

锑铍芯块化学分析方法  
第2部分：锑含量的测定  
溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of antimony-beryllium pellets—  
Part 2: Determination of antimony content—  
Potassium bromate titrimetric method

(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《铈铈芯块化学分析方法》的第2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 426.2—2000《铈铈芯块化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量》，与YS/T 426.2—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75.00%以上更改为60.00%以上（见第1章，2000年版的第1章）；
- b) 更改了原理表述（见第4章，2000年版的第2章）；
- c) 增加了试剂种类（见5.4，5.5）；
- d) 增加了样品条款（见第6章）；
- e) 更改了样品要求（见第6章，2000年版的第4章）；
- f) 更改了试样处理步骤（见第7章，2000年版的第5章）；
- g) 增加了精密度条款（见第9章）；
- h) 增加了试验报告条款（见第10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、新疆有色金属研究所。

本文件主要起草人：王巧、李晖、马肖、白英丽、湛慧慧、李佳佳、许宁辉、王永生、李亚琴、陈岚、田凡、伏军胜、张健康、张新辉、刘军、杨玉琼、秦雅男、关黎晓。

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。

本次对YS/T 426.2的修订，重点考虑了YS/T 426.2—2000的方法适用性，综合工作需求与检测效率因素，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2部分：锑含量的测定

### 溴酸钾滴定法

**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锑含量的测定方法。

本文件适用于锑铍芯块半成品和成品中锑含量的测定。测定范围：60.00%以上。

#### 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

YS/T 425 锑铍芯块

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料用硫酸-硫酸钾溶解，以硫酸肼将Sb(V)还原为Sb(III)，过量硫酸肼持续加热分解后，在热硫酸-盐酸介质中，以甲基橙做指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 硫酸 ( $\rho=1.84$  g/mL)。

5.3 盐酸 ( $\rho=1.19$  g/mL)。

5.4 硫酸钾。

5.5 硫酸肼。

5.6 硫酸(2+1)。

5.7 盐酸(1+1)。

5.8 甲基橙指示剂(1 g/L)。

5.9 溴酸钾标准滴定溶液：0.010 0 mol/L，准确称取 1.670 g 溴酸钾基准物质（预先于 180 ℃烘干 1 h）置于 1 000 mL 棕色容量瓶中，加少量水溶解，以水稀释至刻度，混匀。

## 6 样品

样品呈颗粒状或粉末状，粒度不大于 75  $\mu\text{m}$ ，铁含量符合 YS/T 425 的规定要求。

## 7 试验步骤

### 7.1 试料

称取 0.100 g 样品 (6)，精确至 0.000 1 g。

### 7.2 平行试验

平行做两份试验。

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.4 测定

7.4.1 将试料 (7.1) 置于预先洗净烘干的 250 mL 锥形瓶中，加入 2 g 硫酸钾 (5.4) 及 0.2 g 硫酸胍 (5.5)，沿瓶壁分次加入 20 mL 硫酸 (5.6)，加热至溶解完全并确保瓶壁无附着硫酸胍固体，继续加热冒烟 35min~40 min，取下冷却。

7.4.2 将锥形瓶略微倾斜，并在持续转动下沿瓶壁加入 65 mL 水，25 mL 盐酸 (5.7)，加热溶液至沸，取下，趁热加入 2 滴甲基橙指示剂 (5.8)，即刻在充分摇动下用溴酸钾标准滴定溶液 (5.9) 滴定至接近终点，补加 1 滴甲基橙指示剂 (5.8) 消除温度降低对指示灵敏度影响，继续滴定至红色消失为终点。

## 8 试验数据处理

锡量以质量分数  $w$  计，按公式 (1) 计算：

$$w = \frac{c(V_1 - V_0) \times 3 \times 121.670 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $w$ ——锡的质量分数，单位为百分含量 (%)；
- $c$ ——溴酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- $V_1$ ——滴定试料溶液所消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- $V_0$ ——滴定空白溶液时所消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- 3——溴酸钾标准滴定溶液与 Sb (III) 反应的摩尔比值；
- 121.760——锡的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)；
- $m$ ——试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留四位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

## 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，在以下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 ( $r$ ) 的情况不超过 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 ( $r$ )

铈的质量分数 %	68.47	83.23	95.01
$r$ /%	0.38	0.44	0.48

## 9.2 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不应超过再现性限 ( $R$ )，超过再现性限 ( $R$ ) 的情况不超过 5%，再现性限 ( $R$ ) 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验数据见附录 A。

表 2 再现性限 ( $R$ )

铈的质量分数 %	68.47	83.23	95.01
$R$ /%	0.47	0.52	0.54

## 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 5 家实验室对锑含量的 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锑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	$\sigma_{\text{re}}/\%$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	68.37	68.44	68.51	68.39	68.52	68.72	68.35	68.39	68.43	68.64	68.36
	2	83.44	83.23	83.06	83.45	83.37	83.41	82.98	83.27	83.44	83.30	83.14
	3	94.68	94.90	94.80	95.10	95.06	94.89	95.12	95.04	94.82	95.04	94.76
2	1	68.57	68.79	68.70	68.56	68.76	68.51	68.45	68.44	68.53	68.62	68.81
	2	83.24	83.29	83.19	83.55	83.37	83.41	83.70	83.27	83.44	83.40	83.34
	3	94.88	95.30	94.90	95.22	94.98	95.28	95.32	95.16	95.32	95.28	94.96
3	1	68.39	68.46	68.18	68.34	68.55	68.26	68.20	68.20	68.32	68.46	68.22
	2	82.98	83.26	83.24	83.10	83.30	83.26	82.96	82.94	82.91	82.94	82.98
	3	95.18	94.82	95.08	94.71	94.62	94.95	95.10	94.78	95.02	94.86	94.78
4	1	68.52	68.29	68.66	68.54	68.28	68.50	68.73	68.46	68.59	68.39	68.68
	2	82.88	83.36	83.22	83.10	83.27	83.16	83.33	83.08	83.22	82.98	83.39
	3	94.97	95.24	95.08	94.81	94.90	95.10	95.14	95.32	95.06	94.88	95.28
5	1	68.44	68.57	68.29	68.29	68.61	68.25	68.34	68.58	68.49	68.30	68.56
	2	83.18	83.35	83.02	83.41	82.96	83.22	83.30	83.33	83.29	83.27	83.08
	3	94.86	94.92	95.06	95.34	95.28	95.01	95.10	94.88	94.84	95.06	94.94