

铈铍芯块化学分析方法
第 2 部分：铈含量的测定
溴酸钾滴定法

编制说明

(讨论稿)

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司

2024. 1

铈铍芯块化学分析方法
第 2 部分：铈含量的测定
溴酸钾滴定法
编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据 2023 年 5 月 15 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 2023 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[2023]18 号）的要求，有色金属行业标准《铈铍芯块化学分析方法 第 2 部分：铈含量的测定 溴酸钾滴定法》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：2023-0420T-YS，项目周期为 18 个月，完成年限为 2024 年 11 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，采用铈与铍混合粉末模压制造，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。

铈铍芯块中铈含量的化学分析方法，采用的分析方法标准是 YS/T 426.2-2000《铈铍芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量》。YS/T 426.1~426.7-2000《铈铍芯块化学分析方法》由西北稀有金属材料研究院负责起草，于 2000 年发布。本次修订为首次修订。

本次修订基于原方法进行应用范围、试剂材料、样品处理细节方面内容修订。滴定法具备操作简便、稳定性好、分析结果准确等优点，被广泛应用。通过对本标准的修订，优化铈铍芯块中的铈含量测定方法，规范试验步骤及操作内容，对铈铍芯块的研制、生产和应用等提供有力支撑。

（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、宁夏东方钽业股份有限公司。

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及宁夏东方钽业股份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。宁夏东方钽业股份有限公司是中色（宁夏）东方集团有限公司下属控股子公司，是中国有色矿业集团有限公司成员单位。公司主要从事稀有金属钽、铌、钛及其合金等高新技术产品的研发、生产、销售和进出口业务，产品广泛应用于电子、通讯、航空、航天、冶金、石油、化工、体育、医疗、原子能、太阳能等领域。

2. 本标准起草人员及其工作职责

本标准主要起草人：王巧、李晖、马肖、白英丽、湛慧慧、李佳佳、李亚琴、陈岚、田凡、伏军胜、张健康、张新辉、刘军、杨玉琼。

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
王巧、李晖、白英丽、刘军、杨玉琼	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、李佳佳、李亚琴、陈岚、田凡	对标准文件和编制说明提出修改建议、方法验证等。
伏军胜、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

2022 年 5 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 426.2-2000《铋铍芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铋量》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。

2023 年 5 月 15 日，工业和信息化部发布了《关于印发 2023 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[2023]18 号），正式下达该标准的修订任务，标准名称为《铋铍芯块化学分析方法 第 2 部分：铋含量的测定 溴酸钾滴定法》，项目计划编号为 2023-0420T-YS，项目周期为 18 个月，完成年限为 2024 年 11 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

2023 年 5 月 28 日，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委在云南省大理市组织召开《铋铍芯块化学分析方法》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《铋铍芯块化学分析方法 第 2 部分：铋含量的测定 溴酸钾滴定法》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、宁夏东

方钍业股份有限公司三家单位协助起草；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

2023年6月~2023年7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	铈的含量水平/%
1	SbBe-1#	粉末状	~95.00%
2	SbBe-2#	粉末状	~83.00%
3	SbBe-3#	粉末状	~68.00%

2023年8月~2023年12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处理过程、还原剂用量和加热时间、主体铈、杂质元素干扰、滴定温度等影响因素讨论，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2部分：铈含量的测定 溴酸钾滴定法》征求意见资料在中国有色金属标准质量信息网（www.cnsmq.com）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。

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 426.2-2000《铈铍芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量》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、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铈含量的分析方法，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) 更改了测定范围，测定范围由75.00%以上更改为60.00%以上。
- 2) 更改了原理表述。
- 3) 增加了试剂种类，增加硫酸钾和硫酸肼相应描述。
- 4) 更改了样品、试料要求。
- 5) 更改了试样处理步骤。
- 6) 补充了精密度数据，提高标准的可参照性。

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）测定范围的修订

在制定锑铍芯块中锑含量测定范围时,根据 YS/T 425—2013《锑铍芯块》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,对原标准锑含量测定范围作了拓展,最终确定出本文件锑的测定范围,见表 3。

