

铈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

编制说明

（预审稿）

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司

2024. 2

铈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
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3部分：碳含量的测定 高频红外吸收法》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：2023-0421T-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。

铈铍芯块中碳含量的化学分析方法，采用的分析方法标准是YS/T 426.7-2000《铈铍芯块化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳量》。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相应设备、试剂、材料方面国产化应用修订。高频红外吸收法测定碳的分析技术具备测量范围宽、抗干扰力强、操作简便、分析结果准确可靠等优点，已被广泛应用，在未来具有稳定性。通过对本标准的修订，可以快速准确地测定铈铍芯块中的碳含量，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、新疆有色金属研究所。

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、新疆有色金属研究所为二验单位，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，验证试验条件以及方法的定量下限，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。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。在本次修订过程中，提供实验样本的精密度数据。新疆有色金属研究所是国内唯一从事轻稀有金属锂铷铯冶炼、分析、新材料开发和推广应用的专业科研生产单位，是新疆维吾尔自治区重点科研院所之一。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：李晖、马肖、白英丽、孙洪涛、湛慧慧、李清超、许宁辉、王永生、李亚琴、陈岚、吕志文、伏军胜、张健康、张新辉、王巧、陈红、莫蓉、关黎晓。

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
李晖、白英丽、孙洪涛、王巧、陈红、莫蓉	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、李清超、许宁辉、王永生、李亚琴、陈岚、吕志文、关黎晓	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 426.7-2000《铋铍芯块化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳量》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英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 3 部分：碳含量的测定 高频红外吸收法》，项目计划编号为 2023-0421T-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3部分:碳含量的测定 高频红外吸收法》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、宁夏东方钽业股份有限公司、新疆有色金属研究所4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~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铋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#三种牌号的铋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	碳的含量水平/%
1	SbBe-1#	粉末状	~0.0050%
2	SbBe-2#	粉末状	~0.050%
3	SbBe-3#	粉末状	~0.25%

2023年8月~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。试验内容主要包含分析参数选择、样品量、助熔剂选择、助熔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《铋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》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。

2024年1月17日~18日由全国有色金属标准化技术委员会主持,在海南省琼海市召开标准讨论会,来自大连海关技术中心、国标(北京)检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、西北有色金属研究院、宝鸡钛业股份有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、广东省科学院工业分析检测中心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。编制组共发送《征求意见稿》的单位数22个,收到《征求意见稿》后,回函的单位数22个,收到《征求意见稿》后,回函并有建议或意见的单位数4个,详见标准征求意见稿意见汇总处理表。征求意见范围广泛且具代表性,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。

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 426.7-2000《铈铈芯块化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳量》的修订起草。在充分调研国内外铈铈芯块相关产品标准及行业内铈铈芯块分析检测实际需求的基础上，对原标准的测定范围、分析设备、试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充，进一步规范了铈铈芯块中碳含量的分析方法，同时又体现了行业内对铈铈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0.0050%~1.00%修改为0.005 0%~0.25%。
- 2) 更改了试剂、材料、样品、试料的要求。
- 3) 更改了仪器预热要求、方法校准程序。
- 4) 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

在制定铈铈芯块中碳含量测定范围时，根据YS/T 425-2013《铈铈芯块》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，对产品碳含量测定范围作了界定，最终确定出本文件碳的测定范围，见表3。

表3 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/%
C	≤0.10	0.0050~0.25

（二）检测设备国产化替代可行性分析

在检测设备选择方面，由于国产碳硫仪在检测技术上持续进步，且具备价格适宜，备件易购，维修便利，维护简便等应用优势，故考虑采用国产设备替代进口设备。为确保本法在国产设备的应用可行性，对国产及进口设备的技术构造区别，以及对本标准方法的测试影响做了探讨，内容见表4。

表4 设备比较及测试影响

仪器构造、参数及能力	进口设备	国产设备	对本方法影响
分析功率	0-2.2 kW，可调	3.8 kW，不可调	不影响
气路结构	氧气为载气，压缩空气、氩气为动力气	氧气为载气，氧气兼动力气，或压缩空气、氩气为动力气	不影响
分析气体处理	配置热的气体进气净化炉，以及分析气体催化炉	无气体热处理功能，或催化炉温度较低一些	不影响
分析范围	0.6ppm~6.0%	0.1ppm~6.0%	满足
检出限	0.001ppm	1 ppm	满足

