



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38904—2020

---

## 陶瓷液体色料元素含量测定分析方法

Methods for elemental analysis of ceramic liquid pigments

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

---

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

# 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国建筑卫生陶瓷标准化技术委员会(SAC/TC 249)归口。

本标准起草单位:广东宏陶陶瓷有限公司、佛山市质量计量监督检测中心、蒙娜丽莎集团股份有限公司、咸阳陶瓷研究设计院有限公司、广东新明珠陶瓷集团有限公司、山东汇龙色釉新材料科技有限公司、中国建材检验认证集团股份有限公司、中国建筑卫生陶瓷协会、广东道氏技术股份有限公司、山东国瓷康立泰新材料科技有限公司、佛山墨珂贸易有限公司、广东三水大鸿制釉有限公司、佛山市三水天宇陶瓷颜料有限公司、佛山市扬子颜料有限公司、广东宏宇新型材料有限公司、广东宏威陶瓷实业有限公司、广东宏海陶瓷实业发展有限公司、佛山石湾鹰牌陶瓷有限公司、佛山众陶联供应链服务有限公司、佛山出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心。

本标准主要起草人:王勇、区卓琨、王博、徐熙武、张旗康、闻万梁、李列林、姬文、胡云林、刘晓静、张一函、张翼、张天杰、叶志钢、蔡瑞年、田宗林、吴爱勇、欧家瑞、姚区、卢广坚、麦卓荣、李家铎、赵江伟、段蕴峰。



# 陶瓷液体色料元素含量测定分析方法

## 1 范围

本标准规定了陶瓷液体色料元素含量测定分析方法的试剂、仪器和设备、样品的制备、分析方法、质量控制和试验报告。

本标准适用于陶瓷液体色料产品中元素含量的测定。可分析陶瓷液体色料中硅、铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锂、硼、锌、铅、镓、锗、锰、锡、镉、铬、钴、金、银、铋、硒、铈等元素的含量。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 16537—2010 陶瓷熔块釉化学分析方法
- GB/T 21114—2019 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法
- GB/T 30905 无机化工产品 元素含量的测定 X 射线荧光光谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**陶瓷液体色料 ceramic liquid pigments**

由陶瓷色料、有机溶剂、添加剂材料组成，经陶瓷喷墨打印工艺施加于陶瓷制品表面，在 700 ℃ 以上温度烧成后形成装饰效果的液态物质。

## 4 试剂、仪器和设备

### 4.1 通用要求

除非另有说明，本标准所使用的试剂应不低于分析纯，标准溶液的配制和标定所需的试剂为基准试剂或光谱级纯。

所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

用体积比表示试剂稀释程度，例如：盐酸(1+1)表示 1 份体积的盐酸与 1 份体积的水相混合。

### 4.2 X 射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)

#### 4.2.1 试剂

4.2.1.1 熔铸玻璃片法熔剂：四硼酸锂、偏硼酸锂等(优级纯)。

4.2.1.2 脱模剂：碘化铵、溴化锂等。

4.2.1.3 氧化剂:硝酸锂等。

#### 4.2.2 仪器、设备

4.2.2.1 分析天平:感量 0.1 mg。

4.2.2.2 电热恒温干燥箱:110 °C ± 5 °C。

4.2.2.3 马弗炉:最高使用温度不低于 1 200 °C。

4.2.2.4 电阻炉。

4.2.2.5 熔样机:自动火焰熔样机或高频电感熔样机。

4.2.2.6 铸型模或熔样皿:用非浸润的铂合金(95% Pt+5% Au)制成。若试样在坩埚中熔融后直接成型,则要求坩埚底面内壁平整光滑。

#### 4.3 等离子体发射光谱法

##### 4.3.1 试剂

4.3.1.1 混合熔剂:4 份优级纯氢氧化锂与 1 份优级纯硼酸混匀,在 110 °C 烘箱中干燥后,磨细过 0.074 mm(200 目)筛待用。

4.3.1.2 浸取液:于 500 mL 容量瓶中加入优级纯盐酸 8 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.3 氢氧化钾。

4.3.1.4 氢氧化钾乙醇溶液:称取 8 g 氢氧化钾,置于聚乙烯容器中,加少量水(约 5 mL)溶解,用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL,密闭放置 24 h。用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中。

