

# 团 体 标 准

T/CNS 93—2023

## 高温气冷堆燃料元件人造石墨粉技术规范

Technical specifications of artificial graphite powder for fuel elements  
of high temperature gas-cooled reactor

2023 - 11 - 29 发布

2024 - 01 - 01 实施

中国核学会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 技术指标 .....	1
5 试验方法 .....	2
6 检验规则 .....	3
7 包装、贮存和运输 .....	4
8 产品质量证明文件 .....	4
附录 A（资料性） 硼当量因子 .....	5

## 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。

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。

本文件由中国核学会提出。

本文件由核工业化研究所归口。

本文件起草单位：清华大学核能与新能源技术研究院、辽宁国瑞新材料有限公司、核工业化研究所。

本文件主要起草人：周湘文、赵宏生、刘兵、唐亚平、国俊华、郭建新。

# 高温气冷堆燃料元件人造石墨粉技术规范

## 1 范围

本文件规定了高温气冷堆燃料元件人造石墨粉的技术指标、试验方法、检验规则、包装、贮存和运输、产品质量证明文件等要求。

本文件适用于高温气冷堆核电站燃料元件用人造石墨粉的生产 and 采购。

## 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 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

GB/T 24203 炭素材料真密度、真气孔率测定方法煮沸法

GB/T 24527 炭素材料内在水分的测定

NB/T 20408 核电站物项包装、运输、装卸、接收、贮存和维护要求

YB/T 5146 高纯石墨总灰分的测量方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术指标

### 4.1 纯度及杂质元素含量

4.1.1 总灰分不超过 50  $\mu\text{g/g}$ （即纯度不低于 99.995%）。

4.1.2 水分的质量百分比不超过 0.1%。

4.1.3 除碳元素之外，单个杂质元素的含量不应超过表 1 中规定的数值。

4.1.4 不应存在尺寸大于 80  $\mu\text{m}$  的异物。

表1 杂质元素及最高含量 ( $\mu\text{g/g}$ )

元素	最高含量	元素	最高含量
Cr	0.5	Ni	0.5
Fe	3	Th	2
K	5	U	0.05
Mn	0.5	V	0.5
Mo	0.5	Li	0.05
Na	5	—	—

### 4.2 总当量硼含量

应小于等于 1.00  $\mu\text{g/g}$ 。

### 4.3 粒度分布

用气流筛筛分得到的粒度控制如下：

——100  $\mu\text{m}$  筛网：筛下应大于等于 98 %；

——63  $\mu\text{m}$  筛网：筛下应为 92 %~98 %；

——32  $\mu\text{m}$  筛网：筛下应为 65 %~75 %。

### 4.4 比表面积

应为  $1 \text{ m}^2/\text{g} \sim 2 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

### 4.5 真密度

不低于  $2.180 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

### 4.6 石墨化度

不低于 80 %。

### 4.7 筛分均匀性

样品筛下料的质量百分比单个值对平均值的相对偏离应小于 2 %。

## 5 试验方法

### 5.1 纯度及杂质元素含量

5.1.1 按照 YB/T 5146 规定的实验方法进行灰分测定，宜采用 25 g 样品，灰化温度为  $(775 \pm 25) \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.1.2 按照 GB/T 24527 规定的实验方法进行水分测定。

5.1.3 采用电感耦合等离子体光谱法（ICP-OES）或电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）对杂质元素含量进行测定。

5.1.4 从每批料里取 5 个样品，每个样品 2 kg，用试样袋封装，使用 X 光射线机拍照，洗出胶片，找出（如有）异物的位置，用带刻度的放大镜测量异物的尺寸。

### 5.2 总当量硼含量

5.2.1 计算总当量硼含量时，除测定表 1 中规定的元素外，还应按照 5.1.3 的规定测定 Ag、B、Cd、Gd、Dy、Eu、Sm、Cu、Si、Ti 等杂质元素的含量，并根据其当量硼因子计算总当量硼含量，各元素当量硼因子见附录 A。

5.2.2 测定杂质元素含量时，将人造石墨粉在马弗炉中高温灰化（不应使硼流失）、以硝酸溶解后，采用电感耦合等离子体质谱测定溶液中各杂质元素的浓度并计算其含量。

### 5.3 粒度分布

宜采用气流筛筛分测定。对测试的样品在真空烘箱中进行 2h 的预处理，温度为  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ ，真空度不高于  $-0.1 \text{ bar}$ ，将预处理后的样品放入干燥器中待用。气流筛筛分参数主要包括筛网孔径、操作负压、筛分时间及加粉量等，推荐参数如表 2 所示。

表 2 气流筛筛分参数推荐表

筛网孔径 $\mu\text{m}$	操作负压 Pa	筛分时间 min	加粉量 g
32	2 000	5	10
63	2 000	3	10
100	2 000	3	10

