



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103454132 A

(43) 申请公布日 2013.12.18

(21) 申请号 201310413440.5

(22) 申请日 2013.09.11

(71) 申请人 淄博出入境检验检疫局综合技术服务中心

地址 255000 山东省淄博市高新技术开发区
柳泉路北首先进陶瓷创业园裙楼C区
五楼

(72) 发明人 王乐 张丽 项海波 倪荣军
孙计赞 许宏民 王克刚

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限公司 37219

代理人 杨磊

(51) Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

C04B 41/86 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,该方法经过混料、研磨、造粒、成型和烧成步骤制得含镉陶瓷釉标准样品。本发明方法制备的含镉陶瓷釉标准样品具有准确的镉含量定值,镉含量测定结果波动范围更小,能够使陶瓷制品釉中镉的定量分析更加准确;制备步骤简单,操作环境友好,易于推广应用;本发明解决了困扰陶瓷行业多年无法对陶瓷制品釉镉含量准确定量分析,以及待测陶瓷釉无标准样品或标准样品不足的问题,为陶瓷制品釉层中的镉含量的科学检测分析供了有力的技术手段。

1. 一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,步骤如下:

(1)混料:将含镉试剂、空白陶瓷釉料和粘结剂按质量比为 1:(5~2400):(1~2000)混合均匀,得混合物料;

(2)研磨:将混合物料和水按 1:(8~12)的质量比混合,加磨球球磨至颗粒粒径 $\leq 74\mu\text{m}$,置于干燥箱中 100~110℃干燥 8~12h,得干燥粉料;

(3)造粒:往烘干后的干燥粉料中喷洒 3~5%干燥粉料质量的水分并分布均匀,得压片原料;

(4)成型:将压片原料在压片机上于 15~18MPa 的压力下压片,放入烘箱内进行烘干,得压片样;

(5)烧成:将压片样置于马弗炉中,以 3~5℃/min 的速率从室温升温至 700~760℃后保温 1.5~3h,自然冷却至室温,即得含镉陶瓷釉标准样品。

2. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述的含镉试剂选自氧化镉、硫化镉、氯化镉中的一种。

3. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述的空白陶瓷釉料选自不含镉元素的透明熔块釉。

4. 根据权利要求 3 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述的不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为:4.5~8.0%Na₂O,0.05~1.0%MgO,10.0~16.0%Al₂O₃,40.0~50.0%SiO₂,2.5~5.0%K₂O,4.5~8.0%CaO,0.05~1.5%Fe₂O₃,0.8~3.0%ZrO₂,3.0~7.0%BaO,11.0~15.0%ZnO,1.5~4.0%SO₃。

5. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所述的粘结剂选自羧甲基纤维素、石蜡、甲基纤维素或微晶纤维素中的一种。

6. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(2)中所述的混合物料与磨球的质量比为 1:(12~18)。

7. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(2)中所述的混合物料、磨球和水的质量比为 1:15:10。

8. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(4)中所述的烘箱中烘干的温度为 105~115℃,烘干时间为 10~12h。

9. 根据权利要求 1 所述的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,其特征在于,步骤(5)中以 4℃/min 的速率从室温升温至 700~740℃。

一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法,属于计量量值传递的技术领域。

背景技术

[0002] 日用陶瓷为了增加机械强度、表面光泽度和增添艺术装饰效果,常添加镉成分的原料和色釉料。在使用过程中,重金属镉遇热、遇酸很容易溶出,镉元素具有生物蓄积性,被人体吸收会导致头痛、胸闷、咳嗽、无力、骨质疏松、肝肿大等病症。因此,镉釉料成为在陶瓷等日用制品中添加的受限物质之一,陶瓷、玻璃制品釉层中镉含量的检测也成为世界各国研究和关注的热点问题之一。陶瓷制品的釉层与胎体均由高温烧结制备,现有的技术无法有效剥离,因此无法使用化学手段检测釉层成分。

[0003] 目前,在陶瓷釉检测领域常用的方法有化学分析法、X射线荧光光谱法(XRF)等;化学分析法检测准确度最高,检测结果值接近于真值,但是化学分析法检测步骤十分繁琐复杂、检测速度慢,并且需要破坏陶瓷制品,应用局限性很大。X射线荧光光谱法(XRF)由于具有分析准确度高、速度快、分析元素的浓度范围广、样品前处理简单以及无损检测等优点可被应用于陶瓷研究领域。然而,在分析测试过程中,由于受基体效应、物理参数的精度、仪器稳定性等因素的影响,XRF无标样定量分析方法(如基本参数法)的准确度不高,必须使用以标准样品为基础的相对比较法才能获得准确、可靠的分析数据。因此,迫切需要在我国陶瓷釉层化学组成特点的基础上,研制一系列与日用陶瓷釉层具有相似化学组成、物相组成、微观机构的含镉陶瓷釉标准样品用作分析标样。由于陶瓷釉标准样品的制备面临烧成制度控制、配方设计等制备工艺难题,想制备出符合标准样品定值要求的陶瓷釉人工标准样品非常具有挑战意义。目前,用于分析检测陶瓷釉层镉含量的含镉陶瓷釉标准样品的制备方法未见报道。

