.1), bei der das obere Ende der Sinterglasscheibe innerhalb des Rings der Arbeitselektrode platziert wird;
- eine Hilfselektrode, die aus einem Platindraht mit einem Durchmesser von 0,5 mm bis 3,0 mm besteht, wird in die zweite Glasröhre eingeführt;

ANMERKUNG 3 Der Platindraht darf gewickelt werden, um die Oberfläche, die in den Trägerelektrolyt eingetaucht wird, zu erhöhen, siehe Bild 2.

- ein Gaswäscherzylinder gefüllt mit Reagenzwasser, siehe Beschreibung in Abschnitt 5, zum Befeuchten des Inertgases, bevor es in die Coulometerzelle eingelassen wird.

Der Durchmesser der Glasröhre und der Sinterglasscheibe, die die Hilfselektrode enthält, darf größer sein als der Durchmesser der Glasröhre und der Sinterglasscheibe, die die Bezugselektrode enthält. Die Durchflussmenge der Lösung, die durch beide Glasscheiben fließt, muss niedriger sein als 0,05 ml/h.

- a) Ein Thermoelement- oder Widerstandsthermometer, das zur Messung der Temperatur der Prüfprobenlösung während des Messvorgangs in der Coulometerzelleneinheit angebracht wird, ist ein optionales Element. Die Temperatur der Lösung sollte entweder während der Oxidation der Prüfprobe oder umgehend nach der Analyse gemessen werden. Das Unsicherheitsziel für die Temperaturmessung ist $\pm 0,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ($K = 1$).
- Wenn es nicht möglich ist, einen Temperaturfühler in die Elektrolysezelle einzubringen oder es nicht wünschenswert ist, die Temperatur der Prüfprobenlösung direkt nach Beendigung der Elektrolyse zu messen, ist die Temperatur der Lösung anhand der Temperatur der Umgebungsluft oder des Reagenzes zu schätzen. Es ist zu beachten, dass das Spülgas durch die Expansion gekühlt wird, was dazu führt, dass die Temperatur der Lösung in Relation zur Umgebungstemperatur niedriger wird; das Ausmaß dieser Verringerung ist eine Funktion des Inertgas-Durchflussmenge und des Zellaufbaus. Der für die Luft- oder Reagenztemperatur gemessene Wert muss um diesen Kühleffekt korrigiert werden. Bei der berechneten Temperatur der Lösung wird eine höhere Unsicherheit von $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $K = 1$ erwartet.
- b) Zur optimalen Potentialkontrolle sind die Sinterglasscheiben der Glasröhren der Bezugs- und Hilfselektroden so zu positionieren, dass die folgenden Voraussetzungen erfüllt sind:
- Der geringste Abstand zwischen der Sinterglasscheibe der Bezugselektrode und der Arbeitselektrode beträgt 2 mm oder weniger.
 - Der Abstand zwischen den zwei Sinterglasscheiben, die die Hilfs- und Bezugselektroden enthalten, ist geringer als der Abstand zwischen der Hilfselektroden-scheibe und dem nächstgelegenen Punkt an der Arbeitselektrode.

- c) Das Loch, durch das die Rührwerkswelle eingebracht wird, dient als primäre Abluftöffnung für das Inertgas. Alle anderen Eingänge (außer diesem Loch) sind fest verschlossen. Die Inertgas-Durchflussmenge muss ausreichend hoch sein, um Sauerstoff schnell aus dem Trägerelektrolyt und der Prüfprobenlösung entfernen zu können. Zudem muss sie das Eindringen von Luft in die Zelleinheit während der Elektrolyse verhindern. Eine praktische Empfehlung für die Anpassung der Durchflussmenge ist, die gesamte Inertgaszufuhr oder Teile davon in Richtung der Lösung zu lenken, damit sich eine 2 mm bis 4 mm große Vertiefung auf der Oberfläche bildet, ohne dass die Lösung verspritzt.
- Zellanordnungen mit optimiertem Aufbau, einer geeigneten Inertgas-Durchflussmenge und mit fest verschlossenen Öffnungen entfernen Sauerstoff innerhalb von 5 min oder weniger. Die für die Entfernung von Sauerstoff aus der Lösung erforderliche Zeit sollte von den Anwendern auf Grundlage von Prüfungen ihrer Zellanordnungen unter Routinebedingungen geprüft werden.