分类号 Y 24
备案号 1450—1998

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2382—98
代替 QB/T 2400.5—89

亮金水　亮钯金水试验方法

1998-05-14 发布　　1999-03-01 实施

国家轻工业局　发布

前　言

本标准是根据 ZBY 24005—89《亮金水、亮钯金水试验方法》进行修订的。近年来通过与外商交流的机会，了解到国外只有企业内部标准，参考这些标准，保留了本标准大部分实践证明适宜的部分，但对部分重要技术指标作以下修正：

——亮钯金水“金和钯测定”一项，把“移入马弗炉内，在 700 ℃灼烧 20 min”改为“移入马弗炉内，在 800 ℃灼烧 15 min”。

——“彩烧温度的检验”一项中由“按第 7 章的方法”，也即按通常的描金厚度画试片改为“按 3.6 的方法涂刷标准面积的两块试片”。

——“金色检验”一项中，由“按通常使用厚度在清洁的瓷或玻璃上涂约 15 cm^2 的金水块”改为按 3.6 的方法涂刷三块标准面积的瓷或玻璃试片”。

——将 GB 5002—85《陶瓷用金水沉淀率测定方法》纳入到本标准中。

自本标准实施之日起，同时代替 ZBY 24005—89《亮金水、亮钯金水试验方法》。

本标准由中国轻工总会质量标准部提出。

本标准由全国陶瓷标准化中心归口。

本标准起草单位：湖南省陶瓷研究所。

本标准主要起草人：肖建昆、易月华、吴先益。

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2382—98

亮金水、亮钯金水试验方法

1 范围

本标准规定了亮金水、亮钯金水技术指标的试验方法。

本标准适用于瓷器、搪瓷、精陶和玻璃制品装饰用的亮金水、亮钯金水。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 5000—85 日用陶瓷名词术语

QB/T 2381—98 亮金水、亮钯金水

3 测定方法

3.1 性状检验

采用目测方法检验，涂片观察颜色，深色为合格。

3.2 净重检验

3.2.1 仪器

采用感量为 0.1 g 的架盘药物天平或分析天平。

3.2.2 步骤

将金水样瓶拆除封口物，留下内塞，置于架盘天平上称重，记下质量值 W_1（g），精确到 0.1 g。然后将瓶内金水全部转入另一清洁空瓶中，用氯仿将瓶内残存金水荡洗出来，用干滤纸擦尽瓶内和瓶塞上的油份，最后称取空瓶与瓶塞的质量值 W_2（g），按公式（1）计算金水质量 W_n（g）。

$$W_n = W_1 - W_2 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：W_n——金水质量，g；