表 3 原标准范围与本标准测定范围的比较

元素	原标准范围/%	本标准范围/%
Sb	>75.00	>60.00

(二) 试料处理方法

YS/T 426.2—2000《锑铍芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定锑量》在试料处理步骤中,采用硫酸溶解,缺少能保证锑均为 Sb(III)的操作过程,在异常情况下,可能会带来实验误差。试验分别使用硫酸处理试料,以及硫酸-硫酸钾溶解试料,加入硫酸肼还原保证 Sb(III)存在状态,结果见表 4。

表 4 试料处理方法比较

试料处理方法	测定结果/%	平均值/%
硫酸溶解	77.80, 77.89, 77.76, 77.65, 77.70	77.76
硫酸-硫酸钾溶解, 硫酸肼还原	77.84, 78.00, 77.96, 77.84, 77.79	77.89

由表 4 可以看出,试样经硫酸钾助溶及硫酸肼还原处理后,测定结果与原方法一致。表明一般情况下,常规产品处理步骤中,Sb(V)存在问题可以忽略。试验最终选择使用硫酸-硫酸钾溶解试料,消除非正常情况下误差存在可能性,确保分析结果准确度。

(三) 还原剂的用量及反应时间

溴酸钾将溶液中 Sb(III)定量氧化为 Sb(V),由化学反应方程式 $3\text{Sb}^{3+} + \text{BrO}_3^- + 6\text{H}^+ = 3\text{Sb}^{5+} + \text{Br}^- + 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{BrO}_3^- + 5\text{Br}^- + 6\text{H}^+ = 2\text{Br}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ 。为保证溴酸钾滴定时锑的价态全部为 Sb(III),加入的硫酸肼的量需足够将存在的 Sb(V)还原。试验准确称取 7 份 100mg 纯锑,按照分析方法,测试不同硫酸肼用量及反应时间对结果的影响,结果见表 5。

表 5 硫酸肼的用量及反应时间试验

锑量 /mg	硫酸肼加入量 /mg	加热时间 /min	测得锑量 /mg	回收率 /%	实验现象
100	100	10	/	/	红色不消失
		30	100.19	100.19	/
		40	99.87	99.87	/
100	150	10	/	/	红色不消失
		30	112.75	112.75	/
		40	99.98	99.98	/

100	200	30	122.60	122.60	/
		40	99.86	99.86	/
		50	/	/	溶液浑浊
100	250	40	101.96	101.96	/
		50	99.77	99.77	/
		60	/	/	溶液浑浊

表 5 表明, 还原剂硫酸肼的加入在 150mg~200mg, 加热冒烟时间 40min~50min 时, 铈的回收率稳定在 99.77% 以上, 测定结果可靠。考虑分析检测效率, 以及还原剂需过量的因素, 选择硫酸肼的加入量为 200mg, 加热冒烟时间为 40min。

(四) 主体铈影响实验

铈铍合金主体元素铈含量 (20.30%~23.30%) 较高, 通过准确称取 5 份不同量的纯铈粉 (质量分数 99.99%), 分别加入与之对应的纯铍 (质量分数大于 99.9%), 使铈和铍总量为 0.1000g (铈和铍占比与实际样品一致), 按实验方法进行测定, 计算铈的回收率, 考察铍的干扰情况, 测定结果见表 6 所示。

表 6 铍基体的干扰试验结果

序号	铈基体/mg	铍加入量/mg	铈测得量/mg	铈回收率/%
1	100	0	99.56	99.56
2	90	10	89.56	99.51
3	80	20	79.64	99.55
4	70	30	69.76	99.66
5	60	40	59.92	99.87

