

锑铍芯块化学分析方法
第3部分：碳含量的测定
高频红外吸收法

Methods for chemical analysis of antimony-beryllium pellets—
Part 3: Determination of carbon content—
High frequency infrared absorption method

(讨论稿)

××××-××-××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《铈铈芯块化学分析方法》的第3部分，YS/T 426已经发布了以下部分：

- 第1部分：铈含量的测定 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：氧化铈含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替YS/T 426.7—2000《铈铈芯块化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳量》，与YS/T 426.7—2000相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测定范围，将测定范围由0.0050%~1.00%修改为0.005 0%~0.25%（见第1章）；
- b) 更改了试剂和材料的要求（见第5章，2000年版的第3章）；
- c) 增加了样品条款（见第7章）；
- d) 更改了样品要求（见第7章，2000年版的第5章）；
- e) 更改了仪器预热要求（见8.2，2000年版的6.2.1）；
- f) 更改了校准程序（见8.5，2000年版的6.3）；
- g) 更改了试剂要求（见8.6，2000年版的6.1）；
- h) 增加了精密度条款（见第10章）；
- i) 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、宁夏东方钽业股份有限公司。

本文件主要起草人：×××、×××、×××。

本文件于2000年首次发布，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7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。

本次对YS/T 426.7的修订，重点考虑了YS/T 426.7-2000的方法适用性，综合分析技术与工作效率因素，保障分析设备国产化应用，进一步提升该方法实际应用能力。

锑铍芯块化学分析方法

第3部分：碳含量的测定

高频红外吸收法

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碳含量的测定方法。

本文件适用于锑铍芯块半成品和成品中碳含量的测定。测定范围：0.005 0%~0.25%。

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 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

试料于陶瓷坩埚装载，加入钨助熔剂，在通入氧气流的高频感应炉中燃烧，将碳转化为二氧化碳，随载气气流进入红外吸收池，经红外光源照射，由检测器测量其对特定波长红外能量的吸收，根据吸收值与生成的二氧化碳正比关系，计算出二氧化碳反应量，经计算机软件处理后即可得碳含量。

5 试剂和材料

5.1 纯钨助熔剂： $w_t \leq 0.001$ 0%。

5.2 陶瓷坩埚，25 mm×25 mm。使用前于900℃~1 000℃高温炉中灼烧4 h，冷却后置于干燥器中备用。

5.3 标准物质/标准样品：与待测试料碳量相应的标准物质或标准样品。

5.4 氧气：体积分数不小于99.95%，其他级别氧气若能获得低而一致的空白时，也可使用。

5.5 动力气：可以是氧气、氮气、氩气或压缩空气，其杂质（水和油）含量（质量分数）小于0.5%。

6 仪器设备

高频红外碳硫分析仪。

7 样品

样品呈颗粒状或粉末状，粒度不大于75 μm。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按仪器要求装配好所有部件，按要求连接电源、载气(5.4)及动力气(5.5)。根据要求更换化学试剂和过滤装置。

8.2 仪器预热

仪器分析前要充分预热，使仪器处于正常稳定状态。

8.3 仪器检漏

利用仪器检漏程序确定仪器无漏气现象。

8.4 空白试验

按仪器空白检查程序操作，测定 2.2g 纯钨助熔剂(5.1)和陶瓷坩埚(5.2)以及载气(5.4)的空白，平行测定 3 次~5 次，仪器显示的连续三个空白值的极差不应超过 0.000 5%，进行空白补偿。

8.5 校准程序

8.5.1 选取一种标准物质/标准样品(5.3)，其碳含量包含并接近未知样品的含量，且不超过本方法的检测范围。

8.5.2 按仪器校正程序操作，对该标准物质/标准样品至少分析 3 次~5 次，然后作出标准曲线。

8.5.3 用该标准物质/标准样品作为试样进行分析验证校准。碳的测定结果不应超出标准物质/标准样品(5.3)证书给定的不确定度范围。

8.6 试料

称取 0.10 g~0.15 g 样品(7)，精确到 0.000 1 g。

8.7 平行试验

平行做两份试验。

8.8 试料分析

选择优化的分析条件，将称好的试料(8.6)放入陶瓷坩埚(5.2)中，均匀覆盖 2.2 g 纯钨助熔剂(5.1)，把坩埚放在坩埚托上，按仪器测定程序操作，仪器测定并显示出碳的测定结果。结果保留两位有效数字，数字修约按 GB/T 8170 执行。

9 精密度

9.1 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 1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表1 重复性限(r)

碳的质量分数 %	0.0082	0.046	0.22
r /%	0.0015	0.004	0.02

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 允许差

碳的质量分数 %	允许差 %
0.0050~0.010	0.0020
>0.010~0.10	0.006
>0.10~0.25	0.03

10 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- 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 4 家实验室对碳含量的 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碳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

实验室	水平数	$\sigma_c/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.0078	0.0089	0.0093	0.0079	0.0085	0.0078	0.0079	0.0085	0.0088	0.0092	0.0093
	2	0.0477	0.0483	0.0457	0.0450	0.0471	0.0452	0.0457	0.0471	0.0475	0.0483	0.0481
	3	0.228	0.218	0.225	0.224	0.222	0.226	0.219	0.225	0.225	0.222	0.223
2	1	0.0084	0.0085	0.0075	0.0071	0.0082	0.0073	0.0085	0.0076	0.0072	0.0083	0.0073
	2	0.0443	0.0444	0.0466	0.0451	0.0445	0.0469	0.0444	0.0466	0.0451	0.0445	0.0469
	3	0.218	0.217	0.221	0.214	0.212	0.209	0.218	0.217	0.220	0.218	0.209
3	1	0.0082	0.0084	0.0078	0.0081	0.0082	0.0073	0.0075	0.0075	0.0082	0.0075	0.0075
	2	0.0455	0.0442	0.0461	0.0447	0.0445	0.0469	0.0466	0.0451	0.0445	0.0469	0.0466
	3	0.223	0.222	0.216	0.224	0.209	0.219	0.223	0.224	0.209	0.211	0.219
4	1	0.0093	0.0085	0.0085	0.0081	0.0082	0.0092	0.0079	0.0093	0.0082	0.0093	0.0091
	2	0.0481	0.0472	0.0466	0.0458	0.0471	0.0469	0.0466	0.0453	0.0445	0.0469	0.0466
	3	0.222	0.227	0.235	0.224	0.217	0.219	0.230	0.224	0.218	0.227	0.233