

铈铍芯块化学分析方法  
第 1 部分：铍含量的测定  
氟化钾滴定法

编制说明

（送审稿）

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司

2023. 7

**铈铍芯块化学分析方法**  
**第 1 部分：铍含量的测定**  
**氟化钾滴定法**  
**编制说明**

## 一、工作简况

### （一）任务来源

根据 2022 年 4 月 29 日工业和信息化部发布的《工业和信息化部办公厅关于印发 2022 年第一批行业标准制修订和英文版项目计划的通知》（工信厅科函[2022]94 号）的要求，有色金属行业标准《铈铍芯块化学分析方法 第 1 部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司负责起草，该项目计划编号：2022-0229T-YS，项目周期为 18 个月，完成年限为 2023 年 10 月。

### （二）项目背景

铈铍芯块作为核工业用二次中子源部件及压水堆燃料元件，其用途不可替代。铈铍芯块中铍为主体元素之一，产品含量要求范围为 20.3%~23.3%，实现这一范围是保障铈铍芯块产品性能的基本前提，因此，精准检测铈铍芯块中铍含量具有重要意义。

目前，YS/T 426.1-2000《铈铍芯块化学分析方法 氟化钾滴定法测定铍量》采用常规滴定法测定铍量，依靠传统酸碱指示剂变色来判断滴定终点，而实验中指示剂在变色过程中会出现缓变现象，造成滴定终点不易判断，且操作过程中有一定读数误差，对检测数据有一定影响。经实验研究，采用电位滴定法测量铍量，相比于原标准的常规滴定，电位滴定法通过电位突变自动读数，对反应终点的判断更加敏锐，分析误差也更小，抗干扰能力强，可提高工作效率，满足科学技术的发展需求。

本次修订对铈铍芯块产业发展在产品检测方面提供更有力的保障，有利于稳定铈铍芯块产品质量，提高中国铈铍芯块的制造水平。同时，对我国核工业的发展也起到促进作用。

### （三）主要参加单位和工作成员及其所做的工作

#### 1. 本标准起草单位及其分工

本标准起草单位为：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、中核建中核燃料元件有限公司、中核北方核燃料元件有限公司。

其中，西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作；中核建中核燃料元件有限公司为一验单位，主要负责对试验方案中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，以及对方法提出建议；中核北方核燃料元件有限公司为二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

标准牵头单位西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司是国内唯一的铍材研究和生产基地，国家高新技术企业，建有稀有金属特种材料国家重点实验室。公司通过多年的自主研发，研制生产出具备国外同类产品水平的铈铍芯块，并制订相应产品及分析检测行业标准。公司分析检测所主持及参与多项铍、铍铝合金、铜铍合金等国家军用标准和行业标准制修订工作。中核建中核燃料元件有限公司以核电燃料元件为主导产业，是我国唯一的压水堆核电燃料组件生产基地。同时以香料、锂钙、锂电池为主要民品产业，为集生产、科研和国内外贸易为一体的国有军民结合型大型骨干企业。在本次修订中，反馈产品使用情况及方法检测需求信息，同时作为第一验证单位，提供实验样本的准确度验证及精密度数据。中核北方核燃料元件有限公司是中国核工业集团有限公司的重要成员单位，是我国核工业最早建成的核

材料和核燃料元件生产科研基地，为我国“两弹一艇”的研制以及和平利用原子能做出了重要贡献。在本次修订过程中，提供实验样本的精密度数据，并对标准文本等提出了相应的修改意见。