由表4分析比较可知，在本方法测定范围内，国产化设备应用是可行的。但因条件限制，仅能对市场上部分型号国产、进口设备进行了考察，因此在修订过程中，不仅去除了一些附带进口设备特色的要素，也在仪器预热要求，以及试剂、材料内容方面尽量做了更广泛一些的描述，以保证国产、进口设备均适用于本方法，增进方法适应性。

本文件相关试验设备均为国产分析设备。仪器工作参数见表5。

表5 仪器工作参数

动力气压力	0.40 MPa
分析功率	3.8 kW
分析压力	0.065 MPa
冲洗时间	15 s
分析时间	30 s

(三) 样品量的选择

铈铈芯块中碳量主要来自于原料铈粉（碳质量分数约为 0.050%），基于产品铈粉及铈粉均匀度要求，会保证碳随之均匀分布。芯块破碎后要满足其主体及各项杂质元素分析，受到样品总量限制，因此，各项检测尽量选择较少的称样量，以适应工作整体要求。试验选择称样量为 0.10 g~0.15 g，对常规样品进行 11 次分析，结果见表 6。

表 6 样品量试验结果

C 测定值/%	s	C 平均值/%	RSD/%
0.0235, 0.0232, 0.0235, 0.0235, 0.0228, 0.0216, 0.0235, 0.0231, 0.0218, 0.0234, 0.0211	0.00085	0.0228	3.71

表 6 可见，该样品量选择下测定结果满足分析精密度要求。

经过第一验证单位（中核建中核燃料元件有限公司）验证实验（表 7）表明，0.10 g~0.15 g 样品量满足分析要求，与起草单位结论一致。

表 7 样品量试验结果（一验）

C 测定值/%	s	C 平均值/%	RSD/%
0.0226, 0.0224, 0.0231, 0.0227, 0.0232, 0.0236, 0.0219, 0.0225, 0.0221, 0.0229, 0.0217	0.00055	0.0226	2.43

(四) 助熔剂的选择

在总碳分析中，助熔剂具有降低样品的熔点，氧化放热，加速样品熔化，增加样品流动性，稀释样品等作用。因此，助熔剂必须合理选用。本实验分别使用钨锡、纯钨、纯铁以及相互搭配混合助熔剂，对同一样品平行测定 3 次，检测碳的燃烧及释放效果，试验结果如表 8。

表 8 不同助熔剂对铈铈芯块中碳测定影响

助熔剂种类	C 平均值（质量分数）/%	平均积分时间/s	积分情况	燃烧效果
钨锡	0.017	45	双峰、拖尾	无喷溅
纯钨	0.022	30	正常	无喷溅
纯钨加纯铁	0.019	35	拖尾	喷溅
钨锡加纯铁	0.025	35	拖尾	无喷溅

从表 8 试验结果可以看出，钨锡会使分析积分出现双峰或拖尾现象，加入铁不能改善。由于试料中铈是热的不良导体，需要纯钨的高发热值及快速反应，而不需要锡的稳燃作用。在铈铈芯块中碳的分析过程中，不同型号设备、熔剂，及设备运行状态，对产生实验现象及分析结果会造成差异，纯钨助熔剂的适应性更强，更为可靠，故测定助熔剂选择为纯钨。

经过第一验证单位验证实验（表 9）表明，纯钨助熔剂对样品的分析效果较好，与起草单位结论一致。

表 9 不同助熔剂对锑铍芯块中碳测定影响（一验）

助熔剂种类	C 平均值（质量分数）/%	平均积分时间/s	积分情况	燃烧效果
钨锡	0.016	45	双峰、拖尾	无喷溅
纯钨	0.022	30	正常	无喷溅
纯钨加纯铁	0.019	35	拖尾	喷溅
钨锡加纯铁	0.024	35	拖尾	无喷溅

（五）助熔剂的用量

助熔剂加入量对实验结果有重要影响，过多，试样燃烧会产生飞溅和灰尘，影响分析稳定性，过少，会使样品燃烧不完全。实验在 0.15g 锑铍芯块样品中，分别加入 1.60g、1.70g、2.00g、2.20g、2.40g、2.60g、2.80g 纯钨助熔剂，考察钨助熔剂用量对碳测定的影响，结果见表 10。

