

**DIN EN ISO 16424**

ICS 27.120.30

Einsprüche bis 2017-04-10

**Entwurf**

**Kernenergie –  
Bewertung der Homogenität der Gd-Verteilung in  
Gadolinium-Brennstoffgemischen und Bestimmung des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehaltes in  
Gadolinium-Brennstofftabletten durch Messung der Uran- und  
Gadolinium-Bestandteile (ISO 16424:2012);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 16424:2017**

Nuclear energy –

Evaluation of homogeneity of Gd distribution within gadolinium fuel blends and determination of Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content in gadolinium fuel pellets by measurements of uranium and gadolinium elements (ISO 16424:2012);

German and English version prEN ISO 16424:2017

Énergie nucléaire –

Évaluation de l'homogénéité de la distribution du Gd dans les mélanges de combustibles au gadolinium et détermination de la teneur en Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans les pastilles combustibles au gadolinium par mesurage des éléments uranium et gadolinium (ISO 16424:2012);

Version allemande et anglaise prEN ISO 16424:2017

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-02-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nmp@din.de](mailto:nmp@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 16424:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird, übernommen.

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 16424 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696:1987            siehe DIN ISO 3696:1991-06

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

## **Kernenergie — Bewertung der Homogenität der Gd-Verteilung in Gadolinium-Brennstoffgemischen und Bestimmung des $Gd_2O_3$ -Gehaltes in Gadolinium-Brennstofftabletten durch Messung der Uran- und Gadolinium-Bestandteile (ISO 16424:2012)**

*Énergie nucléaire — Évaluation de l'homogénéité de la distribution du Gd dans les mélanges de combustibles au gadolinium et détermination de la teneur en  $Gd_2O_3$  dans les pastilles combustibles au gadolinium par mesurage des éléments uranium et gadolinium (ISO 16424:2012)*

*Nuclear energy — Evaluation of homogeneity of Gd distribution within gadolinium fuel blends and determination of  $Gd_2O_3$  content in gadolinium fuel pellets by measurements of uranium and gadolinium elements (ISO 16424:2012)*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

## Inhalt

|                                                                                                                   | Seite |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                        | 3     |
| Vorwort .....                                                                                                     | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                         | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                    | 5     |
| 3 Kurzbeschreibung .....                                                                                          | 5     |
| 4 Gerät .....                                                                                                     | 6     |
| 4.1 ICP-AES mit hoher Dispersion und direkter Ablesbarkeit .....                                                  | 6     |
| 4.2 Analysenwaage .....                                                                                           | 6     |
| 4.3 Kleiner Löffel aus nichtrostendem Stahl .....                                                                 | 6     |
| 5 Reagenzien .....                                                                                                | 6     |
| 6 Bezugslösungen .....                                                                                            | 6     |
| 6.1 Gadolinium-Element-Bezugslösungen .....                                                                       | 6     |
| 6.2 Uran-Element-Bezugslösungen .....                                                                             | 7     |
| 7 Probenvorbereitung .....                                                                                        | 7     |
| 7.1 Probenvorbereitung zur Beurteilung der Gd-Homogenität in Gadolinium-<br>Brennstoffgemischen .....             | 7     |
| 7.2 Probenvorbereitung zum Ermitteln des Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalts von Gd-Brennstofftabletten ..... | 7     |
| 8 Kalibrierung und Analyse der Proben .....                                                                       | 7     |
| 8.1 Kalibrierung der Gd-Scheitellinienintensität .....                                                            | 7     |
| 8.2 Kalibrierung der U-Scheitellinienintensität .....                                                             | 7     |
| 8.3 Beurteilung der Gd-Homogenität in Gadolinium-Brennstoffgemischen .....                                        | 8     |
| 8.4 Ermitteln des Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalts in Gadolinium-Brennstofftabletten .....                 | 9     |
| 9 Präzision .....                                                                                                 | 10    |
| 10 Prüfbericht .....                                                                                              | 10    |
| Anhang A (informativ) Kalibrierung sowie Gd- und U-Messunsicherheiten .....                                       | 11    |
| Anhang B (informativ) Ableitung der O/M- und O/U-Verhältnis-Gleichung .....                                       | 14    |
| Anhang C (informativ) Beurteilung der Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Messpräzision .....                         | 16    |
| Literaturhinweise .....                                                                                           | 19    |

## Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 16424:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear Energy, Nuclear Technologies, and Radiological Protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 16424:2017 durch das Technische Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“ übernommen, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 16424:2012 wurde vom CEN als prEN ISO 16424:2017 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.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees angenommenen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedsorganisationen zur Umfrage zur Verfügung gestellt. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

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.

