



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108872004 A

(43)申请公布日 2018. 11. 23

(21)申请号 201810562141.0

(22)申请日 2018.06.04

(71)申请人 中钢集团新型材料(浙江)有限公司

地址 313100 浙江省湖州市长兴县雉城镇
中钢大道9号

(72)发明人 黄岱 杨辉 徐建平 姬天亮
许汉春

(74)专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理
有限公司 11246

代理人 韩燕燕

(51) Int. Cl.

G01N 5/04(2006.01)

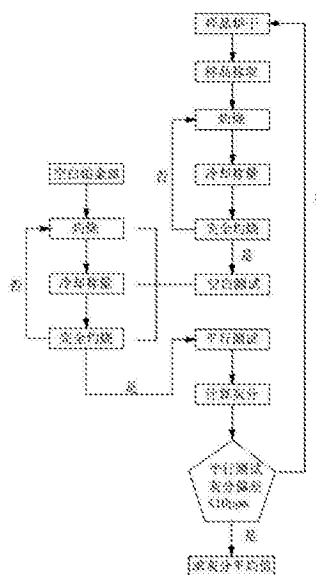
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种用于超高纯石墨灰分的测定方法

(57)摘要

本发明提供了一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其包括称取样品、高温灼烧、干燥冷却、称量记录、二次测量、空白测试以及计算灰分等步骤,且其通过利用与盛装样品材料同规格型号的空白的铂金皿进行空白试验,测得空白铂金皿在测定过程中的质量变化,进而确定盛装样品材料的铂金皿在测定过程中的质量变化,并将该质量变化加入到计算公式内,解决现有测定方法测定超高纯石墨灰分误差大的技术问题,实现超高纯石墨灰分($<10 \times 10^{-6}$)含量的测试,获得精度和重复性较好的结果数据。



1. 一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一,称取样品,保持称量室温度恒定,利用分析天平称取用于放置样品的铂金皿的质量 m_0 ,并称取样品质量 m_1 ;

步骤二,高温灼烧,将称取的样品放置于铂金皿中,再将铂金皿放置于高温炉中灼烧,直至样品烧尽形成灰分;

步骤三,干燥冷却,将灼烧后盛有灰分的铂金皿放置于石棉网上冷却1~3min,转入干燥器内冷却至室温;

步骤四,称量记录,铂金皿内的灰分冷却至常温后,利用分析天平称量并记录铂金皿与其内的灰分的总质量;

步骤五,二次测量,将铂金皿再次放入高温炉内灼烧,灼烧完成后,重复步骤四与步骤五,记录铂金皿与其内的灰分的总质量,直至连续两次称量之差 $\leq 0.0001\text{g}$,则为恒重 m_2 ;

步骤六,空白测试,取同规格空白铂金皿测得该空白铂金皿原始质量 m_4 ,并利用该空白铂金皿替代盛有样品的铂金皿,重复步骤三至步骤五的操作,测得灼烧完毕后空白铂金皿质量 m_3 ;

步骤七,计算灰分,依据步骤一与步骤六测得数据,计算出样品中的灰分。

2. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤一中,铂金皿的容积为50ml~80ml,分析天平的量程为81g,感量为0.01mg。

3. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤一中,样品经过研磨处理全部通过0.28mm筛孔,装入试料袋,在110℃干燥箱中烘干2h;或样品通过锯、车削、铣削,研磨或压碎从其中得到多个固体碎片或粉末,装入试样袋,在110℃ $\pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥大于16h。

4. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤一中,样品质量 m_1 优选为50g。

5. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤二中,样品在高温炉中的灼烧温度为950℃ $\pm 20^\circ\text{C}$,且保持炉门开启距离25mm。

6. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤三中,灼烧后盛有灰分的铂金皿优选冷却时间为1~2min,且干燥器优选为玻璃干燥器,直径200~250mm,内装变色硅胶干燥剂。

7. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤四中,分析天平的量程为200g,感量为0.1mg。

8. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤五中,高温炉内的灼烧时间优选为20min,灼烧温度为950℃ $\pm 20^\circ\text{C}$ 。

9. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其特征在于,所述步骤七中,计算灰分的公式为:

$$A = \left(\frac{m_2 - m_0 + \text{坩埚失重}}{m_1} \right) \times 10^6 = \left(\frac{m_2 - m_0 + \left(\frac{(m_4 - m_3) \times m_0}{m_4} \right)}{m_1} \right) \times 10^6$$

A: 试样灰分, 10^{-6} ;

- m₀: 测试用空铂金坩埚的质量, g;
- m₁: 试样原始质量, g;
- m₂: 灼烧完毕后样品灰分和铂金坩埚的质量之和, g;
- m₃: 灼烧完毕后空白铂金坩埚的质量, g;
- m₄: 空白铂金坩埚原始质量, g。

10. 根据权利要求1所述的一种用于超高纯石墨灰分的测定方法, 其特征在于, 所述超高纯石墨灰分的测定方法中, 同种石墨样品需平行测定两次。

一种用于超高纯石墨灰分的测定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及超高纯石墨灰分的测定技术领域,具体为一种用于超高纯石墨灰分的测定方法。

背景技术

[0002] 碳和石墨的制品及其材料的灰分,又称为杂质含量的分析试验,一般来说,石墨制品的灰分测定都是按照高纯石墨制品灰分的测定方法YB/T 5146-2000规定的分析试验方法来进行。但是,对于超高纯度石墨中的微量杂质含量的测试,例如合成金刚石用纯化石墨粉,核电站的反应堆用石墨,光谱石墨,电子级单晶硅热场用石墨等,按此方法来分析,就会感到试验结果误差太大,非专业人员往往很难按此方法来提供出准确的分析试验结果。有时甚至于得出数值为负数的试验结果。

[0003] 测试结果偏差的主要因素有两点,一是试样中的杂质含量特别微小,例如合成金刚石用纯化石墨粉,国内标准要求 $\leq 30\text{ppm}$;欧美标准要求 $\leq 20\text{ppm}$;西格里公司标准要求 $\leq 10\text{ppm}$;核电站的反应堆用石墨,其技术标准数十ppm级别;电子级单晶硅热场用石墨的技术标准要求 $\leq 5\text{ppm}$;其二则是YB/T 5146-2000规定的分析试验方法的试验是针对高纯石墨材料的灰分测定提出的,其并不适用于超高纯度石墨材料灰分的测定,因为标准规定两个平行测试允许 10ppm 误差,那么在测试小于 10ppm 或者小于 5ppm 的石墨将不再适应。而且,在YB/T 5146-2000中,并没有考虑到用于盛装测试样品的铂金皿在测试过程中的热稳定性导致的波动,因此,也导致了超高纯石墨灰分测定过程的误差太大。

[0004] 在专利号为CN201110056199.6(以下简称2011年专利)的中国专利中,公开了一种超高纯度石墨微量杂质的测试方法,其步骤是:A、将试样的母本数量加大到GB/T8133.17-1999规定的试样的母本数量的4~5倍;B、测试盛装试样的陶瓷坩锅在高温灼烧前与灼烧后变动率 k ,其值由样杯测试得之,温度控制在 $800\sim 850\text{ }^\circ\text{C}$;C、在试验结果的计算公式中加入变动率因子: $A = (G1 - G2 * k) / GX100\%$ 。A为灰分或杂质含量;G为试样的母本数量;G1为灼烧后的陶瓷坩锅和试样残留物的重量;G2为盛装试样的陶瓷坩锅的重量;K为灼烧前后的陶瓷坩锅样杯的变动率。

[0005] 虽然,2011年专利中在试验结果的计算公式中加入变动率因子(测试盛装试样的陶瓷坩锅在高温灼烧前与灼烧后变动率),但是,并未公布具体测定变动因子的方法,且利用以及经过灼烧的测试盛装试样的陶瓷坩锅进行变动因子测试,其仍存在误差。

发明内容

[0006] 针对以上问题,本发明提供了一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,其通过利用与盛装样品材料同规格型号的空白的铂金皿进行空白试验,测得空白铂金皿在测定过程中的质量变化,进而确定盛装样品材料的铂金皿在测定过程中的质量变化,并将该质量变化加入到计算公式内,解决现有测定方法测定超高纯石墨灰分误差大的技术问题,实现超高纯石墨灰分($< 10 \times 10^{-6}$)含量的测试,获得精度和重复性较好的结果数据。