发明内容

[0004] 针对现有技术的不足,本发明提供一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法。

[0005] 发明概述

[0006] 标准物质是否具有准确的定值是研究标准物质的重要指标,是标准物质能得到公认的前提,是计量量值传递的基础。由于待检验样品的不均匀性、分析测量过程中的不确定性、物质的长期稳定性等多方面原因,均可能引起分析数据的不一致;本发明给出了不确定度的概念,目的在于,当分析数据在给定的标准定值与不确定度的数据变化范围之内时,则认为分析数据是可靠的,反之则认为分析数据不可靠。本发明重点研究了配方以及烧成温度工艺对标准样品定值的影响,制备出具有准确镉含量定值并且符合标准物质要求的含镉陶瓷釉标准样品,使得陶瓷釉镉含量的检测更加准确。

[0007] 术语说明:

[0008] 含镉试剂:本发明所述的含镉试剂是指含有镉元素的固体化学试剂,包括镉的化

合物等。

[0009] 空白陶瓷釉料：本发明所述的空白陶瓷釉料是指不含镉元素的熔块釉。

[0010] 不确定度：本发明所述的不确定度是指被测量的真值所处的量值波动范围。

[0011] 本发明的技术方案如下：

[0012] 一种含镉陶瓷釉标准样品的制备方法，步骤如下：

[0013] (1) 混料：将含镉试剂、空白陶瓷釉料和粘结剂按质量比为 1 : (5 ~ 2400) : (1 ~ 2000) 混合均匀，得混合物料；

[0014] (2) 研磨：将混合物料和水按 1 : (8 ~ 12) 的质量比混合，加磨球球磨至颗粒粒径 $\leq 74 \mu\text{m}$ ，置于干燥箱中 100 ~ 110℃ 干燥 8 ~ 12h，得干燥粉料；

[0015] (3) 造粒：往烘干后的干燥粉料中喷洒 3 ~ 5% 干燥粉料质量的水分并分布均匀，得压片原料；

[0016] (4) 成型：将压片原料在压片机上于 15 ~ 18MPa 的压力下压片，放入烘箱内进行烘干，得压片样；

[0017] (5) 烧成：将压片样置于马弗炉中，以 3 ~ 5℃ /min 的速率从室温升温至 700 ~ 760℃ 后保温 1.5 ~ 3h，自然冷却至室温，即得含镉陶瓷釉标准样品。

[0018] 根据本发明，优选的，步骤(1)中所述的含镉试剂选自氧化镉、硫化镉、氯化镉中的一种；

[0019] 所述的空白陶瓷釉料选自不含镉元素的透明熔块釉，更优选的，所述的不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为：4.5 ~ 8.0%Na₂O, 0.05 ~ 1.0%MgO, 10.0 ~ 16.0%Al₂O₃, 40.0 ~ 50.0%SiO₂, 2.5 ~ 5.0%K₂O, 4.5 ~ 8.0%CaO, 0.05 ~ 1.5%Fe₂O₃, 0.8 ~ 3.0%ZrO₂, 3.0 ~ 7.0%BaO, 11.0 ~ 15.0%ZnO, 1.5 ~ 4.0%SO₃；

[0020] 所述的粘结剂选自羧甲基纤维素、石蜡、甲基纤维素或微晶纤维素中的一种。

[0021] 根据本发明，优选的，步骤(2)中所述的混合物料与磨球的质量比为 1 : (12 ~ 18)。

[0022] 更优选的，步骤(2)中所述的混合物料、磨球和水的质量比为 1 : 15 : 10。

[0023] 根据本发明，优选的，步骤(4)中所述的烘箱中烘干的温度为 105 ~ 115℃，烘干时间为 10 ~ 12h，所述的压片样为直径 32mm、厚 2 ~ 4mm 的圆片样。

[0024] 根据本发明，优选的，步骤(5)中以 4℃ /min 的速率从室温升温至 700 ~ 740℃。

[0025] 本发明中所用原料均为市购产品。

[0026] 本发明的含镉陶瓷釉标准样品不仅可以应用于 X 射线荧光光谱法 (XRF)，还可以应用于其他分析方法比如微波消解-ICP 法、激光剥蚀-ICP-MS 法等对陶瓷制品及釉层中的含镉情况进行定性定量分析。