ISO 16424:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear Energy, Nuclear Technologies, and Radiological Protection“, Unterkomitee SC 5 „Nuclear Fuel Cycle“, erarbeitet.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm ist für die Beurteilung der Homogenität der Gd-Verteilung in Gadolinium-Brennstoffgemischen und die Bestimmung des Gehalts von  $Gd_2O_3$  in gesinterten Brennstofftabletten von  $Gd_2O_3 + UO_2$  von 1 % bis 10 % durch Messung von Gadolinium-(Gd-) und Uran-(U-)Elementen mit ICP-AES anwendbar.

Nach dem Durchführen von Messungen von Gd- und U-Elementen mit ICP-AES kann bei zusätzlicher Anwendung von statistischen Verfahren ebenfalls die Homogenität der Gd-Verteilung in einer Gd-Brennstofftabletten-Partie beurteilt werden. Diese Internationale Norm behandelt jedoch die statistischen Verfahren nur eingeschränkt.

ANMERKUNG 1 ISO 16796 bietet ebenfalls ein Verfahren für die Bestimmung des Gehalts von  $Gd_2O_3$  durch atomare Emissionsspektrometrie mit einer induktiv gekoppelten Plasmaquelle (en: Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, ICP-AES). Das Verfahren von ISO 16796 unterscheidet sich von dem in dieser Internationalen Norm.

ANMERKUNG 2 In dieser Internationalen Norm stellt das Gadolinium-Brennstoffgemisch ein Gemisch aus Urandioxid-( $UO_2$ -)Pulver und Gadoliniumoxid-( $Gd_2O_3$ -)Pulver dar. Das physikalisch gemischte und homogenisierte Pulver kann zusätzlich relativ große Mengen an Uranoxid-( $U_3O_8$ -)Pulverpartikeln und/oder die durch die Oxidation von Gd-Tabletten erhaltenen  $M_3O_8$ -Pulverpartikel enthalten. In dieser Internationalen Norm stellt das Symbol „M“ in der chemischen Formel „ $M_3O_8$ “ und in der Benennung „O/M-Verhältnis“ die Metallelemente U und Gd dar.

## 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 Änderungen).

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

## 3 Kurzbeschreibung

Wenn der Gehalt an Gd- und U-Elementen und das atomare Verhältnis von Sauerstoff zu Metall (allgemein als O/M-Verhältnis bezeichnet) in einer Gadolinium-Brennstofftablette gemessen oder ermittelt wird, kann der Gehalt an  $Gd_2O_3$  in dieser Tablette durch Berechnung auf der Basis der Stöchiometrie der Tablette ermittelt werden. Die stöchiometrischen Zusammensetzungen aus Gd und U hängen von der Spezifikation für die Herstellung der Tabletten ab. Wenn die Spezifikation erfordert, dass der Gehalt an  $Gd_2O_3$  in der Tablette 6 % als Massenanteil nach der Herstellung beträgt, liegt das Verhältnis der gesamten Gd-Masse zur gesamten U-Masse in dieser Tablette bei 0,063.

Die in einem Pulvergemisch gemessenen Werte des Gehalts an Gd- und U-Elementen können eine Beurteilung, ob die Gd-Verteilung im Pulver ausreichend homogen ist, ermöglichen. Ferner ermöglichen die zwei Werte eine genaue Schätzung des tatsächlichen  $Gd_2O_3$ -Gehalts der Tablette nach dem Sintern. Der geschätzte  $Gd_2O_3$ -Gehalt kann zur Prognose verwendet werden, ob die herzustellenden Gd-Tabletten die Spezifikationen für den  $Gd_2O_3$ -Gehalt erfüllen oder nicht.

Beeinflussungen durch Verunreinigung wurden bei den üblichen Proben von Material mit Nuklearqualität nicht festgestellt. Sehr kleine Mengen von Verunreinigungselementen, die gegebenenfalls in den Proben enthalten sind, haben keine Auswirkung auf die Kurzbeschreibung dieser Internationalen Norm.