[0007] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0008] 一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,包括以下步骤:

[0009] 步骤一,称取样品,保持称量室温度恒定,利用分析天平称取用于放置样品的铂金皿的质量 m_0 ,并称取样品质量 m_1 ;

[0010] 步骤二,高温灼烧,将称取的样品放置于铂金皿中,再将铂金皿放置于高温炉中灼烧,直至样品烧尽形成灰分;

[0011] 步骤三,干燥冷却,将灼烧后盛有灰分的铂金皿放置于石棉网上冷却1~3min,转入干燥器内冷却至室温;

[0012] 步骤四,称量记录,铂金皿内的灰分冷却至常温后,利用分析天平称量并记录铂金皿与其内的灰分的总质量;

[0013] 步骤五,二次测量,将铂金皿再次放入高温炉内灼烧,灼烧完成后,重复步骤四与步骤五,记录铂金皿与其内的灰分的总质量,直至连续两次称量之差 $\leq 0.0001g$,则为恒重 m_2 ;

[0014] 步骤六,空白测试,取同规格空白铂金皿测得该空白铂金皿原始质量 m_4 ,并利用该空白铂金皿替代盛有样品的铂金皿,重复步骤三至步骤五的操作,测得灼烧完毕后空白铂金皿质量 m_3 ;

[0015] 步骤七,计算灰分,依据步骤一与步骤六测得数据,计算出样品中的灰分。

[0016] 其中,所述步骤一中,铂金皿的容积为50ml~80ml,分析天平的量程为81g,感量为0.01mg,通过分析天平称取50g的样品,精确至0.01mg。

[0017] 所述步骤一中,样品经过研磨处理全部通过0.28mm筛孔,装入试料袋,在110℃干燥箱中烘干2h;或样品通过锯、车削、铣削,研磨或压碎从其中得到多个固体碎片或粉末,装入试样袋,在110℃ \pm 2℃的干燥箱中干燥大于16h,减小样品的湿度对测试结果的影响,并且,样品需要在处理前需要刮去表层,表层已经发生氧化,进行测试会影响测试结果;

[0018] 干燥箱优选为鼓风干燥箱,可控温度为室温~200℃。

[0019] 所述步骤二中,样品在高温炉中的灼烧温度为950℃ \pm 20℃,且保持炉门开启距离25mm,保持炉门开启是为了使空气自然进入炉内充分氧化样品;

[0020] 高温炉,优选为带有调温装置,附有热电偶和温度指示仪表,能保持950℃ \pm 20℃,高温炉后壁有一个插入热电偶的圆孔,孔的位置应使热电偶热接点在高温炉的恒温区。

[0021] 所述步骤三中,灼烧后盛有灰分的铂金皿优选冷却时间为1~2min,灼烧后盛有灰分的铂金皿冷却1~2min是为了降低温度,避免进入干燥器时温度过高;

[0022] 干燥器优选为玻璃干燥器,直径200~250mm,内装变色硅胶干燥剂。

[0023] 所述步骤四中,分析天平的量程为200g,感量为0.1mg。

[0024] 所述步骤五中,高温炉内的灼烧时间优选为20min,灼烧温度为950℃ \pm 20℃,再次灼烧20min是为了确定样品中的杂质是否全部灼烧干净。

[0025] 所述步骤七中,计算灰分的公式为:

$$[0026] \quad A = \left(\frac{m_2 - m_0 + \text{坩埚失重}}{m_1} \right) \times 10^6 = \left(\frac{m_2 - m_0 + \left(\frac{(m_4 - m_3) \times m_0}{m_4} \right)}{m_1} \right) \times 10^6$$

[0027] A: 试样灰分, 10^{-6} ;

[0028] m_0 : 测试用空铂金坩埚的质量, g;

[0029] m_1 : 试样原始质量, g;

[0030] m_2 : 灼烧完毕后样品灰分和铂金坩埚的质量之和, g;