[0027] 利用本发明方法制备的含镉陶瓷釉标准样品对陶瓷制品釉层中的含镉情况进行定性定量分析按现有技术即可。

[0028] 本发明的有益效果如下：

[0029] 1、本发明方法制备的含镉陶瓷釉标准样品具有准确的镉含量定值，镉含量测定结果波动范围更小，能够使陶瓷制品釉层中的含镉情况定量分析更加准确。

[0030] 2、本发明含镉陶瓷釉标准样品的制备步骤简单，操作环境友好，易于推广应用。

[0031] 3、本发明解决了困扰陶瓷行业多年无法对陶瓷制品釉层镉含量准确定量分析，以及待测陶瓷制品无标准样品或标准样品不足的问题，为陶瓷制品釉层中的含镉量的科学检

测分析供了有力的技术手段。

附图说明

[0032] 图 1 是本发明实施例 1 制备的含镉陶瓷釉标准样品的扫描电子显微镜照片(SEM)。

[0033] 图 2 是本发明实施例 1 制备的含镉陶瓷釉标准样品的实物照片。

[0034] 图 3 是本发明实施例 1-6 制备的含镉陶瓷釉标准样品建立的氧化镉 X 射线荧光光谱法(XRF)分析标准工作曲线。

具体实施方式

[0035] 下面通过具体实施例对本发明做进一步说明,但不限于此。

[0036] 实施例、对比例和应用例中所述的含镉量均为镉元素的质量百分含量。

[0037] 实施例中所用原料均为常规原料,市购产品,分析纯;所用设备为常规市购设备。

[0038] 其中:不含镉元素的低温透明熔块釉,大鸿制釉有限公司有售。

[0039] X 射线荧光光谱法分析用的设备为荷兰帕纳科的 Axios SuperQ、美国赛默飞世尔 ARL、德国布鲁克 S8TIGER。

[0040] 实施例 1、

[0041] 含镉量为 0.035%、不确定度为 $\pm 0.003\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤如下:

[0042] (1) 混料:称取氧化镉 0.01g 于 24.00g 不含镉元素的低温透明熔块釉中,添加 6.00g 微晶纤维素混合均匀,得混合物料;

[0043] (2) 研磨:将混合物料、磨球和水按 1:15:10 的质量比湿法球磨至颗粒粒径 $\leq 74 \mu\text{m}$,置于干燥箱中 105℃干燥 10h,得干燥粉料;

[0044] (3) 造粒:往烘干后的干燥粉料中喷洒 4%干燥粉料质量的水分并分布均匀,得压片原料;

[0045] (4) 成型:取 10.0g 压片原料在压片机上于 18MPa 的压力下压制直径 32mm、厚 3mm 的圆片形试样,烘箱中 110℃干燥 10h,得压片试样;

[0046] (5) 烧成:将压片试样置于马弗炉中,以 4℃/min 的速率从室温升温至 740℃后保温 3h,自然冷却至室温,即得含镉陶瓷釉标准样品。

[0047] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为:Na₂O(5.61%), MgO(0.14%), Al₂O₃(15.10%), SiO₂(48.46%), K₂O(3.57%), CaO(6.82%), Fe₂O₃(0.18%), ZrO₂(0.95%), BaO(4.21%), ZnO(12.99%), SO₃(1.97%)。

[0048] 图 1 为本实施例制备的含镉陶瓷釉标准样品的 SEM 照片,从图 1 中可以看出含镉陶瓷釉标准样品结构致密,无明显的晶粒存在,玻璃相含量很高,玻璃化程度高。

[0049] 图 2 为本实施例制备的含镉陶瓷釉标准样品的实物照片,从图 2 中可以看出含镉陶瓷釉标准样品结构非常致密,形成了陶瓷釉层特有的微观结构。

[0050] 含镉陶瓷釉标准样品的定值及不确定度的确定:按照和 GB/T15000.3-2008《标准样品工作导则(3)标准样品定值的一般原则和统计方法》和 CNAS-GL29:2010《标准物质-标准样品定值的一般原则和统计方法》要求,参加分析定值的协作实验室的数目,一般不少于 6 个实验室。参加定值的分析数据组数一般不少于 8 组,每个实验室每种方法报出的四个独

