

锑铍芯块化学分析方法
第4部分：铝、铅、铁、锰、镁
含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of antimony-beryllium pellets—
Part 4: Determination of aluminum, lead, iron, manganese and
magnesium contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件是YS/T 426《铍锑芯块化学分析方法》第4部分。YS/T 426已发布以下部分：

- 第1部分：氟化钾滴定法测定铍量；
- 第2部分：溴酸钾滴定法测定锑量；
- 第3部分：8-羟基喹啉分光光度法测定铝量；
- 第4部分：原子吸收光谱法测定铅、铁、锰、镁量；
- 第5部分：硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第6部分：氧化铍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：高频-红外吸收法测定碳量。

本文件代替YS/T 426. 4—2000《铍锑芯块化学分析方法 第4部分：原子吸收光谱法测定铅、铁、锰、镁量》，与YS/T 426. 4—2000相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测定方法，由原子吸收光谱法修改为电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- b) 增加了测定元素，在电感耦合等离子体原子发射光谱法中增加铝元素的测定；
- c) 增加了样品条款（见第7章）；
- d) 增加了精密度条款（见第10章）；
- e) 增加了试验报告条款（见第11章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：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。

本文件主要起草人：孙洪涛、王巧、马肖、李晖、湛慧慧、袁翠宏、陈岚、纪秋宇、张健康、张新辉、刘军、殷艺丹。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2000年首次发布为YS/T 426. 4—2000；
- 2023年第一次修订时，并入了YS/T 426. 3—2000《铍锑芯块化学分析方法 第3部分：8-羟基喹啉分光光度法测定铝量》的内容；
- 本次为第一次修订。

引 言

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，芯块中化学成分需控制在一定范围内，是影响芯块质量的重要控制指标，因此精确控制其含量是保证铈铍芯块产品质量的关键。YS/T 426拟由六部分构成。

- 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
 - 第2部分：铈含量的测定 溴酸钾滴定法；
 - 第3部分：碳含量的测定 高频红外吸收法。
 - 第4部分：铝、铅、铁、锰、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
 - 第5部分：硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
 - 第6部分：氧化铍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 本文件为提升铈铍芯块在核工业的应用提供有力支撑。

本次对YS/T 426.4的修订，重点考虑了YS/T 426.4-2000的方法适用性，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定铝、铅、铁、锰、镁5种元素，无需分离铈基体，代替流程复杂的原子吸收光谱法及分光光度法，大幅度提高工作效率，进一步提升该方法检测能力。

锑铍芯块化学分析方法 第4部分：铝、铅、铁、锰、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——锑铍芯块样品有全身性毒作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了锑铍芯块中铝、铅、铁、锰、镁含量的测定方法。

本文件适用于锑铍芯块半成品和成品中铝、铅、铁、锰、镁含量的测定。测定范围（质量分数）：0.005 0%~0.20%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用盐酸和硝酸溶解，在酒石酸介质中，以氩等离子体为离子化源，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，采用标准加入法绘制工作曲线，于推荐的分析线波长处测量试液中被测元素的发射强度，得到被测元素的质量浓度。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，符合 GB/T 6682 二级水规定。

5.2 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.4 酒石酸溶液（10 g/L）。

5.5 铝标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属铝（ $\omega_{Al}\geq 99.99\%$ ），溶于 2+1 盐酸溶液中，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

5.6 铅标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属铅（ $\omega_{Pb}\geq 99.99\%$ ），溶于 1+2 硝酸溶液中，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

5.7 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属铁（ $\omega_{Fe}\geq 99.99\%$ ），加入 15 mL 盐酸溶解，滴加 3% 过氧化氢 3 滴~5 滴，加热，将溶液蒸发至体积约为 10 mL，冷却后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

YS/T 426.4—20××

5.8 锰标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属锰 ($\omega_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$)，溶于 1+1 硝酸溶液 10 mL 中，水浴上蒸发近干，加入 1+9 盐酸溶液 5 mL，再在水浴上蒸发近干，加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

5.9 镁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 高纯金属镁 ($\omega_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$)，溶于 2+1 盐酸溶液中，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

5.10 混合标准溶液 A：分别移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液 (5.5)、铅标准贮存溶液 (5.6)、铁标准贮存溶液 (5.7)、锰标准贮存溶液 (5.8)、镁标准贮存溶液 (5.9) 至 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液中含铝、铅、铁、锰、镁各元素质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.11 混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 铝、铅、铁、锰、镁混合标准溶液 A (5.10) 至 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液中含铝、铅、铁、锰、镁各元素质量浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.12 混合标准溶液 C：移取 10.00 mL 铝、铅、铁、锰、镁混合标准溶液 B (5.11) 至 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液中含铝、铅、铁、锰、镁各元素质量浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.13 氩气 (体积分数不小于 99.99%)。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率小于 0.006 nm (200 nm 处)。