ANMERKUNG Auch bei  $\text{M}_3\text{O}_8$ -Pulver oder einem Gemisch aus  $\text{UO}_2$ -Pulver und  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ -Pulver kann, wenn der Gehalt an Gd- und U-Elementen und das O/M-Verhältnis gemessen oder ermittelt werden, der  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ -Gehalt (oder Gd-Gehalt) dieses Pulvers durch Berechnung auf der Basis der Stöchiometrie des Pulvers ermittelt werden. Mit dem somit ermittelten  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ -Gehalt (oder Gd-Gehalt) und dem O/M-Verhältnis kann ebenfalls der Urankonzentrationsfaktor des Pulvers berechnet werden, um genaue Uranabrechnungsdaten zu erhalten.

## 4 Gerät

### 4.1 ICP-AES mit hoher Dispersion und direkter Ablesbarkeit

Die Messwerte sollten mit mindestens zwei Dezimalstellen angezeigt werden, wenn Elementkonzentrationen im Bereich von 1 mg/l bis 100 mg/l gemessen werden. Zum Ermitteln von Gd- und U-Elementkonzentrationen werden Peaks von jeweils 354,580 nm und 398,579 nm im atomaren Emissionsspektrum verwendet. Statt den zwei Peaks stehen aber auch andere Peaks zur Verfügung.

### 4.2 Analysenwaage

Die Empfindlichkeit der Waage beträgt  $\pm 0,1$  mg.

### 4.3 Kleiner Löffel aus nichtrostendem Stahl

Der kleine Löffel kann Pulver im Bereich von 1 mg bis 100 mg aufnehmen.

### 4.4 Kochplatte.

### 4.5 Glasbecher oder Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Becher.

### 4.6 Mikropipetten.

### 4.7 Messkolben.

### 4.8 Diamantmörser.

## 5 Reagenzien

### 5.1 Salpetersäure, wässrige Lösung bei einem Volumenanteil von 50 %.

### 5.2 Wasser, destilliertes Wasser oder Wasser, das der Qualität 3 nach ISO 3696:1987 entspricht.

## 6 Bezugslösungen

### 6.1 Gadolinium-Element-Bezugslösungen

Zur Kalibrierung werden drei Gd-Bezugslösungen verwendet, deren Gd-Konzentrationen jeweils 5 mg/l, 10 mg/l und 15 mg/l betragen. Diese Gd-Bezugslösungen<sup>1)</sup> wurden durch Verdünnen eines Referenzmaterials mit Wasser wie in 5.2 festgelegt hergestellt.

---

1) Ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt ist ein zertifiziertes Gadolinium-Referenzmaterial vom NIST (National Institute of Standards and Technology, USA). Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieses Produkts durch ISO.

## 6.2 Uran-Element-Bezugslösungen

Zur Kalibrierung werden drei U-Bezugslösungen verwendet, deren U-Konzentrationen jeweils 50 mg/l, 70 mg/l und 100 mg/l betragen. Diese U-Bezugslösungen<sup>2)</sup> wurden durch Verdünnen eines Referenzmaterials mit Wasser wie in 5.2 festgelegt hergestellt.

## 7 Probenvorbereitung

### 7.1 Probenvorbereitung zur Beurteilung der Gd-Homogenität in Gadolinium-Brennstoffgemischen

Mit einem kleinen Löffel nach dem Zufallsprinzip mindestens fünf verschiedene Pulverproben dem gemischten Pulver entnehmen und anschließend jede der Proben in der Salpetersäurelösung nach 5.1 auflösen. Jeden Becher einzeln nummerieren. Die U-Konzentrationen der vorbereiteten Probenlösungen sollten im Bereich von 50 mg/l bis 100 mg/l liegen.

Zum Beurteilen der Homogenität der Gd-Verteilung in einer Gd-Brennstofftabletten-Partie mindestens fünf verschiedene Tablettenproben der Partie entnehmen und jede der Tabletten in kleine Tablettenfragmente zermahlen, wie in 7.2 beschrieben.

ANMERKUNG 1 Wenn etwa 2 mg der Pulverprobe in 20 ml der Salpetersäurelösung aufgelöst werden, wird der geforderte Urankonzentrationsbereich erreicht. Alternativ kann der Konzentrationsbereich ebenfalls erreicht werden, wenn etwa 100 mg Probe aufgelöst und anschließend durch Pipettieren sowie Hinzufügen von destilliertem Wasser verdünnt werden.