表 6 可见, 以不同量纯铈为基体, 按 0%、10%、20%、30%、40% 加入铍, 测得铈的回收率均在 99.5% 以上, 故本方法中铍不干扰铈的测定。

(五) 共存元素影响

铈铍芯块中杂质来源于原料铍粉 ($w_{\text{Be}} \geq 99.50\%$) 及铈粉 ($w_{\text{Ce}} \geq 99.99\%$), 在工艺过程中, Al, Mg, Mn, Pb, Si 等不易被带入, 也不会对分析结果产生影响, 而杂质铁的质量分数约为 0.020%~0.030%。相似于 Sb (III) 至 Sb (V) 的转化, 铁同样存在 Fe (II) 至 Fe (III) 的氧化问题, 会消耗溴酸钾量给分析结果带来正误差。铈的摩尔质量 (121.8 g/mol) 与铁的摩尔质量 (56 g/mol) 约为 2:1, 而单位量转移电子数比例即所需溴酸钾量正好与之相反, 因此, 铁对滴定带来的误差与其含量基本一致, 其影响在正常情况下是可以忽略的, 但是铁量如果异常, 则会对分析结果造成相应量的误差影响。因此, 在方法试剂要求中, 采用 YS/T 425《铈铍芯块》产品标准对铁含量做了界定说明。

当试剂含有卤族元素 F、Cl、Br 等情况下, 会在热处理过程中导致铈的损失而造成负误差, 但生产工艺过程不会引入这几种元素, 因此在方法中未作说明及界定。

(六) 滴定温度的影响实验

YS/T 426.2—2000《锑铍芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定锑量》标准中要求将溶液加热至沸进行滴定，说明溴酸钾将溶液中 Sb(III) 定量氧化为 Sb(V) 的速率受温度影响大，直接影响锑的测得结果。本实验将 10 份 100mg 纯锑，按照试验步骤，试验不同滴定温度对结果的影响，结果见表 7。

表 7 不同滴定温度对测定结果的影响

含锑量/mg	滴定前温度/℃	滴定后温度/℃	测得锑含量/mg	回收率/%	终点现象
100	100	90	99.84	99.84	/
100	100	90	99.66	99.66	
100	90	80	99.50	99.50	/
100	90	80	99.58	99.58	
100	80	70	99.49	99.49	/
100	80	70	99.76	99.76	
100	70	60	104.75	104.7	近终点红色变淡， 滴定后颜色变化 不明显，加热煮沸 后红的消失
100	70	60	103.94	103.94	
100	60	50	107.54	107.54	
100	60	50	108.92	108.92	

(注：以上温度为近似温度，温差不大于 3℃。)

表 7 可以看出，滴定温度在 70℃~100℃时，锑的回收率均在 99.49%以上，滴定结果准确稳定。当滴定温度低于 70℃时，不利于终点颜色的判断，易导致滴定过量。考虑方便操作，加热溶液至近沸或沸腾取下滴定为宜。

(七) 准确度试验

1. 起草单位加标回收试验

将 3 个不同锑含量的锑铍芯块样品中，对应加入不同量的锑标准溶液，按实验方法进行加标回收试验，结果见表 8。

表 8 起草单位加标回收试验结果

样品编号	测得锑量 /mg	平均值 /mg	加入锑量 /mg	测得锑量 /mg	回收率 /%
SbBe-1#	95.05, 95.08, 94.97, 95.10, 95.15	95.07	50.00	144.72	99.3
			50.00	144.63	99.1
SbBe-2#	83.14, 83.32, 83.37, 83.26, 83.20	83.26	40.00	122.96	99.3
			70.00	152.68	99.2
SbBe-3#	68.19, 68.38, 68.30, 68.26, 68.16	68.26	30.00	98.20	99.8
			60.00	128.22	100.1

由表 8 可知，锑铍芯块样品中锑测定加标回收率在 99.1%~100.1%之间，方法准确度满足要求。

2. 一验加标回收试验

第一验证单位（中核建中核燃料元件有限公司）的加标回收试验结果见表 9。

表 9 一验（中核建中核燃料元件有限公司）加标回收试验结果

样品编号	样品含铈量/mg	加入铈量/mg	测得铈量/mg	回收率/%
SbBe-1#	95.15	50.00	144.75	99.2
SbBe-2#	83.38	40.00	123.10	99.3
		70.00	152.75	99.1
SbBe-3#	68.61	30.00	98.68	100.2
		60.00	128.44	99.7