W_1——瓶装金水质量，g；

W_2——空瓶与瓶塞的质量，g。

3.3 金含量的测定

3.3.1 亮金水金含量的测定

3.3.1.1 原理

将金水灼烧除去有机物，残渣用焦硫酸钾熔融并用稀硝酸处理除去杂物，灼烧纯金渣称重。

国家轻工业局 1998-05-14 批准　　1999-03-01 实施

3.3.1.2 试剂

——焦硫酸钾，AR；

——硝酸，AR；

——氯化钡，AR；

——脱脂棉（医用）。

3.3.1.3 仪器

——瓷坩埚：50 ml；

——烧杯：250 ml；

——漏斗；

——中速定量滤纸；

——马弗炉；

——分析天平（分度值 0.1 mg）。

3.3.1.4 步骤

将样品瓶充分摇匀，至瓶底完全不见沉淀物后，立即用分析天平以减量法准确称取亮金水 1.5～2 g，准确至 0.0001 g。置于已恒重的 50 ml 容量的瓷坩埚中，坩埚中预先垫有约 1.5 g 脱脂棉，使金水全部吸收在棉团之中。置坩埚于电炉板上缓缓炭化，然后移坩埚于马弗炉内，在 700 ℃ 灼烧至完全炭化，约 20 min。取出冷却，加入 6 g 焦硫酸钾，反盖坩埚盖，放回马弗炉内，在 600 ℃ 熔融 20 min。冷却，用热水浸提熔块于 250 ml 容量的烧杯中，洗净坩埚及盖，加入为溶液体积 1/3 的硝酸煮沸，稍冷，用中速滤纸过滤，用 1:3 的稀硝酸洗涤数次，再用热水洗至无硫酸根为止（用 10 % 氯化钡溶液检查滤液无白色沉淀产生）。将滤纸连同金渣放回原坩埚中，先低温炭化，后在 800 ℃ 马弗炉内灼烧 10 min，取出放入干燥器中保持 40 min，至恒重，称重。

3.3.1.5 计算

$$A_1 = (W_1' / G_1) \times 100\% \cdots\cdots (2)$$

式中：A_1——金含量，%；

W_1' ——金质量，g；

G_1——样品质量，g。

平行测定偏差不大于 0.04 % 。

3.3.2. 亮钯金水金含量的测定

3.3.2.1 原理

将亮钯金水灼烧除去有机物，用甲酸钠还原氧化钯为金属钯，用王水溶解金、钯，过滤分离不溶物，用亚硝酸钠还原氯化金为金，滤出金沉淀，灼烧称重。

3.3.2.2 试剂

——甲酸钠，AR；

——盐酸，AR（1 % 溶液）；

——硝酸，AR；

——亚硝酸钠，AR（15 % 溶液）；

——硝酸银，AR（1%溶液）。

3.3.2.3 仪器及用品

——广泛试纸：pH 1～12；

——脱脂棉；

——瓷坩埚：50 ml；

——烧杯：250 ml；

——慢速滤纸；

——分析天平（分度值 0.1 mg）；

——马弗炉；

——干燥器。

3.3.2.4 步骤

将样品充分摇匀，至瓶底完全不见沉淀物后，立即用分析天平以减量法准确称取亮钯金水样品 3 g 左右，置于预先放有约 1.5 g 脱脂棉的 50 ml 容量的瓷坩埚中。先低温炭化，然后移入马弗炉内，在 800 ℃灼烧 15 min，冷却，将全部灼烧物倒入 250 ml 容量的烧杯中。坩埚用 3～4 ml 水冲洗一次，使洗水润湿金灰，加入约0.3 g 甲酸钠，盖上表面皿，加热至微沸 2 min。然后向杯中加入 15 ml 盐酸、5 ml 硝酸，加热溶解，并浓缩至 3 ml 左右，取出表面皿，将杯移到沸水浴上加热，浓缩至近干，加 4 ml 盐酸，蒸发至 1.5 ml，重复加盐酸操作一次。取出烧杯，用温水稀释金液，直至产生铋水解物白色沉淀为止。趁热过滤，用温水洗涤杯与滤纸数次，至纸无色为止。将滤液加热至近沸，在搅拌下，逐滴加入 15%的亚硝酸钠溶液还原金，至 pH 为 5 时止（投入小片广泛试纸，湿后立即观察）。煮沸 2 min，稍冷，用慢速滤纸过滤金沉淀，用温水洗杯及滤纸 5～6 次（将滤液移至一边留待测钯用），用温水继续洗滤纸至无氯离子为止（用 1%硝酸银检查）。用小片滤纸擦下杯中的金，将滤纸连同金放入已恒重的坩埚中，低温炭化后，置马弗炉内，800 ℃灼烧 10 min，冷却，移入干燥器中保持 40 min，称重。

3.3.2.5 计算

$$A_2 = (W_2' / G_2) \times 100\% \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：A_2——金含量，%；

