



中华人民共和国国家标准

GB/T 13698—2015
代替 GB/T 13698—1992

二氧化铀芯块中总氢的测定

Determination of total hydrogen in uranium dioxide pellets

2015-07-03 发布

2016-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13698—1992《二氧化铀芯块中总氢的测定》，与 GB/T 13698—1992 相比主要技术变化如下：

——将“氢积分时间 120 s”改为“积分时间通过试验确定”；

——增加了试样加热温度上限的建议性规定；

——规范了精密度的表述方法；

——增加了电极炉温度的检查(见规范性附录 A)；

——增加了积分时间的确定方法(见资料性附录 B)。

本标准由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)提出并归口。

本标准起草单位：中核建中核燃料元件有限公司。

本标准主要起草人：吴顺停、徐建平、陈长友。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13698—1992。

二氧化铀芯块中总氢的测定

1 范围

本标准规定了二氧化铀芯块中总氢测定的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试样、分析步骤、结果计算及精密度。

本标准适用于二氧化铀芯块中总氢的测定,测量氢的质量分数范围为 $0.15 \mu\text{g/g} \sim 20.00 \mu\text{g/g}$ 。

加热二氧化铀芯块温度超过 $2\ 360\ ^\circ\text{C}$ 时,一氧化碳氧化剂的消耗量显著增加。在确保氢释放完全的情况下控制加热温度不超过 $2\ 360\ ^\circ\text{C}$ 能有效减少一氧化碳氧化剂的消耗。

2 方法提要

二氧化铀芯块试样置于石墨坩锅中,在惰性气氛下加热到 $2\ 100\ ^\circ\text{C}$ 以上,释放出氢气。去除干扰组分后,氢由色谱柱分离后再由热导检测器测定。

3 试剂和材料

- 3.1 氩气, $\phi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$ 。
- 3.2 氢气, $\phi(\text{H}_2) \geq 99.99\%$ 或具有标定氢含量的气体。
- 3.3 舒茨试剂(一氧化碳氧化剂),粒度 $1\ \text{mm} \sim 2\ \text{mm}$ 。
- 3.4 烧碱石棉,干燥的颗粒,粒度 $0.5\ \text{mm} \sim 0.8\ \text{mm}$ 。
- 3.5 无水高氯酸镁,水的质量分数不大于 8% ,粒度 $1.0\ \text{mm} \sim 1.6\ \text{mm}$ 。
- 3.6 氢标准物质,钢中氢标准物质,或其他等效标准物质。
- 3.7 锡片,化学纯。
- 3.8 石墨坩锅,与氢测定仪电极炉匹配。
- 3.9 色谱柱,内填 5 A 分子筛,对氢的分离度(R)大于 1。

4 仪器设备

- 4.1 自动氢测定仪,包括一个温度能够达到 $2\ 400\ ^\circ\text{C}$ 以上的电极炉(电极炉温度的检查见附录 A)、一个分离释放气体的化学和色谱系统、一个测氢的热导检测器和若干辅助净化系统。
- 4.2 天平,分度值 $1\ \text{mg}$ 。

5 试样

试样应是完整的整块芯块,表面状态符合产品技术要求,保存在玻璃瓶内。