立测试数据作为一组数据。本实施例采取多家实验室、多种分析手段对标准样品进行协作定值,确保平均值的准确性,分析方法均采用国家标准或者行业标准。采用方差法、科克伦、夏皮洛法、狄克逊法对各组定值数据进行均匀性检验、等精度检验、正态性分布检验和稳定性检验合格后,最后定值;具体步骤如下:

[0051] (1) 抽样:各梯度按随机数抽取样片,发送给国内 10 家具有较好标样定值分析经验的单位协作定值。

[0052] (2) 定值分析方法:按照国家标准样品技术规范,定值单位选用一种或两种准确可靠的分析方法协作定值,分析主要采用国家标准方法 GB/T14506-2010《硅酸盐岩石化学分析方法》、GB/T4734-1996《陶瓷材料及制品化学分析方法》、GB/T1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》和行业标准《日用玻璃产品中主次量元素的测定等离子体发射光谱法》。

[0053] (3) 均匀性检验:依照方差法检验样品均匀性。各元素的均匀性检验结果 F 值均小于临界值(取显著性水平 $\alpha=0.05$),标准样品判定为均匀,可以进行后面的数据处理。

[0054] (4) 离群值检验:用狄克逊检验准则对各单位报出的结果进行组内数据离群值和组间数据离群值检验并取舍,剔除组内和组间离群值后可以进行后面的数据处理。

[0055] (5) 等精度检验:用科克伦检验准则对各单位报出的结果进行等精度检验,删除可疑数据组后进行后面的数据处理。

[0056] (6) 正态性检验:测定数据的正态性检验采用夏皮洛-威尔克检验,查特定的正态性 W 检验临界值表,数据均呈正态分布,可以进行后面的数据处理。

[0057] (7) 稳定性检验:在 22 个月时间内,该标准样品分阶段进行了四次测定,各元素的测定值并没有产生明显的倾向趋势,说明该标准样品的稳定性良好。借鉴国内外标准样品的使用保存情况,在规定的保存条件下,本标准样品的有效期暂定为两年。

[0058] (8) 定值结果的表示:按照 GB/T15000.3-2008 标准样品工作导则(3)标准样品选择定值原则和统计方法,将每个实验室、每个测试方式测试数据的平均值,视为单次测试值,定值结果由总平均值 \bar{X} 和单次测试值的标准偏差表示,同时给出参与定值的测试数据组数。

$$[0059] \quad \bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^m \bar{X}_i}{m},$$

$$[0060] \quad S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (\bar{X}_i - \bar{X})^2}{m(m-1)}}$$

[0061] 式中 \bar{X}_i - 各单位测试平均值;

[0062] m—测试数据组数;

[0063] 不确定度以标准偏差及测试数据组数来体现。按 GB8170 进行数值修约,标准值位数与标准偏差位数对齐,标准偏差按只进不舍处理。

[0064] X 射线荧光光谱法测定样品陶瓷釉层中的镉含量:

[0065] 将烧制的系列含镉陶瓷标准样品放入 X 射线荧光光谱仪中建立校准工作曲线,利

用 X 射线荧光光谱仪中的薄层分析软件对样品进行分析测定。其中将待检样品的分层数、样品的厚度及样品的密度值(一般为 $1\text{g}/\text{cm}^3$) 输入分析软件中,根据强度的迭代原理即可测出待测样品釉层中镉的含量。

[0066] 实施例 2、

[0067] 含镉量为 0.090%、不确定度为 $\pm 0.011\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤同实例 1,不同之处是:

[0068] 步骤(1)中添加 0.03g 硫化镉作为含镉试剂;

[0069] 步骤(5)中升温至 740°C 保温时间为 2.5h。

[0070] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为: Na_2O (7.49%), MgO (0.13%), Al_2O_3 (11.42%), SiO_2 (45.15%), K_2O (4.79%), CaO (6.68%), Fe_2O_3 (0.49%), ZrO_2 (1.83%), BaO (4.84%), ZnO (14.47%), SO_3 (2.71%)。

[0071] 实施例 3、

[0072] 含镉量为 0.351%、不确定度为 $\pm 0.012\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤同实例 1,不同之处是:

[0073] 步骤(1)中添加 0.14g 氯化镉作为含镉试剂;

[0074] 步骤(5)中升温至 730°C 后保温 2h。

[0075] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成同实施例 1。

[0076] 实施例 4、

[0077] 含镉量为 0.839%、不确定度为 $\pm 0.040\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤同实例 1,不同之处是:

[0078] 步骤(1)中添加的氧化镉质量为 0.23g;