W_2'——金质量，g；

G_2——样品质量，g；

平行测定偏差不大于 0.04%。

3.3.3 亮钯金水中钯含量的测定

3.3.3.1 原理

将 3.3.2.4 中过滤了金沉淀的滤液用盐酸煮沸破坏亚硝酸钯的络合物，使络合钯转化为氯亚钯盐，然后用丁二酮肟沉淀为丁二酮肟钯，过滤，烘干，称重。

3.3.3.2 试剂

——盐酸，AR；

——丁二酮肟，AR；

——无水酒精。

3.3.3.3 仪器及用品

——4 号玻璃砂芯坩埚：30 ml；

——抽滤机；

——烘干箱；

——分析天平（分度值 0.1 mg）。

3.3.3.4 步骤

向 3.3.2.4 留下的钯溶液中加入 7ml 盐酸，加热煮沸 5min。冷却至温热后，加入 1%的丁二酮肟酒精溶液 35ml，缓缓搅匀后，放置 1h，用已烘干恒重的 4 号玻璃砂芯坩埚抽滤，用 1%的盐酸溶液 100ml 洗杯及沉淀，再用 100ml 水洗一次，置玻璃坩埚于箱中 110℃烘干 1h 冷却，移入干燥器中保持 40min，称重。

3.3.3.5 计算

$$B = 0.3161 \times (W_k - W_0) / G_2 \times 100\% \cdots\cdots (4)$$

式中：B——钯含量，%；

W_k——坩埚和钯沉淀质量，g；

W_0——空坩埚质量，g；

G_2——样品质量，g；

0.3161——沉淀中钯的换算因子。

平行测定偏差不大于 0.04%。

3.4 运动粘度的测定

先用已知运动粘度的液体（环己醇在 30℃下，运动粘度为 $36.1\times10^{-6}m^2/s$，在奥式粘度计（毛细管内径 1.5mm，温度为 30±0.5℃）中测得流出时间，按公式（5）求得粘度计常数 k。

$$k = y_1 / t_1 \cdots\cdots (5)$$

式中：k——粘度计常数，m^2/s^2；

y_1——已知运动粘度液体的运动粘度，m^2/s；

t_1——已知运动粘度液体的流出时间，s。

然后用金水代替已知运动粘度的液体，测得流出时间，按公式（6）计算金水的运动粘度。

$$y_2 = k \times t_2 \cdots\cdots (6)$$

式中：y_2——金水的运动粘度，m^2/s；

k——粘度计常数，m^2/s^2；

t_2——金水的流出时间 s。

3.5 描绘性能检验

用描金笔沾上适量金水试样,在清洁干燥的瓷片上按通常的描金厚度,画不同的粗、细线条和交叉线条，以了解金水描绘是流畅还是滞笔。放置几分钟，观察线条是保持原来宽度还是加宽了，交叉线角轮廓是清晰还是变圆。

3.6 涂刷面积测定

将 2～3g 金水盛于清洁的小玻璃瓶中，插入一支毛笔（笔杆可切短，便于操作）。称取质量以后，取出带金水的笔，在瓷或玻璃试片上画大致等于 $3\times5cm^2$ 的长方形块，整块涂层厚度应均匀。画完后，将笔放回原瓶，再称质量，两次质量差为耗用金水量 G。用尺量出涂块的长度与宽度（准确至 0.1cm），计算出面积 S。S 与 G 的比值即为涂刷面积。如果此值与规定值不符，需按同法再涂片操作，直至符合要求为止。

3.7 干速测定

用描金笔沾上适量金水试样，在清洁干燥的瓷片上按通常描金厚度，画不同的粗、细

平行线条或交叉线条共 20 条。画完后记下时间，将试片放在 25 ℃左右的室温下或恒温箱中，每隔 10 min 用手指轻轻点触金线，当中等厚度的金线不粘手指时，记下时间，两次时间差为干速。

3.8 彩烧温度的检验

按 3.6 的方法涂刷标准面积的两块试片,分别在彩烧温度的上、下限彩烧。彩烧方法：将其中一块试片放入马弗炉中央，热电偶尖端的下方，用耐火架垫支起试片使之离炉底约 7 cm 高，关上炉门，通电升温，在 400 ℃以前，炉门应留一条小缝排烟，400 ℃以后闭紧炉门，一直烧到本标准所规定的下限温度，保温 15 min 后停电。半开炉门冷却，取出试片。按同一方法将另一试片升温至上限温度，在上限温度下保温 10 min，冷却，取出试片。