4.3.1.5 盐酸。

4.3.1.6 硝酸。

4.3.1.7 硅标准溶液(含 Si 0.1 mg/mL):准确称取 0.107 0 g 预先在 1 050 °C 灼烧 1 h 并冷却至室温的二氧化硅(纯度不低于 99.99%)于黄金坩埚中,加 1.000 g ± 0.005 g 混合熔剂,盖上坩埚盖稍留空隙,搅匀后放入已预先升温至 900 °C 的马弗炉中,保温 10 min~15 min,取出坩埚,稍冷后将试样放于 600 mL 干燥烧杯中,加入约 400 mL 浸取液,边搅拌边超声浸出,直至熔体完全溶解。将浸取液倒入 500 mL 容量瓶中,用少量浸取液洗涤烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中,最后用浸取液稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.8 铝储备标准溶液(含 Al 1 mg/mL):将铝丝先用盐酸(1+9)洗去氧化膜,再用水洗,然后依次用乙醇、乙醚洗,风干。准确称取纯铝丝(纯度不低于 99.99%)1.000 0 g 置于 30 mL 烧杯中,加盐酸(1+1)50 mL 及浓硝酸 10 滴,在电阻炉上加热溶解后倒入 1 000 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.9 铝标准溶液(含 Al 0.1 mg/mL):移取 10 mL 铝储备标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.10 铁标准溶液(含 Fe 0.1 mg/mL):准确称取经 400 °C 灼烧的三氧化二铁(光谱纯)0.285 9 g 于烧杯中,加入盐酸(1+1)30 mL,浓硝酸 5 mL,在电阻炉上加热溶解后倒入 1 000 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.11 钙标准溶液(含 Ca 0.1 mg/mL):准确称取经 110 °C 烘 2 h 的碳酸钙(光谱纯)0.249 7 g,置于 250 mL 烧杯中,滴加盐酸(1+1)溶解,在电阻炉上煮沸片刻直至溶液澄清,冷却至室温。倒入 1 000 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.12 镁标准溶液(含 Mg 0.1 mg/mL):准确称取经 950 °C 灼烧 30 min 的氧化镁 0.165 8 g,于 250 mL 烧杯中,加盐酸(1+1)10 mL,在电阻炉上微热溶解。冷却至室温。倒入 1 000 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.13 钾和钠混合储备溶液(含 K 1 mg/mL 和 Na 1 mg/mL):分别称取经 150 °C 烘干 2 h 的氯化钾 2.409 3 g 和氯化钠 2.695 9 g,置于同一烧杯中加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.14 钾和钠混合标准溶液(含 K 0.1 mg/mL 和 Na 0.1 mg/mL):移取 10 mL 钾和钠混合储备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.15 单元素标准储备溶液(浓度 1 mg/mL):锌、铅、镉、钛、锰、锡、镉、铬、钴、金、银、铋、硒、锂、铈的标准储备溶液按 GB/T 602 方法配制,或直接使用单元素国家标准溶液,其质量浓度均为 1 mg/mL,其中钛的储备标准溶液可以为体积分数 10% 的硫酸介质,其他的均采用非硫酸介质。

4.3.1.16 试剂空白溶液 A:称取 20 g 混合熔剂于烧杯中,加入浸取液。搅拌溶解移入 1 000 mL 容量瓶中,用浸取液稀释至刻度,摇匀。

## 4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3.2.2 电热恒温干燥箱:110 °C ± 5 °C。

4.3.2.3 马弗炉:最高使用温度不低于 1 200 °C。

4.3.2.4 黄金坩埚、银坩埚和瓷坩埚。

4.3.2.5 超声波清洗机。

4.3.2.6 等离子体发射光谱仪。

4.3.2.7 电阻炉。

## 5 样品的制备

### 5.1 样品预处理方法

取适量陶瓷液体色料样品放入离心管中,用离心机将样品的有机溶剂和固体部分分离。取固体部分,放入 100 mL 的坩埚内,将坩埚置于电阻炉上,缓慢加热。加热燃烧至试样没有烟、异味气体生成。再移入马弗炉以 1 050 °C 保温 60 min。取出坩埚冷却至室温。将坩埚中的固体研磨过筛,分析试样的最大粒径应小于 0.06 mm。取磨细后的试样放入电热恒温干燥箱内以 105 °C ~ 110 °C 烘干直至恒重。放入干燥器内冷却至室温待测。