### 7.2 Probenvorbereitung zum Ermitteln des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts von Gd-Brennstofftabletten

Nach dem Zermahlen von Gadolinium-Brennstofftabletten mit einem Diamantmörser nach dem Zufallsprinzip eine kleine Probe der Tablettenfragmente entnehmen und in der Salpetersäurelösung auflösen. Die U-Konzentration sollte ungefähr im Bereich von 50 mg/l bis 100 mg/l liegen.

## 8 Kalibrierung und Analyse der Proben

### 8.1 Kalibrierung der Gd-Scheitellinienintensität

Die drei Gd-Bezugslösungen nach 6.1 werden zum Kalibrieren der Intensität der Gd-Scheitellinie verwendet. Die Gd-Scheitellinienintensität wird wiederholt gemessen, um eine Intensität/Konzentration-Kurve (Regressionskurve) zu erhalten, die zum Ermitteln von Gd-Konzentrationen erforderlich ist. Siehe A.1.

### 8.2 Kalibrierung der U-Scheitellinienintensität

Die drei U-Bezugslösungen nach 6.2 werden zum Kalibrieren der Intensität der U-Scheitellinie verwendet. Die U-Scheitellinienintensität wird wiederholt gemessen, um eine Intensität/Konzentration-Kurve (Regressionskurve) zu erhalten, die zum Ermitteln von U-Konzentrationen erforderlich ist. Siehe A.2.

---

2) Ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt ist ein zertifiziertes Uran-Referenzmaterial vom NIST (National Institute of Standards and Technology, USA). Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieses Produkts durch ISO.

### 8.3 Beurteilung der Gd-Homogenität in Gadolinium-Brennstoffgemischen

#### 8.3.1 Geschätzter Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt

Die Konzentrationen von in den Probenlösungen (mindestens fünf verschiedene Lösungen), die nach 7.1 vorbereitet wurden, enthaltenen Gd- und U-Elementen sind zu messen. Jede Probenlösung wird wiederholt sechs Mal gemessen und die sechs Messwerte von jeweils Gd und U werden gemittelt. Jeder Probenlösung wird ein Gd-Durchschnitt und ein U-Durchschnitt zugewiesen. Nachdem alle Gd- und U-Konzentrationsdurchschnittsmengen ermittelt wurden, wird der geschätzte Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt für jede Probe mit folgender Gleichung berechnet:

$$w_{\text{Gd}_2\text{O}_3, \text{est}} = \frac{\left(\frac{1}{2}\right)(100)\left[\frac{(15,999\,4 \times 3)}{157,25} + 2\right](\bar{\rho}_{\text{Gd}})}{(\bar{\rho}_{\text{Gd}} + \bar{\rho}_{\text{U}}) + (2)(15,999\,4)\left(\frac{\bar{\rho}_{\text{Gd}}}{157,25} + \frac{\bar{\rho}_{\text{U}}}{238,03}\right)}$$

$$= \frac{(0,5)(100)(2,305\,2\,\bar{\rho}_{\text{Gd}})}{(\bar{\rho}_{\text{Gd}} + \bar{\rho}_{\text{U}}) + (2)(0,101\,7\,\bar{\rho}_{\text{Gd}} + 0,067\,2\,\bar{\rho}_{\text{U}})}$$

Dabei ist

|                                         |                                                                                                                                                  |
|-----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $w_{\text{Gd}_2\text{O}_3, \text{est}}$ | der geschätzte Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalt, Massenanteil (%) wie nach Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Gd,U)O <sub>2</sub> angegeben; |
| 157,25                                  | die Atommasse von Gadolinium (Gd);                                                                                                               |
| 238,03                                  | die Atommasse von Uran (U);                                                                                                                      |
| 15,9994                                 | die Atommasse von Sauerstoff (O);                                                                                                                |
| $\bar{\rho}_{\text{Gd}}$                | der Gd-Konzentrationsdurchschnitt in mg/l, angegeben mit zwei Dezimalstellen;                                                                    |
| $\bar{\rho}_{\text{U}}$                 | der U-Konzentrationsdurchschnitt in mg/l, angegeben mit zwei Dezimalstellen.                                                                     |

Wenn fünf verschiedene Probenlösungen vorbereitet und gemessen wurden, werden mit diesem Verfahren fünf geschätzte Werte für den Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt erhalten.