由表 9 可知，铈铍芯块样品中铈测定加标回收率均在 99.1%~100.2%之间，说明该方法准确可靠，与起草单位结论一致。

（九）精密度试验

对 3 个不同铈含量的铈铍芯块样品，采用本方法分别独立地进行 11 次测定，测定结果见表 10。

表 10 起草单位样品测定结果

试样	测定结果/% (n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	94.68, 94.90, 94.80, 95.10, 95.06, 94.89, 95.12, 95.04, 94.82, 95.04, 94.76	94.93	0.151	0.16
SbBe-2#	83.44, 83.23, 83.06, 83.45, 83.37, 83.41, 82.98, 83.27, 83.44, 83.30, 83.14	83.28	0.163	0.20
SbBe-3#	68.37, 68.44, 68.51, 68.39, 68.52, 68.72, 68.35, 68.39, 68.43, 68.64, 68.36	68.47	0.121	0.18

由表 10 结果可知，本法的 RSD% 在 0.16%~0.20%之间，精密度较好，能满足分析要求。第一验证单位（中核建中核燃料元件有限公司）的精密度试验结果见表 11。

表 11 一验（中核建中核燃料元件有限公司）精密度实验

试样	测定结果/% (n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	94.88, 95.30, 94.90, 95.22, 94.98, 95.28, 95.32, 95.16, 95.32, 95.28, 94.96	95.15	0.179	0.19
SbBe-2#	83.24, 83.29, 83.19, 83.55, 83.37, 83.41, 83.70, 83.27, 83.44, 83.40, 83.34	83.38	0.146	0.18
SbBe-3#	68.57, 68.79, 68.70, 68.56, 68.76, 68.51, 68.45, 68.44, 68.53, 68.62, 68.81	68.61	0.133	0.19

由表 11 结果可知, 铈元素测定相对标准偏差在 0.18%~0.19%之间, 说明该方法的精密度良好, 与起草单位结论一致。

第二验证单位(中核北方核燃料元件有限公司)的精密度试验结果见表 12。

表 12 二验(中核北方核燃料元件有限公司)精密度实验

试样	测定结果/(n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	95.18, 94.82, 95.08, 94.71, 94.62, 94.75, 95.10, 94.78, 95.02, 94.86, 94.78	94.90	0.179	0.19
SbBe-2#	82.98, 83.26, 83.19, 83.15, 83.30, 83.26, 82.96, 82.88, 82.91, 82.94, 82.80	83.08	0.155	0.19
SbBe-3#	68.39, 68.46, 68.18, 68.34, 68.55, 68.26, 68.20, 68.20, 68.32, 68.46, 68.22	68.33	0.126	0.18

由表 12 结果可知, 铈元素测定相对标准偏差在 0.18%~0.19%之间, 说明该方法的精密度良好, 与起草单位结论一致。

第二验证单位(宁夏东方钽业股份有限公司)的精密度试验结果见表 13。

表 15 二验(宁夏东方钽业股份有限公司)精密度实验

试样	测定结果/(n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	94.97, 95.24, 95.08, 94.81, 94.90, 95.10, 95.14, 95.32, 95.06, 94.88, 95.28	95.07	0.168	0.18
SbBe-2#	82.88, 83.36, 83.22, 83.10, 83.27, 83.16, 83.33, 83.08, 83.22, 82.98, 83.39	83.18	0.160	0.19
SbBe-3#	68.52, 68.35, 68.66, 68.54, 68.36, 68.50, 68.73, 68.46, 68.59, 68.39, 68.68	68.53	0.130	0.19

由表 13 结果可知, 铈元素测定相对标准偏差在 0.18%~0.19%之间, 说明该方法的精密度良好, 与起草单位结论一致。

(十) 主要实验(或验证)的分析

按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》, 通过对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、宁夏东方钽业股份有限公司四家单位的试验数据和验证数据分别按照重复性和允许差的公式进行计算, 得到了不同含量的重复性限和允许差。

1. 样品数据对比

起草单位与验证单位的试验结果统计对比见表 14。

表 14 铈的试验结果对比

试验单位		水平 1		水平 2		水平 3	
		$\bar{X}, \%$	s	$\bar{X}, \%$	s	$\bar{X}, \%$	s
西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	起草	94.93	0.151	83.28	0.163	68.47	0.121
中核建中核燃料元件有限公司	一验	95.15	0.179	83.38	0.146	68.61	0.133
中核北方核燃料元件有限公司	二验	94.90	0.179	83.08	0.155	68.33	0.126
宁夏东方钽业股份有限公司	二验	95.07	0.168	83.18	0.160	68.53	0.130