## 2. 本标准起草人员及其工作职责

本标准主要起草人：王佳丽、白英丽、李晖、马肖、湛慧慧、韩淑珍、陈岚、安宁、张健康、张新辉、陈红、秦雅男。

各起草人在本标准编制过程中的工作职责见表 1。

表 1 工作成员及所做工作

起草人	所做工作
王佳丽、白英丽、李晖、陈红、秦雅男	负责样品搜集、试验方案的确定、条件试验实施、样品测试、方法验证等。
马肖	标准技术内容审核、试验进度组织协调、标准文件和编制说明编写等。
湛慧慧、韩淑珍、陈岚、安宁、秦雅男	对标准文件和编制说明提出修改建议、方法验证等。
张健康、张新辉	标准修订工作的整体统筹及指导，技术性修改建议等。

## (四) 主要工作过程

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

### 1. 立项阶段

2020 年 11 月，西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委提交 YS/T 426.1-2000《铈铈芯块化学分析方法 氟化钾滴定法测定铈量》标准修订的项目建议书、标准草案和立项报告等材料，经全体委员论证同意立项。随后由秘书处组织全体委员网络投票，投票通过后转报给工业和信息化部科技司，并挂网向社会公开征求意见。

2022 年 4 月 29 日，工业和信息化部发布了《关于印发 2022 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函[2022]94 号），正式下达该标准的修订任务，标准名称为《铈铈芯块化学分析方法 第 1 部分：铈含量的测定 氟化钾滴定法》，项目计划编号为 2022-0229T-YS，项目周期为 18 个月，完成年限为 2023 年 10 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

### 2. 起草阶段

#### 2.1 任务落实

2022 年 8 月 25 日，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委在湖北省宜昌市组织召开《铈铈芯块化学分析方法》修订任务落实会。会上确定了由西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司牵头负责《铈铈芯块化学分析方法 第 1 部分：铈含量的测定 氟化钾滴定法》的起草工作，由中核建中核燃料元件有限公司、中核北方核燃料元件有限公司两家单位协助起草；明确了所采用的分析方法及其测定范围；同时确定了样品制备单位、进度安排等事项。

#### 2.2 样品收集及试验研究

2022年9月~2022年11月编制组委托中核建中核燃料元件有限公司、中核北方核燃料元件有限公司根据市场上铈铍芯块产品的生产和应用情况,结合西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司生产及研究情况,开展试验样品的成分设计、选材和制备,充分考虑到试验样品的代表性,共制备了SbBe-1#、SbBe-2#、SbBe-3#三种牌号的铈铍芯块样品为本标准统一的试验样品,相关信息见表2所示。

表2 本标准试验样品的基本信息

序号	牌号	样品状态	铍的含量水平/%
1	SbBe-1#	粉末状	~5.00%
2	SbBe-2#	粉末状	~17.50%
3	SbBe-3#	粉末状	~32.00%

2022年12月~2023年2月编制组开展大量试验研究工作,形成方法研究报告以及标准文本和编制说明的讨论稿。试验内容主要包含样品预处理、元素共存量、pH值选择、试剂用量等方法影响因素讨论,以及方法相关精密度和准确度验证。

### 3. 征求意见阶段

编制组通过发函,全国有色金属标准化技术委员会将《铈铍芯块化学分析方法 第1部分:铍含量的测定 氟化钾滴定法》征求意见资料在中国有色金属标准质量信息网([www.cnsmq.com](http://www.cnsmq.com))上挂网,向社会公开征求意见。征求意见的单位包括主要生产、经销、使用、科研、第三方检验机构等单位及大专院校,征求意见单位广泛且具有代表性。

2023年2月22日~23日由全国有色金属标准化技术委员会主持,在广东省佛山市召开标准讨论会,来自国标(北京)检验认证有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、西北有色金属研究院、宝鸡钛业股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、五矿钼业股份有限公司等单位的四十多名专家代表参会,对本文件的讨论稿、编制说明、试验报告进行了充分、细致的讨论,并提出修改意见。编制组根据汇总意见,采纳以上专家意见,对标准讨论稿进行修改和完善,形成预审稿。