ANMERKUNG Der geschätzte Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt stellt den größtmöglichen Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt der erwarteten aus dem Pulvergemisch herzustellenden Gd-Tablette dar. Im Allgemeinen liegt das O/M-Verhältnis der hergestellten Gd-Tablette nach dem Sintern des Pulvergemischs bei 2 oder sehr nahe bei 2. Daher liegt der tatsächliche Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt der Tablette sehr nahe bei diesem geschätzten Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt.

#### 8.3.2 Beurteilung der Homogenität der Gd-Verteilung

Die Homogenität der Gd-Verteilung im gemischten Pulver ist durch Anwenden eines statistischen Verfahrens auf die in 8.3.1 erhaltenen geschätzten Gehalte von Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zu beurteilen. Für die Beurteilung werden der aus mindestens fünf geschätzten Werten des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts berechnete Durchschnitt und die Standardabweichung verwendet.

BEISPIEL Wenn die Homogenitätsspezifikation des gemischten Pulvers erfordert, dass eine Standardabweichung der geschätzten Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehaltswerte von fünf nach dem Zufallsprinzip entnommenen gemischten Pulverproben innerhalb von 1 % relativ vom Mittelwert der fünf Werte liegen muss, und wenn der Mittelwert und die Standardabweichung der fünf geschätzten Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalte jeweils 6,03 % und 0,04 % betragen, kann davon ausgegangen werden, dass das gemischte Pulver der Homogenitätsspezifikation entspricht, weil alle entsprechenden Ungleichungen, d. h.  $6,03 - (6,03 \times 0,01) < 6,03 - 0,04$  und  $6,03 + 0,04 < 6,03 + (6,03 \times 0,01)$ , richtig sind.

ANMERKUNG Das statistische Verfahren und die Einschränkungen hängen von den Leitlinien und Zielen der entsprechenden Organisation zur Qualitätssicherung ab. Nähere Informationen zu den anwendbaren statistischen Verfahren außer dem zuvor beschriebenen Beurteilungsbeispiel enthält ISO 3951-4.

## **8.4 Ermitteln des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts in Gadolinium-Brennstofftabletten**

### **8.4.1 Vorläufiger Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt**

Die Gd- und U-Konzentrationen in der nach 7.2 vorbereiteten Probenlösung sind wiederholt sechs Mal zu messen und der Konzentrationsdurchschnitt jeweils von Gd und U ist zu berechnen. Der vorläufige Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt in der Tablette kann mit der folgenden Gleichung ermittelt werden:

$$w_{\text{Gd}_2\text{O}_3,\text{pre}} = \frac{(100)(157,25 \times 2 + 15,999\,4 \times 3)(Z)}{2(1 - Z)(238,03 + 15,999\,4 \times 2) + (157,25 \times 2 + 15,999\,4 \times 3)(Z)}$$
$$Z = \frac{\left(\frac{\bar{\rho}_{\text{Gd}}}{157,25}\right)}{\left(\frac{\bar{\rho}_{\text{Gd}}}{157,25} + \frac{\bar{\rho}_{\text{U}}}{238,03}\right)}$$

Dabei ist

- $w_{\text{Gd}_2\text{O}_3,\text{pre}}$  der vorläufige Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt, Massenanteil in %;
- $\bar{\rho}_{\text{Gd}}$  der Gd-Konzentrationsdurchschnitt in mg/l, angegeben mit zwei Dezimalstellen;
- $\bar{\rho}_{\text{U}}$  der U-Konzentrationsdurchschnitt in mg/l, angegeben mit zwei Dezimalstellen.

ANMERKUNG Der vorläufige Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt stellt den Zwischenwert vor Erhalten des endgültigen Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehaltswerts der Gd-Tablette dar. Unter Berücksichtigung der Stöchiometrie der Gd-Tablette ist dieser Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehaltswert theoretisch nicht vollständig.

### **8.4.2 O/M-Verhältnis der Gd-Tablette**

Das O/M-Verhältnis  $B$  der Tablette wird mit der folgenden Gleichung ermittelt:

$$B = 2 - \frac{(m_2 - m_1)}{(m_2)(0,0592) + (m_1)(w_{\text{Gd}_2\text{O}_3,\text{pre}})(0,0264)(0,01)}$$

Dabei ist

- $B$  das O/M-Verhältnis, wobei die Angabe mit mindestens zwei Dezimalstellen erfolgt;
- $m_1$  die Probenmasse vor der Äquilibrierung in Gramm, angegeben mit vier Dezimalstellen;
- $m_2$  die Probenmasse nach der Äquilibrierung in Gramm, angegeben mit vier Dezimalstellen;
- $w_{\text{Gd}_2\text{O}_3,\text{pre}}$  der in 8.4.1 ermittelte vorläufige Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt (Massenanteil von Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in %).