采用格拉布斯检验方法,分别对四家单位中锑含量的测定数据进行异常值情况分析,结果见表 15~表 18。

$$G_1 = \frac{\bar{X} - X_1}{S}, \quad G_n = \frac{X_n - \bar{X}}{S}$$

表 15 不同锑含量水平样品分析结果异常值分析 (西材院)

样品	$\bar{X}/\%$	s	$G_1/\%$	$G_n/\%$	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
SbBe-1#	94.93	0.151	1.640	1.268	2.234	无异常值
SbBe-2#	83.28	0.163	1.845	1.036	2.234	无异常值
SbBe-3#	68.47	0.121	0.952	2.099	2.234	无异常值

表 16 不同锑含量水平样品分析结果异常值分析 (中核建中)

样品	$\bar{X}/\%$	s	$G_1/\%$	$G_n/\%$	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
SbBe-1#	95.15	0.179	1.486	0.977	2.234	无异常值
SbBe-2#	83.38	0.146	1.312	2.176	2.234	无异常值
SbBe-3#	68.61	0.133	1.294	1.478	2.234	无异常值

表 17 不同锑含量水平样品分析结果异常值分析 (中核北方)

样品	$\bar{X}/\%$	s	$G_1/\%$	$G_n/\%$	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
SbBe-1#	94.90	0.179	1.568	1.568	2.234	无异常值
SbBe-2#	83.08	0.155	1.088	1.421	2.234	无异常值
SbBe-3#	68.33	0.126	1.153	1.780	2.234	无异常值

表 18 不同锑含量水平样品分析结果异常值分析 (东方铝业)

样品	$\bar{X}/\%$	s	$G_1/\%$	$G_n/\%$	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
SbBe-1#	95.07	0.168	1.548	1.478	2.234	无异常值
SbBe-2#	83.18	0.160	1.877	1.304	2.234	无异常值
SbBe-3#	68.53	0.130	1.347	1.570	2.234	无异常值

根据格拉布斯检验方法,查表得: n=11, a=0.05时,舍弃界限值为 2.234。表 15~表 18 数据结果显示不同锑含量样品的测定数据无异常值。

2. 方法的重复性限和允许差

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,精密度原始数据参见附录 A,在表 19 给出的平均值范围内,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 19 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 19 重复性限 (r)

锑的质量分数/%	68.48	83.23	95.01
r/%	0.36	0.44	0.48

实验室之间分析结果的差值应不大于表20所列允许差。

表 20 允许差

铈的质量分数 %	允许差 %
60.00~70.00	0.40
>70.00~85.00	0.45
>85.00~100.00	0.50

四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

本文件充分考虑了国内外铈铈芯块研制及生产企业和用户单位的生产工艺技术水平。本文件颁布执行后，将进一步规范铈铈芯块中铈含量的分析检验工作，更好地指导相关行业铈铈芯块的分析检测和应用水平；有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准的技术内容与现行相关法律、法规和强制性国家标准没有冲突。在标准修订过程中充分考虑到了国内外铈铈芯块相关产品标准的技术内容，修订后铈元素的测定范围完全覆盖了目前所有可能出现的铈铈芯块样品，能够与国内外现行的铈铈芯块产品标准配套使用。本标准内容全面、条款详细、格式规范，符合 GB/T 1.1—2020 的相关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

根据标准化法和有关文件规定，建议本标准性质为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

(一)在标准实施前应保证标准文本在铈铈芯块相关生产和应用单位及检测机构中有充足的供应，这是保证新标准贯彻实施的基础。

(二)针对标准使用的不同对象，有侧重地开展标准的宣贯培训，以保证标准的贯彻实施。

(三)对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

(四)建议本标准批准发布6个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

建议废止 YS/T 426.2—2000《铈铈芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量》。

十二、其他应予以说明的事项

无。

《铈铈芯块化学分析方法》标准修订编制组

2024-1