[0031] m_3 : 灼烧完毕后空白铂金坩埚的质量, g;

[0032] m_4 : 空白铂金坩埚原始质量, g。

[0033] 所述超高纯石墨灰分的测定方法中, 同种石墨样品需平行测定两次, 平行测定两次是取测试平均值, 可以有效的减小测试误差。

[0034] 1、本发明提供的制备方法具有以下优点:

[0035] (1) 采用与盛装样品材料同规格型号的空白的铂金皿进行空白试验, 测得空白铂金皿在测定过程中的质量变化, 进而确定盛装样品材料的铂金皿在测定过程中的质量变化, 并将该质量变化加入到计算公式内, 实现超高纯石墨灰分 ($<10 \times 10^{-6}$) 含量的测试, 获得精度和重复性较好的结果数据;

[0036] (2) 对同一测试样品, 增加了平行测试, 通过平行测试, 获取测试平均值, 通过测试结果的精度;

[0037] (3) 通过在称量室内设置除湿机与空调, 控制称量室内的温度与湿度, 降低温湿度变化对测试结果的影响;

[0038] (4) 在称取样品以及称取灰分时, 分别选用了最大称量200g, 感量0.1mg, 最大量程81g, 感量0.01mg的分析天平, 提高了称量的精度。

[0039] 2、发明人在实验之初就进行了文献的检索, 发现了关于一种超高纯度石墨微量杂质的测试方法即CN201110056199.6, 发明人为了得到以粗颗粒焦炭骨料制备的超细孔径石墨, 在该专利的基础上进行了改进:

[0040] 1) 在样品称取上: 2011年专利仅限定了样品质量加大到JB/T8133.17—1999规定的试样的母本数量的4~5倍, 没有限定样品称取时的精确单位, 并且没有限定样品在测试之前的预处理, 而本发明限定了样品的称取质量, 且对样品进行预处理, 降低样品的湿度, 且除去了样品表层的氧化部分;

[0041] 2) 在样品测试上: 2011年专利没有对样品灼烧程度进行任何限定, 而本发明则限定, 样品连续两次灼烧后, 两次称量之差不大于0.0001g, 则为铂金皿与灰分的恒重, 精度更高;

[0042] 3) 在空白试验上: 2011年专利仅提出了测试盛装试样的陶瓷坩锅在高温灼烧前与灼烧后变动率k的概念, 并未具体提出变动率k的测试与计算方法, 本发明则限定了使用与盛装样品材料同规格型号的空白的铂金皿进行空白测试, 空白的铂金皿在灼烧前后的质量差就是盛装样品材料的铂金皿在测试过程中的质量差, 明确了变动率的概念与测试方法;

[0043] 且采用空白的铂金皿进行空白测试, 较采用盛装样品材料的铂金皿进行测试, 空白铂金皿避免了样品材料灰分残留的影响, 且盛装样品材料的铂金皿已经经过高温灼烧, 损失一部分质量, 再用以进行空白测试, 已经产生了误差, 不可取;

[0044] 4) 在平行测试上: 2011年专利没有提出平行测试, 而本发明提出了平行测试, 利用平行测试, 获取平均测试结果与平行样品偏差, 提高测试结果的精确度。

[0045] 3、与传统方法YB/T 5146-2000比较

[0046] 1) 在样品称取上:YB/T 5146-2000仅规定称取15g(精确至 $\pm 0.0002\text{g}$)干基试料,对于超高纯石墨材料来说,15g质量的样品,其内的杂质含量过于微小,影响测试结果,而本发明则提高了样品的称取质量,将称取质量提高到50g,使样品灼烧前后的质量变化更加明显,利于测试;

[0047] 2) 在空白测试上:YB/T 5146-2000没有提出空白测试,也没有考虑到铂金皿在高温灼烧过程中质量损失对灰分测试结果的影响,而本发明充分考虑了铂金皿对测试结果的影响,选取看同规格型号的空白铂金皿进行了空白测试,去除了铂金皿质量变化对测试结果的影响;

[0048] 3) 在平行测试上:YB/T 5146-2000没有提出平行测试,而本发明提出了平行测试,利用平行测试,获取平均测试结果与平行样品偏差,提高测试结果的精确度。