注:渗花类型陶瓷液体色料省略离心步骤。

### 5.2 X 射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)

称取一定量的试样,将试样与熔剂、脱模剂(必要时加入一定量氧化剂)混合在一起,置于铂-金合金坩埚中。于熔样机中熔融,熔融过程中需摇动坩埚将气泡赶尽,并使熔融物混匀。将熔融体在铂-金合金铸模中浇注成型,制成组分均匀、透明、表面光洁、无瑕疵的玻璃状熔融样片。可保存于干燥器中待测。

熔样浇铸程序见 GB/T 21114—2019 第 9 章。

注 1:称取试样的质量、与熔剂的比例等参数根据铸型模或熔样皿的尺寸而定。

注 2:怀疑试样氧化不完全,有可能存在金属单质时,需添加氧化剂。从而保护铂-金合金坩埚避免腐蚀。

### 5.3 等离子体发射光谱法

#### 5.3.1 A 试液

称取 0.050 0 g ± 0.000 2 g 试样于黄金坩埚中,加入混合熔剂 1.000 g ± 0.005 g,搅匀后放入已预先升温至 900 °C 的马弗炉中,保温 10 min ~ 15 min,取出坩埚,稍冷后将坩埚放于 600 mL 干燥烧杯中,定量加入浸取液 500 mL,边搅拌边超声浸出,直至熔体完全溶解。此试液供测除铅、锂、硼外的元素用。

5.3.2 B 试液

称取 0.5 g 试样,置于预先熔有 2 g 氢氧化钾的银坩埚中,滴加氢氧化钾乙醇溶液将试样润湿,在电炉上低温烘干,再加 2 g 氢氧化钾,低温熔融,再升至高温熔融 30 min~40 min,取下冷却,将坩埚放入 400 mL 烧杯中,用约 200 mL 水浸出熔物,加盐酸 20 mL,加热溶解,冷至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用少量水洗烧杯壁,将洗液同样倒入容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。此试液供测铅、锂、硼等元素用。

6 分析方法

6.1 X 射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)

按 GB/T 30905 规定的方法进行测量。

6.2 等离子体发射光谱法

6.2.1 除铅、硼、锂外的元素测定

6.2.1.1 校准曲线的绘制

依据 GB/T 602,分别移取试剂空白溶液 50 mL 至 500 mL 容量瓶中,移取相应的标准溶液按表 1 配制标准溶液系列,定容摇匀。

表 1 标准溶液系列 单位为微克每毫升

物质	标准溶液 1	标准溶液 2	标准溶液 3	标准溶液 4	标准溶液 5
Si	1	5	10	15	20
Al	1	2	4	6	10
Fe	10	20	40	60	80
Ca	1	2	4	6	10
Mg	1	2	4	6	10
K 和 Na	1	2	3	4	5
Zn	5	10	15	20	30
Pb	1	5	10	15	20
Ti	1	2	4	6	10
Mn	1	5	10	15	20
Sn	1	2	4	6	10
Cd	5	10	15	20	30
Cr	1	2	4	6	10
Co	1	2	4	6	10
Au	1	2	3	4	5
Ag	1	2	3	4	5
Sb	1	2	3	4	5
Se	1	2	3	4	5
Ce	1	2	3	4	5
Pr	1	2	4	6	10
注:可根据实际情况调整标准溶液的质量浓度,满足测试需求。					

6.2.1.2 校准曲线

把标准溶液系列依次上机测定,根据标准溶液系列中各被测元素分析线处的净光强和相应的质量浓度绘制校准曲线。各元素(或物质)的线性相关系数应大于 0.999。

6.2.1.3 测定

分别测定试剂空白溶液 A 和 A 试液中各被测元素(或物质)的净光强,根据校准曲线计算各被测元素的质量浓度,然后计算出各元素(或物质)的含量。

6.2.1.4 结果计算

陶瓷液体色料中各元素的含量以质量分数  $w$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_x - \rho_0)V}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\rho_x$  ——样品溶液中被测元素(或物质)的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$  ——试样空白溶液中被测元素(或物质)的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$  ——样品定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m$  ——样品称量的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