#### 5.4 比表面积

按照GB/T 19587规定的实验方法对比表面积进行测定，氮气吸附。

#### 5.5 真密度

按照GB/T 24203规定的实验方法对真密度进行测定。

#### 5.6 石墨化度

采用X-射线衍射仪测定石墨晶格参数的方法，基本原理为认为未石墨化碳制品的平均层面间距离为0.3440 nm，而完全有序的理想石墨层面间距离为0.3354 nm。石墨化度可用公式（1）计算：

$$\text{石墨化度} = (0.344 - d_{002}) / 0.0086 \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中：

0.344 ——未石墨化碳制品的平均层面间距离，单位为纳米（nm）；

$d_{002}$  ——衍射仪测得制品的002面间距，单位为纳米（nm）；

0.0086 ——理想石墨层面间距（0.3354 nm）与未石墨化平均层面间距（0.3440 nm）的差值，单位为纳米（nm）。

#### 5.7 筛分均匀性

从每批料中随机抽取10个样品（不同位置，每个位置取样量约为5 g~30 g），分别用32 μm筛网的气流筛进行筛分，计算筛下料的质量百分比（ $x_1, x_2, \dots, x_{10}$ ），并计算得到平均值。

### 6 检验规则

#### 6.1 检验分类

本文件规定的检验分类为质量一致性检验。

#### 6.2 组批规则和抽样方案

批由一定数量的、同一厂家、采用同一批采购原料，经同一生产工艺加工并经同罐均匀化的人造石墨粉组成。

#### 6.3 检验项目

6.3.1 检验项目及取样数量如表3所示。

表3 检验项目及取样数量

序号	检验项目	质量一致性检验	取样数量	技术指标要求	检验方法
1	总灰分	●	2个/批	4.1.1	5.1.1
2	水分	●	与“总灰分”采用相同样品	4.1.2	5.1.2
3	杂质元素含量	●	与“总灰分”采用相同样品	4.1.3	5.1.3
4	异物	●	5个/批	4.1.4	5.1.4
5	总当量硼含量	●	与“总灰分”采用相同样品	4.2	5.2
6	粒度分布	●	5个/批	4.3	5.3
7	比表面积	●	2个/批	4.4	5.4
8	真密度	●	3个/批	4.5	5.5
9	石墨化度	●	1个/批	4.6	5.6
10	筛分均匀性	●	10个/批	4.7	5.7

注：●为必检项目。

6.3.2 所有样品应做出清楚的标记，内容至少包含检验项目、取样日期、批号和取样人等。

#### 6.4 判定规则

6.4.1 所有试验样品的测试结果均满足技术指标的要求，则判定合格。

6.4.2 如果某个试验样品的检验结果不满足技术指标的要求，可加倍取样进行该项目的复验，所有复验结果均合格则判定合格。

#### 7 包装、贮存和运输

7.1 应符合 NB/T 20408 的规定，在包装和贮运中不应污染和吸潮。包装方式和材质等具体要求由供需双方商定。

7.2 贮运容器由供需双方商定。每个贮运容器应标识如下内容：

- 产品名称；
- 供方名称；
- 生产批号；
- 容器编号；
- 毛重；
- 净重和日期等。

#### 8 产品质量证明文件

应包括但不限于以下内容：

- 合格证；
- 合同号；
- 产品名称；
- 供方名称；
- 生产批号；
- 生产日期；
- 容器编号；
- 测试报告。

附 录 A  
(资料性)  
硼当量因子

各元素的硼当量因子见表 A.1。

表A.1 硼当量因子表

元素	吸收截面 $\sigma_{ab}$ (barns, 2 200m/s)	原子量	当量硼 因子	元素	吸收截面 $\sigma_{ab}$ (barns, 2 200m/s)	原子量	当量硼 因子
Ag	63.60	107.87	0.008 4	Li	71.00	6.939	0.145 7
B	759.00	10.81	1.000 0	Mn	13.30	54.94	0.003 4
Ba	1.20	137.30	0.000 1	Mo	2.70	95.94	0.000 4
Cd	2 450.00	112.40	0.310 4	Na	0.53	22.99	0.000 3
Cl	33.20	35.50	0.013 3	Ni	4.60	58.70	0.001 1
Co	37.20	58.93	0.009 0	Si	0.16	28.09	0.000 1
Cr	3.10	52.00	0.000 8	Sm	5 820.00	150.35	0.551 3
Cu	3.80	63.55	0.000 9	Sr	1.28	87.62	0.000 2
Dy	930.00	162.5	0.081 5	Th	7.00	232.12	0.000 4
Eu	4 400.00	151.96	0.412 4	Ti	6.10	47.90	0.001 8
Fe	2.55	55.85	0.000 7	U	7.60	238.03	0.000 4
Gd	49 000.00	157.25	4.438 0	V	5.06	50.94	0.001 4
K	2.10	39.10	0.000 8	—	—	—	—