[0049] 总体来说,本发明方法思路清晰,尽可能去除了对测试结果产生影响的诸多外在因素,提高了测试结果的精度,尤其适用于超高纯石墨灰分的测试。

附图说明

[0050] 图1为本发明一种用于超高纯石墨灰分的测定方法的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0051] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0052] 在本发明的描述中,需要理解的是,术语“中心”、“纵向”、“横向”、“长度”、“宽度”、“厚度”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”、“内”、“外”、“顺时针”、“逆时针”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的设备或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。

[0053] 此外,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个该特征。在本发明的描述中,“多个”的含义是两个或两个以上,除非另有明确具体的限定。

[0054] 实施例:

[0055] 如图1所示,一种用于超高纯石墨灰分的测定方法,包括以下步骤:

[0056] 步骤一,称取样品,保持称量室温度恒定,利用分析天平称取用于放置样品的铂金皿的质量 m_0 ,并称取样品质量 m_1 ;

[0057] 步骤二,高温灼烧,将称取的样品放置于铂金皿中,再将铂金皿放置于高温炉中灼烧,直至样品烧尽形成灰分;

[0058] 步骤三,干燥冷却,将灼烧后盛有灰分的铂金皿放置于石棉网上冷却1~3min,转入干燥器内冷却至室温;

[0059] 步骤四,称量记录,铂金皿内的灰分冷却至常温后,利用分析天平称量并记录铂金

皿与其内的灰分的总质量；

[0060] 步骤五，二次测量，将铂金皿再次放入高温炉内灼烧，灼烧完成后，重复步骤四与步骤五，记录铂金皿与其内的灰分的总质量，直至连续两次称量之差 $\leq 0.0001\text{g}$ ，则为恒重 m_2 ；

[0061] 步骤六，空白测试，取同规格空白铂金皿测得该空白铂金皿原始质量 m_4 ，并利用该空白铂金皿替代盛有样品的铂金皿，重复步骤三至步骤五的操作，测得灼烧完毕后空白铂金皿质量 m_3 ；

[0062] 步骤七，计算灰分，依据步骤一与步骤六测得数据，计算出样品中的灰分。

[0063] 所述步骤一中，铂金皿的容积为 $50\text{ml} \sim 80\text{ml}$ ，分析天平的量程为 81g ，感量为 0.01mg ，铂金皿用于盛装样品，样品质量 m_1 优选为 50g ，使样品灼烧前后的质量差变得明显。

[0064] 进一步，样品需经过研磨处理全部通过 0.28mm 筛孔，装入试料袋，在 110°C 干燥箱中烘干 2h ；或样品通过锯、车削、铣削，研磨或压碎从其中得到多个固体碎片或粉末，装入试样袋，在 $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥大于 16h 。

[0065] 样品研磨处理是为了方便后续灼烧处理，而在测试之前进行干燥，是为了去除样品内含有的水分，避免样品内的水分对测试结果产生影响，并且样品在进行研磨处理之前，需要去除样品表层的氧化层，避免表层氧化层对测试结果产生影响。

[0066] 所述步骤二中，样品在高温炉中的灼烧温度为 $950^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ ，且保持炉门开启距离 25mm 。

[0067] 炉门保持开启距离 25mm ，是为了使空气自然进入炉内氧化试样。

[0068] 所述步骤三中，灼烧后盛有灰分的铂金皿优选冷却时间为 $1 \sim 2\text{min}$ ，且干燥器优选为玻璃干燥器，直径 $200 \sim 250\text{mm}$ ，内装变色硅胶干燥剂。

[0069] 灼烧后的灰分与铂金皿的温度高达 900°C ，直接将灰分与铂金皿放置于玻璃干燥器内进行冷却至室温吗，会因为温度过高，对玻璃干燥器造成损害。

[0070] 所述步骤四中，分析天平的量程为 200g ，感量为 0.1mg 。

[0071] 所述步骤五中，高温炉内的灼烧时间优选为 20min ，灼烧温度为 $950^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