6.2 各元素分析谱线：各元素推荐的分析谱线见表 1。

表 1 各元素推荐的分析线波长

元素	铝	铅	铁	锰	镁
波长/nm	396.152	182.143	240.489	257.610	279.553

7 样品

样品呈颗粒状或粉末状，粒度一般不大于 75 μm 。

8 分析步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品 (7)，精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将试料(8.1)置于150 mL烧杯中,以少许水湿润,缓慢分次加入5 mL盐酸(5.2)和1 mL硝酸(5.3),在电热板上低温加热至完全溶解,加入10 mL酒石酸溶液(5.4),冷却至室温后,移入100 mL容量瓶中,混匀,待测。

8.5 标准工作溶液的配制

采用标准加入法配置标准溶液系列。称取1.0000 g样品(7,与待测样品成分相近),按8.4方法溶解,移入100 mL容量瓶中。分别移取10.00 mL于6个100 mL容量瓶,再依次加入0、5.00 mL混合标准溶液C(5.12),5.00 mL混合标准溶液B(5.11),1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL混合标准溶液A(5.10),用水稀释至刻度,混匀。此标准系列中铝、铅、铁、锰、镁的质量浓度(只考虑待测元素加入量)分别为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 和3.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

8.6 测量

仪器优化后,按设备软件自带标准加入法(MSA)程序,于推荐的分析线,浓度由低到高测量标准工作溶液(8.5)中被测元素的发射光强度。以质量浓度为横坐标,分析线发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。当工作曲线的线性关系达到0.999以上时,测量空白溶液(8.3)与试料试液(8.4)中被测元素的发射光强度,计算机自动由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

铝、铅、铁、锰、镁量以质量分数 ω_x 计,按公式(1)计算:

$$\omega_x = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω_x ——被测元素的质量分数,单位为百分含量(%);
- ρ_i ——试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字,数字修约按GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表2给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据数据见附录A。

表2 重复性限(r)

铝的质量分数 %	0.0062	0.052	0.20
r /%	0.0005	0.002	0.01

铅的质量分数 %	0.0055	0.047	0.21
r/%	0.0009	0.005	0.01
铁的质量分数 %	0.018	0.075	0.24
r/%	0.001	0.005	0.01
锰的质量分数 %	0.0061	0.057	0.21
r/%	0.0003	0.004	0.01
镁的质量分数 %	0.0045	0.033	0.20
r/%	0.0003	0.003	0.01

10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差

铝的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0010
>0.010~0.10	0.007
>0.10~0.20	0.02
铅的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0010
>0.010~0.10	0.007
>0.10~0.20	0.02
铁的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0010
>0.010~0.10	0.007
>0.10~0.20	0.02
锰的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0010
>0.010~0.10	0.006
>0.10~0.20	0.02
镁的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0010
>0.010~0.10	0.005

>0.10~0.20	0.02
------------	------

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测定结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2023 年由 3 家实验室对铝、铅、铁、锰、镁含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铝、铅、铁、锰、镁含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