6.2.2 锆、硼、锂元素测定

6.2.2.1 锆、锂的测定

6.2.2.1.1 校准曲线的绘制

分别称取 8 g 氢氧化钾至 500 mL 容量瓶中,然后移取相应的标准溶液按表 2 配制标准溶液系列,定容摇匀。置于塑料瓶中储存。

表 2 标准溶液系列 单位为微克每毫升

元素	标准溶液 1	标准溶液 2	标准溶液 3	标准溶液 4	标准溶液 5
Li	1	2	3	4	5
Zr	1	5	10	15	20
注:可根据实际情况调整标准溶液的质量浓度,满足测试需求。					

6.2.2.1.2 校准曲线

同 6.2.1.2。

6.2.2.1.3 测定

同 6.2.1.3。

6.2.2.2 硼的测定

按照 GB/T 16537—2010 中第 9 章进行。

### 6.3 陶瓷着色剂含量的测定

#### 6.3.1 仪器及材料

6.3.1.1 马弗炉:最高使用温度大于 800 ℃。

6.3.1.2 电子天平:天平的称量精度为 0.000 1 g。

6.3.1.3 电阻炉。

#### 6.3.2 检测方法

将坩埚和坩埚盖置于高温炉中,加热温度至 800 ℃灼烧 60 min。取出稍冷后移至干燥器中,冷却至室温后取出称量,重复上述步骤直至坩埚及坩埚盖恒重,记录坩埚及坩埚盖的质量( $m_1$ )。在坩埚中加入约 5 g 试样,记录加入样品的质量( $m_2$ )。将装有试样的坩埚置于电阻炉上,盖上坩埚盖,使坩埚与坩埚盖间留有缝隙。将电阻炉的功率逐渐升高,对试样进行灰化,加热直至没有烟、异味气体生成。

将经过灰化处理装有试样的坩埚置于马弗炉中,盖上坩埚盖,使坩埚与坩埚盖间留有缝隙。将马弗炉从室温升温至 800 ℃,并在该温度下灼烧 60 min。取出坩埚和坩埚盖,稍冷后移至干燥器中,冷却至室温,称量坩埚、坩埚盖及灼烧后样品的总质量( $m_3$ )。

#### 6.3.3 结果计算

陶瓷着色剂含量以质量分数  $w'$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w' = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——于 800 ℃灼烧后坩埚及盖的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——在坩埚中加入试样的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——于 800 ℃灼烧后盛有试样的坩埚及盖的质量,单位为克(g)。

## 7 质量和控制

已绘制的工作曲线应定期(不超过 3 个月)用标准物质校准一次。如果仪器维修或更换零件,应重新绘制工作曲线,并用同类型标准物质校准。当标准物质的分析值与标准值大于表 3 所规定的允许差的 0.7 倍时,应重新绘制工作曲线。

表 3 测定范围及分析值允许误差

%

分析项目	含量范围(质量分数)	各元素允许差
Si	$\leq 10.00$	0.15
	$> 10.00$	0.20
Al	$\leq 1.00$	0.15
	$> 1.00$	0.20
Fe	$\leq 5.00$	0.20
	$> 5.00$	0.25
Ca 或 Mg	$\leq 5.00$	0.10
	$> 5.00$	0.15



表 3 (续) %

分析项目	含量范围(质量分数)	各元素允许差
K 和 Na	≤1.00	0.15
	>1.00	0.20
B	≤3.00	0.15
	>3.00	0.20
Zn	≤15.00	0.15
Pb 或 Mn	≤10.00	0.15
	>10.00	0.20
Ti	≤5.00	0.10
	>5.00	0.15
Sn	4.00~25.00	0.25
Cd 或 Cr	≤5.00	0.10
	>5.00	0.20
Co 和 Sb	≤5.00	0.15
	>5.00	0.20
Au 或 Ag	≤3.00	0.15
	>3.00	0.20
Se 或 Zr	≤2.00	0.10
	>2.00	0.20
Ce	≤5.00	0.10
	>5.00	0.15
Li 或 Pr	≤10.00	0.15
	>10.00	0.20

8 试验报告

- 试验报告应至少包括以下内容：
- 委托单位；
  - 试样名称；
  - 产品类型；
  - 分析结果；
  - 执行本标准的编号；
  - 与规定的分析步骤的差异(如有必要)；
  - 在试验过程中观察到的异常现象(如有必要)；
  - 试验日期。