[0072] 如何判定样品是否完全灼烧，通过重复灼烧，测量相邻两侧灼烧后灰分的质量变化，当质量变化 $\leq 0.0001\text{g}$ ，则为完全灼烧。

[0073] 所述步骤七中，计算灰分的公式为：

$$[0074] \quad A = \left(\frac{m_2 - m_0 + \text{坩埚失重}}{m_1} \right) \times 10^6 = \left(\frac{m_2 - m_0 + \left(\frac{m_4 - m_3}{m_4} \right) \times m_1}{m_1} \right) \times 10^6$$

[0075] A: 试样灰分， 10^{-6} ；

[0076] m_0 : 测试用空铂金坩埚的质量，g；

[0077] m_1 : 试样原始质量，g；

[0078] m_2 : 灼烧完毕后样品灰分和铂金坩埚的质量之和，g；

[0079] m_3 : 灼烧完毕后空白铂金坩埚的质量，g；

[0080] m_4 : 空白铂金坩埚原始质量，g。

[0081] 其中， $m_2 - m_0$ 中已经除去了铂金皿在灼热过程中，铂金皿被灼烧损失的质量，通过增

加坩埚失重,将这部分铂金皿被灼烧损失的质量补回,使灰分的质量测量的更为准确。

[0082] YB/T 5146-2000中,计算灰分的公式为:

$$[0083] \quad A = \frac{m_1}{m} * 10^6$$

[0084] 式中:

[0085] A——试样灰分,单位为 10^{-6} ;

[0086] m_1 ——试样灼烧后残余物质量,单位为g;

[0087] m——称取试样质量,单位为g;

[0088] 10^{-6} ——换算成 10^{-6} 的倍率;

[0089] 2011年专利中记载的灰分计算公式为:

$$[0090] \quad A = (G1 - G2 * k) / GX \quad 100\%$$

[0091] 式中:A——灰分或杂质含量;

[0092] G——试样的母本重量;

[0093] $G1$ ——灼烧后的陶瓷坩锅和试样残留物的重量;

[0094] $G2$ ——盛装试样的陶瓷坩锅的重量;

[0095] K——灼烧前后的陶瓷坩锅样杯的变动率。

[0096] 与YB/T 5146-2000相比,本发明的灰分计算公式比较,可以明显分辨出,本发明的灰分计算公式中,充分考虑了铂金皿在灼烧过程中的质量变化,其将铂金皿灼烧过程中的失重计算到了公式中(坩埚失重)。

[0097] 与2011年专利相比,本发明的灰分计算公式,明确了铂金皿灼烧前后质量变动的测定方式与计算方式,使测试与计算的结果更为精确。

[0098] 其中,所述超高纯石墨灰分的测定方法中,同种石墨样品需平行测定两次。

[0099] 选取同一种编号纯度较高的石墨制备平行样品20个,分别由2人在相同条件下完成测试,结果如下表1:

[0100] 表1不同人员试验结果

[0101]

灰分/ 10^{-6}	实验人员A	实验人员B
平均值/ 10^{-6}	15.82	16.00
标准差/ 10^{-6}	1.01	1.50

[0102] 选取20个不同编号不同纯度的石墨样品进行测试,测试结果如下表2:

[0103] 表2不同样品试验结果

[0104]

样品编号	测试结果 /10 ⁶	平行样品偏差 /10 ⁶	测试平均值 /10 ⁶
1	24.82	-3.74	26.69
	28.56		
2	18.37	-0.23	18.49
	18.60		
3	24.50	-3.59	26.30
	28.10		
4	16.79	-1.21	17.39
	18.00		
5	26.56	-4.23	28.68

	30.79		
6	15.09	1.85	14.16
	13.24		
7	11.91	-3.12	13.48
	15.04		
8	24.53	3.66	22.70
	20.87		
9	17.09	-4.72	19.45
	21.81		
10	5.09	0.75	4.72
	4.34		
11	15.86	-5.00	18.36
	20.86		
12	21.81	3.14	20.24
	18.67		
13	19.94	3.75	18.07
	16.19		
14	15.39	3.34	13.72
	12.05		
15	17.07	4.01	15.07
	13.06		
16	24.88	4.25	22.76
	20.63		
17	7.73	2.97	6.24
	4.76		
18	17.90	2.59	16.61
	15.31		
19	17.42	-3.02	18.93
	20.44		
20	10.51	-1.06	11.04
[0105]			
[0106]	11.57		