ANMERKUNG 1 Die vorhergehende Gleichung dient zum Ermitteln des O/M-Verhältnisses durch ein atmosphärisches Äquilibrierungsverfahren. Zum Anwenden dieses Verfahrens wird eine Gd-Tablette einem Redox-Prozess bei 900 °C ± 20 °C über 4 h in einem Gasgemisch aus Argon (oder Stickstoff) in einem Volumenanteil von 96 % und Wasserstoff in einem Volumenanteil von 4 % unterzogen; das Gasgemisch enthält ebenfalls einen kleinen Volumenanteil an Wasserdampf. Die Gd-Tablettenmassen vor und nach der Äquilibrierung durch den Redox-Prozess und der Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehaltswert werden zum Ermitteln des O/M-Verhältnisses verwendet. Siehe ASTM C1430-07 [4].

ANMERKUNG 2 Die Ableitung der Gleichungen für O/M- und O/U-Verhältnis der Gd-Tablette kann Anhang B entnommen werden.

### 8.4.3 Endgültiger Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt

Der Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt in der Proben-Tablette wird endgültig mit der folgenden Gleichung ermittelt:

$$w_{\text{Gd}_2\text{O}_3, \text{fin}} = \frac{\left(\frac{1}{2}\right)(100)\left[\frac{(15,999\,4 \times 3)}{157,25} + 2\right](\bar{\rho}_{\text{Gd}})}{(\bar{\rho}_{\text{Gd}} + \bar{\rho}_{\text{U}}) + (B)(15,999\,4)\left(\frac{\bar{\rho}_{\text{Gd}}}{157,25} + \frac{\bar{\rho}_{\text{U}}}{238,03}\right)}$$

$$= \frac{(0,5)(100)(2,305\,2 \bar{\rho}_{\text{Gd}})}{(\bar{\rho}_{\text{Gd}} + \bar{\rho}_{\text{U}}) + (B)(0,101\,7 \bar{\rho}_{\text{Gd}} + 0,067\,2 \bar{\rho}_{\text{U}})}$$

Dabei ist

$w_{\text{Gd}_2\text{O}_3, \text{fin}}$  der endgültige Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt in %, d. h. der Massenanteil von Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%) wie nach Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(Gd,U)O<sub>2</sub> angegeben;

$\bar{\rho}_{\text{Gd}}$  der in 8.4.1 erhaltene Gd-Konzentrationsdurchschnitt;

$\bar{\rho}_{\text{U}}$  der in 8.4.1 erhaltene U-Konzentrationsdurchschnitt;

$B$  das in 8.4.2 erhaltene O/M-Verhältnis.

Obwohl das in 8.4.2 direkt gemessene O/M-Verhältnis  $B$  durch das nominale O/M-Verhältnis 2 in der vorhergehenden Gleichung ersetzt wird, um den endgültigen Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt zu ermitteln, sind die Ergebnisse nahezu identisch. Daher kann die Verwendung des nominalen O/M-Verhältnisses zulässig sein. In diesem Fall lautet die Gleichung wie die Gleichung zum Ermitteln des geschätzten Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts in 8.3.1.

## 9 Präzision

Die mögliche Unsicherheit des Ermitteln des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts mit dem Verfahren dieser Internationalen Norm unter Ausschluss systematischer Unsicherheiten wie die Kalibrierunsicherheit beträgt etwa 0,2 % relativ (0,012 % absolut) bei einem nominalen Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt von 6 %.

Nähere Informationen zur Präzision des Ermitteln des Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalts mit dem Verfahren dieser Internationalen Norm enthält Anhang C.

## 10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- Identifikation der Probe, d. h. Partienummer von Pulver oder Tablette usw.;
- die Verweisung auf das angewandte Verfahren;
- die Messergebnisse und deren Einheiten;
- im Verlauf der Messungen verzeichnete ungewöhnliche Besonderheiten;
- sämtliche Arbeitsgänge, die in dieser Internationalen Norm nicht enthalten sind.