2023年5月29日~31日由全国有色金属标准化技术委员会主持,在云南省大理市召开标准讨论会,来自国标(北京)检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司、五矿钼业股份有限公司等单位的五十多名专家代表参会,对本文件的预审稿、编制说明、试验报告进行了充分、细致的讨论,并提出修改意见。编制组根据汇总意见,采纳以上专家意见,对标准预审稿进行修改和完善,形成送审稿。

## 二、标准的编制原则

### (一) 符合性

标准格式严格按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》等文件的要求编写。

### (二) 适用性和先进性

本标准是对YS/T 426.1-2000《铈铍芯块化学分析方法 氟化钾滴定法测定铍量》的修订起草。在充分调研国内外铈铍芯块相关产品标准及行业内铈铍芯块分析检测实际需求的基础上,对原标准的测定范围、测定方法、试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充,进一步规范了铈铍芯块中铍含量的分析方法,同时又体现了行业内对铈铍芯块化学成分分析的技术水平,具有先进性、可操作性和广泛的适用性。主要修订内容如下:

1) 更改了测定方法,由常规滴定法修改为电位滴定法,满足产品的准确、快速分析,提高了标准的适用性和先进性。

2) 更改了测定范围,测定范围由 5.00%~30.00%修改为 5.00%~40.00%,拓展了标准的适用面。

3) 补充精密度数据,提高了标准的可参照性。

### 三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

#### (一) 测定方法的修订

YS/T 426.1-2000《铈铍芯块化学分析方法 氟化钾滴定法测定铍量》使用常规滴定法,采用氢溴酸挥发除铈,将铈与铍完全分离以排除分析干扰,实验分析流程较长,而且方法依靠酚酞指示剂变色来判断滴定终点,操作中指示剂变色的缓变现象导致对分析人员经验及技能等要求较高,不易掌握,难以排除人为误差。相比于常规滴定法,电位滴定法采用电位突变自动读数,对反应终点的判断更加敏锐,分析误差也更小,具有准确度高、抗干扰能力强、检测速度快、操作简单等优点。故本标准将测定方法由常规滴定法修改为电位滴定法。对日常检测的样品进行分析方法测试比较,结果见表 3。

表 3 测定方法的比较

测定方法	测定结果/%	分析时间/h
常规滴定法	21.50, 21.50, 21.40, 21.40, 21.45	4.5
电位滴定法	21.41, 21.43, 21.48, 21.43, 21.47	2.5

由表 3 可以看出,方法检测结果具备一致性,但电位滴定法具有更高的分析效率和更好的分析精密度。

#### (二) 测定范围的修订

在制定铈铍芯块中铍含量测定范围时,根据 YS/T 425-2013《铈铍芯块》标准文件,以及产品客户的反馈要求及产品的要求,结合日常检测样品实际情况,对产品铍含量测定范围作了拓展,最终确定出本文件铍的测定范围,见表 4。

表 4 产品要求范围与本标准测定范围的比较

元素	产品要求范围/%	本标准范围/%
Be	20.30~23.30	5.00~40.00

#### (三) 样品预处理

YS/T 426.1-2000《铈铍芯块化学分析方法 氟化钾滴定法测定铍量》原方法常规滴定中需将铈与铍完全分离以排除干扰,需加入 3 次“3 mL 盐酸及 5 mL 氢溴酸”以达完全除铈目的,对实验操作及现象判断要求严格,也比较耗时。考虑到工作效率问题,在测定方法更新同时对样品处理步骤相应试验。本法采用实际生产样品试验了“不除铈”及“多次挥发除铈”对电位滴定的影响,试验情况如表 5。

表 5 样品预处理试验

样品量/g	实验步骤	测定值/%	滴定现象
0.1000	不除铈,直接测定	21.27, 21.60, 22.08	沉淀,浑浊,溶液泛黄,盐度过大,搅拌器及传输管表面污染,难清洗
0.1000	采用“3 mL 盐酸及 5 mL 氢溴酸”蒸 1 遍	22.27, 22.27, 21.94	无异常