[0107] 由上表1与表2可知,本发明的灰分测定方法,测定出的试样灰分精确到了 10^{-6} ,且

通过进行平行测试,求取测试平均值,使灰分测试结果更加精确。

[0108] 且当平行测试样品灰分偏差大于10ppm时,表示测试结果出现偏差,测试结果不准确,需要重新称取样品再次进行测试,重新计算灰分,对测试结果的精确性,提供了检验的途径。

[0109] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

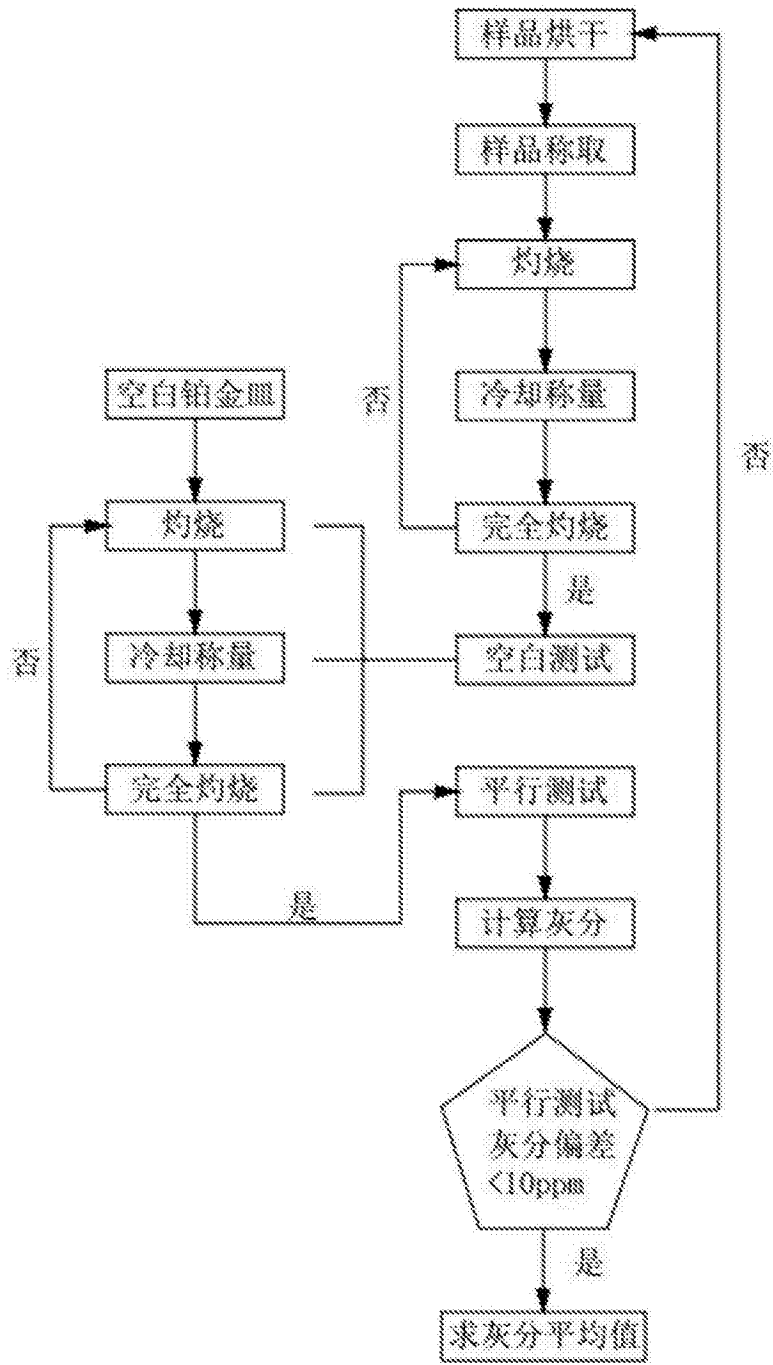


图1