元素	实验室	水平数	σ/% (n=11)										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Al	1	1	0.00600	0.00605	0.00603	0.00608	0.00615	0.00618	0.00638	0.00587	0.00606	0.00597	0.00625
		2	0.0517	0.0516	0.0516	0.0521	0.0524	0.0524	0.0519	0.0519	0.0517	0.0516	0.0517
		3	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.201	0.201	0.201
	2	1	0.00659	0.00665	0.00630	0.00672	0.00635	0.00688	0.00633	0.00649	0.00651	0.00633	0.00659
		2	0.0488	0.0490	0.0497	0.0494	0.0491	0.0492	0.0489	0.0482	0.0500	0.0485	0.0494
		3	0.194	0.194	0.193	0.193	0.190	0.190	0.193	0.193	0.192	0.192	0.192
	3	1	0.00589	0.00601	0.00590	0.00578	0.00580	0.00588	0.00607	0.00583	0.00612	0.00587	0.00605
		2	0.0537	0.0544	0.0526	0.0540	0.0533	0.0529	0.0539	0.0527	0.0548	0.0536	0.0545
		3	0.194	0.194	0.195	0.196	0.196	0.196	0.198	0.198	0.195	0.195	0.196
Pb	1	1	0.00584	0.00546	0.00591	0.00575	0.00588	0.00611	0.00542	0.00521	0.00578	0.00516	0.00554
		2	0.0469	0.0454	0.0434	0.0447	0.0473	0.0446	0.0465	0.0464	0.0471	0.0435	0.0432
		3	0.209	0.212	0.215	0.209	0.210	0.216	0.217	0.215	0.211	0.212	0.208
	2	1	0.00535	0.00542	0.00509	0.00555	0.00547	0.00591	0.00512	0.00535	0.00522	0.00543	0.00492
		2	0.0505	0.0472	0.0494	0.0484	0.0490	0.0477	0.0466	0.0464	0.0488	0.0458	0.0480
		3	0.206	0.202	0.206	0.207	0.208	0.203	0.203	0.208	0.211	0.203	0.211
	3	1	0.00501	0.00542	0.00514	0.00569	0.00536	0.00544	0.00599	0.00547	0.00584	0.00563	0.00597
		2	0.0498	0.0515	0.0468	0.0502	0.0491	0.0479	0.0469	0.0490	0.0468	0.0472	0.0489
		3	0.206	0.198	0.205	0.206	0.206	0.199	0.200	0.205	0.197	0.203	0.197
Fe	1	1	0.0178	0.0181	0.0178	0.0179	0.0178	0.0181	0.0178	0.0177	0.0180	0.0180	0.0179
		2	0.0714	0.0719	0.0717	0.0719	0.0746	0.0744	0.0746	0.0744	0.0740	0.0720	0.0719
		3	0.240	0.239	0.239	0.239	0.239	0.240	0.247	0.247	0.247	0.247	0.247
	2	1	0.0183	0.0186	0.0185	0.0188	0.0179	0.0184	0.0179	0.0183	0.0179	0.0184	0.0189
		2	0.0782	0.0742	0.0736	0.0766	0.0747	0.0783	0.0744	0.0763	0.0777	0.0739	0.0753
		3	0.243	0.237	0.235	0.236	0.234	0.236	0.234	0.234	0.237	0.243	0.237
	3	1	0.0176	0.0173	0.0177	0.0168	0.0174	0.0176	0.0176	0.0177	0.0169	0.0175	0.0173
		2	0.0780	0.0739	0.0755	0.0764	0.0737	0.0758	0.0779	0.0762	0.0773	0.0741	0.0769
		3	0.232	0.239	0.233	0.235	0.237	0.235	0.238	0.240	0.238	0.234	0.235
Mn	1	1	0.00628	0.00626	0.00630	0.00630	0.00629	0.00632	0.00630	0.00631	0.00631	0.00632	0.00629
		2	0.0571	0.0572	0.0572	0.0572	0.0594	0.0591	0.0592	0.0592	0.0590	0.0575	0.0573
		3	0.204	0.203	0.203	0.204	0.203	0.204	0.211	0.211	0.210	0.211	0.211
	2	1	0.00591	0.00593	0.00577	0.00602	0.00588	0.00572	0.00603	0.00589	0.00579	0.00582	0.00608

		2	0.0581	0.0569	0.0574	0.0579	0.0587	0.0566	0.0552	0.0595	0.0582	0.0565	0.0583
		3	0.207	0.215	0.215	0.214	0.206	0.212	0.212	0.206	0.210	0.207	0.213
	3	1	0.00592	0.00618	0.00603	0.00602	0.00584	0.00597	0.00600	0.00601	0.00584	0.00594	0.00598
		2	0.0561	0.0545	0.0560	0.0542	0.0543	0.0562	0.0568	0.0570	0.0540	0.0553	0.0546
		3	0.207	0.205	0.199	0.201	0.206	0.202	0.202	0.206	0.208	0.199	0.199
	Mg	1	1	0.00473	0.00472	0.00473	0.00474	0.00477	0.00476	0.00477	0.00481	0.00476	0.00477
2			0.0305	0.0306	0.0305	0.0307	0.0323	0.0319	0.0318	0.0317	0.0320	0.0311	0.0309
3			0.195	0.193	0.194	0.193	0.194	0.194	0.201	0.201	0.200	0.201	0.200
2		1	0.00449	0.00435	0.00439	0.00428	0.00441	0.00437	0.00442	0.00450	0.00439	0.00425	0.00431
		2	0.0335	0.0344	0.0322	0.0327	0.0336	0.0327	0.0328	0.0333	0.0340	0.0320	0.0319
		3	0.199	0.201	0.208	0.201	0.207	0.208	0.199	0.208	0.206	0.206	0.199
3		1	0.00455	0.00452	0.00449	0.00453	0.00460	0.00430	0.00437	0.00446	0.00466	0.00433	0.00442
		2	0.0341	0.0333	0.0350	0.0330	0.0355	0.0347	0.0335	0.0346	0.0339	0.0353	0.0352
		3	0.194	0.192	0.196	0.195	0.200	0.200	0.194	0.198	0.196	0.194	0.192