表 10 不同助熔剂用量对锑铍芯块中碳测定影响

助熔剂用量/g	C 平均值（质量分数）/%	平均积分时间/s	积分情况	燃烧效果
1.60	0.019	30	正常	气泡
1.80	0.020	30	正常	气泡
2.00	0.022	30	正常	正常
2.20	0.022	30	正常	正常
2.40	0.022	30	正常	正常
2.60	0.022	30	正常	正常
2.80	0.020	30	正常	正常

从表10试验结果可以看出，2.0g~2.6g测定效果一致，考虑适中因素，试验选择钨助熔剂加入量为2.2g。

经过第一验证单位验证实验（表11）表明，采用2.0g~2.6g纯钨助熔剂对样品的测定值高且稳定，与起草单位结论一致。

表 11 不同助熔剂用量对锑铍芯块中碳测定影响（一验）

助熔剂用量/g	C 平均值（质量分数）/%	平均积分时间/s	积分情况	燃烧效果
1.60	0.018	30	正常	气泡
1.80	0.019	30	正常	气泡
2.00	0.022	30	正常	正常
2.20	0.022	30	正常	正常
2.40	0.023	30	正常	正常
2.60	0.022	30	正常	正常
2.80	0.021	30	正常	正常

（六）方法检出限及定量下限

对空白连续测定 11 次，以 3 倍标准偏差为元素检出限，以 10 倍标准偏差为定量下限，结果见下表 12。

表 12 检出限及定量下限

元素	空白值/%	s	检出限/%	定量下限/%
C	0.00032,0.00036,0.00039,0.00054,0.00034,0.00062,0.00036,0.00032,0.00035,0.00045,0.00062	0.00011	0.00033	0.0011

第一验证单位（中核建中核燃料元件有限公司）的方法测定下限见表 13。

表 13 一验（中核建中）的方法测定下限

元素	空白值/%	s	检出限/%	定量下限/%
C	0.00054,0.00062,0.00045,0.00062,0.00060,0.00056,0.00067,0.00039,0.00034,0.00036,0.00032	0.00012	0.00036	0.0012

结合表 12、表 13 可知，分析方法中碳量的测定下限均小于 0.0050%，表明该方法满足定量限要求。

（七）准确度试验

1. 起草单位加标回收试验

按试验方法采用 YSBC11139a-2011 ($w_C=0.032\%$) 及 YSBC11193-2011 ($w_C=119\%$) 钢铁标样，分别对三种锑铍芯块样品进行碳加标回收实验，测定结果如表 14。

表 14 起草单位加标回收试验结果

样品编号	样品含量 C (质量分数) %	C 加入量 (质量分数) %	C 测得量 (质量分数) %	回收率 %
SbBe-1#	0.0085	0.0064	0.0147	96.9
		0.0128	0.0215	101.6
SbBe-2#	0.0469	0.032	0.0778	96.6
		0.064	0.112	101.7
SbBe-3#	0.223	0.0595	0.281	97.5
		0.119	0.338	96.6

由表 14 可知，方法加标回收率在 96.6%~101.7% 之间，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 15。

表 15 一验（中核建中）加标回收试验结果

样品编号	样品含量 C (质量分数) %	C 加入量 (质量分数) %	C 测得量 (质量分数) %	回收率 %
SbBe-1#	0.0078	0.0064	0.0145	104.7
		0.0128	0.0201	96.1
SbBe-2#	0.0454	0.032	0.0778	101.3
		0.064	0.108	97.8
SbBe-3#	0.216	0.0595	0.276	100.8
		0.119	0.337	101.7

由表 15 可知，方法加标回收率在 96.1%~104.7%之间，准确可靠，与起草单位结论一致。

（八）精密度试验

对 3 个不同碳含量的锑铍芯块样品，采用本方法分别独立地进行 11 次测定，测定结果见表 16。

表 16 起草单位样品测定结果

试样	测定结果/% (n=11)	\bar{X} /%	s	RSD/%
SbBe-1#	0.0078, 0.0089, 0.0093, 0.0079, 0.0085, 0.0078, 0.0079, 0.0085, 0.0088, 0.0092, 0.0093	0.0085	0.00057	6.68
SbBe-2#	0.0477, 0.0483, 0.0457, 0.0450, 0.0471, 0.0452, 0.0457, 0.0471, 0.0475, 0.0475, 0.0483, 0.0481	0.0469	0.0012	2.56
SbBe-3#	0.228, 0.218, 0.225, 0.224, 0.222, 0.226, 0.219, 0.225, 0.225, 0.222, 0.223	0.223	0.0028	1.27

由表 16 结果可知，本法 RSD% 在 1.27%~6.68%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 17。