检查各温度的试片的金层附着力，检查灼烧到上限温度的试片有无脱色现象，附着牢、无脱色者为合格。

3.9 金色检验

按 3.6 方法涂刷三块瓷或玻璃试片，置马弗炉内在本标准温度范围内烧成。观察所制的金色块，金色应光亮，无污染样杂色，距离 50 mm 处目测，三块只允许有一个直径不大于 0.3 mm 的圆形斑点，由于操作不严带入的杂质所引起的斑点（非圆形）除外。

注：对于使用上胶的新毛笔，应事先用温水浸泡并洗净胶粘物，烘干再用。

3.10 附着力检验

3.10.1 仪器与材料

——JMY 金色磨耗仪；

——50 mm×50 mm 釉面光洁的平瓷片数块；

——50 mm×50 mm×3 mm 平板窗玻璃数块；

——纯棉布，预告用水煮沸搓洗除去浆糊物，烘干后剪成直径约 32 mm 圆形 10 块，避尘保存。

3.10.2 步骤

按 3.6 方法将金水涂成标准面积块两块，在标准范围内烧成，保温 15 min，试片取出后在室内放置约 4 h，然后置金色磨耗仪样台上固定。将五层棉布块装在磨头上，进行记数摩擦试验。对瓷、搪瓷用金水，磨头上预先放置 500 g 砝码，往复磨擦 100 次；对玻璃、精陶用金水，磨头上不加砝码（磨头本身 65 g），往复磨擦 10 次。每种金水需做两个试片，每个试片测定前，必须更换磨头上外层布块。如两个试片结果不一致时，必须再做第三个试片测定，取其中两个最接近的试片作为最后结果。

3.10.3 结果判断

观察磨擦中心，无脱金露底现象即为合格。

3.11 沉淀率的测定

3.11.1 试剂

——环己酮，AR。

3.11.2 仪器

——分析天平，分度值 0.1 mg；

——恒温干燥箱，最高温度不低于 200 ℃；

——离心沉淀机，转速不小于 2500 r/min；

——扁形称量瓶，ϕ 5 cm。

3.11.3 测定步骤

取慢速定量滤纸一张，折置于称量瓶中，敞开瓶口在105～110℃恒温干燥箱中烘1h。盖好瓶盖，移入干燥器中冷却40min称量，反复操作直至恒重（W_L）。然后取制备好的金水试样，充分振荡，使沉淀不沾附于瓶底后，全部移入已恒重的滤纸上过滤（过滤时，液面不要超过滤纸1/2高度，以下同），并用少量环己酮洗一、二次。滤液用干净烧杯承接，并移入原滤纸上再过滤一次，金水瓶和烧杯用环己酮洗净，所得洗液移入滤纸上过滤，最后用环己酮将滤纸上的金水全部洗去至洗液无色。将带有沉淀的滤纸折后置于原称量瓶中，敞开瓶口在105～110℃恒温干燥箱中烘1h。盖好瓶盖移入干燥器中冷却40min，取出，称重，反复操作至恒重（W_L'）。

金水沉淀率T（%）按下列公式计算：

$$T=(W_L'-W_L)/G\times100\% \quad\cdots\cdots(7)$$

式中：W_L——过滤前滤纸和称量瓶的质量，g；

W_L'——过滤后滤纸和称量瓶的质量，g；

G——整瓶金水的净质量，g。

平行测定偏差不大于0.04%。

3.12 遮盖力检验

只对玻璃金水进行检验。

在标准涂刷面积的金层厚度下（见3.6），距离50cm，对光正视，目测所烧成的试片，无明显透光现象为合格。

中华人民共和国
轻工行业标准
亮金水　亮钯金水试验方法
QB/T 2382—98
*
轻工业标准化编辑出版委员会
地址：北京朝外光华路12号
邮政编码：100020
电话：(010) 65060022—2309
*
内部资料　不准翻印
印数：1—200册　定价：6.00元