表 17 一验（中核建中）精密度实验

试样	测定结果/% (n=11)	\bar{X} /%	s	RSD/%
SbBe-1#	0.0084, 0.0085, 0.0075, 0.0071, 0.0082, 0.0073, 0.0085, 0.0076, 0.0072, 0.0083, 0.0073	0.0078	0.00053	6.75
SbBe-2#	0.0443, 0.0444, 0.0466, 0.0451, 0.0445, 0.0469, 0.0444, 0.0466, 0.0451, 0.0445, 0.0469	0.0454	0.0011	2.34
SbBe-3#	0.218, 0.217, 0.221, 0.214, 0.212, 0.209, 0.218, 0.217,	0.216	0.0040	1.83

	0.220, 0.218, 0.209			
--	---------------------	--	--	--

由表 17 结果可知,测定相对标准偏差在 1.83%~6.75%之间,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 18。

表 18 二 验 (中核北方) 精密度实验

试样	测定结果/% (n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	0.0082, 0.0084, 0.0078, 0.0081, 0.0082, 0.0073, 0.0075, 0.0075, 0.0082, 0.0075, 0.0075	0.0078	0.00037	4.70
SbBe-2#	0.0455, 0.0442, 0.0461, 0.0447, 0.0445, 0.0469, 0.0466, 0.0451, 0.0445, 0.0469, 0.0466	0.0456	0.0010	2.20
SbBe-3#	0.223, 0.222, 0.216, 0.224, 0.209, 0.219, 0.223, 0.224, 0.209, 0.211, 0.219	0.218	0.0057	2.60

由表 18 结果可知,测定相对标准偏差在 2.20%~4.70%之间,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 19。

表 19 二 验 (宁夏东方钽业) 精密度实验

试样	测定结果/% (n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	0.0093, 0.0085, 0.0085, 0.0081, 0.0082, 0.0092, 0.0079, 0.0093, 0.0082, 0.0093, 0.0091	0.0087	0.00055	6.28
SbBe-2#	0.0481, 0.0472, 0.0466, 0.0458, 0.0471, 0.0469, 0.0466, 0.0453, 0.0445, 0.0469, 0.0466	0.0465	0.00094	2.02
SbBe-3#	0.222, 0.227, 0.235, 0.224, 0.217, 0.219, 0.230, 0.224, 0.218, 0.227, 0.233	0.225	0.0057	2.53

由表 19 结果可知,测定相对标准偏差在 2.02%~6.28%之间,方法的精密度良好,与起草单位结论一致。

第二验证单位(新疆有色金属研究所)的精密度试验结果见表 20。

表 20 二 验 (新疆有色) 精密度实验

试样	测定结果/% (n=11)	$\bar{X}/\%$	s	RSD/%
SbBe-1#	0.0081, 0.0093, 0.0092, 0.0081, 0.0083, 0.0088, 0.0079, 0.0078, 0.0079, 0.0082, 0.0092	0.0087	0.00055	6.57
SbBe-2#	0.0471, 0.0482, 0.0468, 0.0462, 0.0481, 0.0457, 0.0477, 0.0474, 0.0481, 0.0448, 0.0478	0.0471	0.0011	2.25
SbBe-3#	0.235, 0.222, 0.236, 0.233, 0.237, 0.227, 0.225, 0.219, 0.231, 0.237, 0.235	0.231	0.0061	2.64

由表 20 结果可知,测定相对标准偏差在 2.25%~6.57%之间,方法的精密度良好,与起草单位结论一致。

(九) 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、新疆有色金属研究所 5 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 21。

表 21 碳的试验结果对比

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	0.0085	0.00057	0.0469	0.0012	0.223	0.0028
中核建中核燃料元件有限公司	一验	0.0078	0.00053	0.0454	0.0011	0.216	0.0040
中核北方核燃料元件有限公司	二验	0.0078	0.00037	0.0456	0.0010	0.218	0.0057
宁夏东方钽业股份有限公司	二验	0.0087	0.00055	0.0465	0.00094	0.225	0.0057
新疆有色金属研究所	二验	0.0084	0.00056	0.0471	0.0011	0.231	0.0061

采用格拉布斯检验方法，分别对 5 家单位中碳含量的测定数据进行异常值情况分析，结果见表 22~表 26。

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

表 22 不同碳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#	0.0085	0.00057	1.255	1.356	2.234	无异常值
SbBe-2#	0.0469	0.0012	1.569	1.183	2.234	无异常值
SbBe-3#	0.223	0.0028	1.890	1.634	2.234	无异常值

表 23 不同碳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#	0.0078	0.00053	1.282	1.287	2.234	无异常值
SbBe-2#	0.0454	0.0011	1.028	1.422	2.234	无异常值
SbBe-3#	0.216	0.0040	1.700	1.333	2.234	无异常值

表 24 不同碳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#	0.0078	0.00037	1.389	1.570	2.234	无异常值
SbBe-2#	0.0456	0.0010	1.395	1.295	2.234	无异常值
SbBe-3#	0.218	0.0057	1.600	1.040	2.234	无异常值

表 25 不同碳含量水平样品分析结果异常值分析（东方钽业）

样品	$\bar{X}/\%$	s	$G_1/\%$	$G_n/\%$	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
----	--------------	---	----------	----------	------------------------	----

SbBe-1#	0.0087	0.00055	1.426	1.176	2.234	无异常值
SbBe-2#	0.0465	0.00094	2.141	1.695	2.234	无异常值
SbBe-3#	0.225	0.0057	1.420	1.740	2.234	无异常值

表 26 不同碳含量水平样品分析结果异常值分析（新疆有色）

样品	$\bar{X}/\%$	s	G ₁ /%	G ₂ /%	舍弃界限值 /n=11, a=0.05	结论
SbBe-1#	0.0084	0.00056	1.148	1.575	2.234	无异常值
SbBe-2#	0.0471	0.0011	2.158	1.058	2.234	无异常值
SbBe-3#	0.231	0.0061	1.909	1.044	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 22~表 26 数据结果显示不同碳含量样品的 11 次测定数据无异常值。

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 27 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 27 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 27 重复性限（r）

碳的质量分数 %	0.0083	0.046	0.22
r/%	0.0015	0.004	0.02

实验室之间分析结果的差值应不大于表 28 所列允许差。

表 28 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

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锑铍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，将进一步规范锑铍芯块中碳含量的分析检验工作，更好地指导相关行业锑铍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铍芯块相关产品标准的技术内容,修订后碳元素的测定范围完全覆盖了目前所有可能出现的铈铍芯块样品,能够与国内外现行的铈铍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铍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 426.7—2000《铈铍芯块化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳量》。

十二、其他应予以说明的事项

无。

《铈铍芯块化学分析方法》标准修订编制组

2024-2

附件：

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：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

承办人：马肖

共 2 页 第 1 页

标准项目负责起草单位：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司 电话：0952-2098318

2024年2月19日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	5.4	修改“氧气”为“载气”。	国标(北京)检验认证有限公司	采纳	
2	5.4	删除“其他级别氧气若能获得低而一致的空白时,也可使用”表述。	西安汉唐分析检测有限公司	采纳	
3	5.5	删除“其杂质(水和油)含量(质量分数)小于0.5%”表述要求。	大连海关技术中心	采纳	
4	编制说明	补充一验单位条件实验验证情况。	宝钛集团有限公司	采纳	
5		没有意见	钢研纳克检测技术股份有限公司		
6		没有意见	宝鸡钛业股份有限公司		
7		没有意见	广东省科学院工业分析检测中心		
8		没有意见	西北有色金属研究院		
9		没有意见	江西省钨与稀土产品质量监督检验中心		
10		没有意见	赣州有色冶金研究所有限公司		
11		没有意见	金堆城铝业股份有限公司		

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：铈铈芯块化学分析方法 第3部分：碳含量的测定 高频红外吸收法

承办人：马肖

共 2 页 第 2 页

标准项目负责起草单位：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司 电话:0952-2098318

2024年2月19日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
12		没有意见	广东广晟稀有金属光电新材料有限公司		
13		没有意见	五矿矿业股份有限公司		
14		没有意见	有研资源环境技术研究院（北京）有限公司		
15		没有意见	国合通用（青岛）测试评价有限公司		
16		没有意见	上海有色金属工业技术监测中心有限公司		
17		没有意见	宜春钽铌矿有限公司		
18		没有意见	湖南柿竹园有色金属有限责任公司		
19		没有意见	厦门钨业股份有限公司		
20		没有意见	攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司		
21		没有意见	广西分析测试研究中心		
22		没有意见	北京超谱斯派克仪器开发有限公司		

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数：22个；

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：22个；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：4个；

（4）没有回函的单位数：0个。