[0079] 步骤(5)中升温至 720°C 后保温 1.5h。

[0080] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为: Na_2O (6.13%), MgO (0.14%), Al_2O_3 (11.66%), SiO_2 (48.67%), K_2O (3.59%), CaO (6.39%), Fe_2O_3 (0.11%), ZrO_2 (2.44%), BaO (3.77%), ZnO (14.07%), SO_3 (3.03%)。

[0081] 实施例 5、

[0082] 含镉量为 2.14%、不确定度为 $\pm 0.05\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤同实例 1,不同之处是:

[0083] 步骤(1)中称取氧化镉 0.59g 于 23.50g 无镉透明熔块釉中;

[0084] 步骤(5)中升温至 710°C 后保温 2h。

[0085] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为: Na_2O (5.61%), MgO (0.11%), Al_2O_3 (12.62%), SiO_2 (49.86%), K_2O (3.34%), CaO (6.27%), Fe_2O_3 (0.10%), ZrO_2 (1.62%), BaO (5.23%), ZnO (12.97%), SO_3 (2.27%)。

[0086] 实施例 6、

[0087] 含镉量为 8.12%、不确定度为 $\pm 0.04\%$ 的含镉陶瓷釉标准样品的制备,步骤同实例 1,不同之处是:

[0088] 步骤(1)中称取氧化镉 2.23g 于 22.00g 无镉透明熔块釉中;

[0089] 步骤(5)中升温至 700°C 后保温 1.5h。

[0090] 本实施例中不含镉元素的透明熔块釉的化学组成为: Na_2O (5.30%), MgO (0.74%),

Al_2O_3 (11.60%), SiO_2 (49.86%), K_2O (3.35%), CaO (5.75%), Fe_2O_3 (0.10%), ZrO_2 (1.52%), BaO (6.33%), ZnO (11.57%), SO_3 (3.88%)。

[0091] 对比例、

[0092] 本对比例用熔融法制备标准样品,步骤如下:

[0093] (1)混料:称取分析纯氧化镉 0.0025g 于 0.6975g 不含镉元素的透明熔块釉料中,添加 7g 四硼酸锂和偏硼酸锂的混合溶剂(四硼酸锂:偏硼酸锂 =63:27,质量比)在铂金坩埚中并混匀;

[0094] (2)熔融:在混匀的粉料中加 6~7 滴脱模剂,将坩埚放入高温熔融炉中于 1050℃ 熔融,将熔融液倒入成型磨具,冷却后脱模制得含镉玻璃熔融标准样品片;

[0095] 按照对比例中的步骤分别称取不同质量比的分析纯氧化镉和不含镉元素的透明熔块釉料(分析纯氧化镉和不含镉元素的透明熔块釉料总质量为 0.7g),制得一系列不同含镉量的玻璃熔融标准样品片。

[0096] 本对比例中无镉透明熔块釉的化学组成同实施例 1。

[0097] 应用例、

[0098] 本应用例将市场购得 11 组含镉陶瓷制品作为待测样品,利用化学分析法测定 11 组待测陶瓷样品釉层中的含镉量作为定量值。

[0099] 利用实施例和对比例制备的含镉陶瓷釉标准样品作为标准样品,通过 X 射线荧光光谱测定待测陶瓷样品釉层中含镉量。

[0100] 将实施例制备的含镉陶瓷釉标准样品放入 X 射线荧光光谱仪中检测并建立校准工作曲线,采用标准工作曲线法测定待测陶瓷样品釉层中的含镉量,检测结果见表 1。

[0101] 将对比例制备的一系列含镉玻璃熔融标准样品片放入 X 射线荧光光谱仪中检测并建立校准工作曲线,采用标准工作曲线法测定待测陶瓷样品釉层中的含镉量,检测结果见表 2。

[0102] 表 1

[0103]

| 待测样品 | 实施例得到的待测样品的镉含量 | 化学分析法定量值 | 相对偏差 |
|------|----------------|----------|--------|
| 1# | 0.346% | 0.350% | -1.14% |
| 2# | 0.836% | 0.844% | -0.95% |
| 3# | 2.141% | 2.158% | -0.79% |
| 4# | 4.562% | 4.579% | -0.37% |
| 5# | 0.547% | 0.562% | -2.67% |
| 6# | 5.894% | 5.901% | -0.12% |
| 7# | 7.956% | 7.932% | 0.30% |

| | | | |
|-----|--------|--------|--------|
| 8# | 8.012% | 8.006% | 0.07% |
| 9# | 0.246% | 0.250% | -1.60% |
| 10# | 0.076% | 0.073% | 4.11% |
| 11# | 6.357% | 6.349% | 0.13% |

[0104] 表 2

[0105]

| 待测样品 | 对比例得到的待测样品的镉含量 | 化学分析法定量值 | 相对偏差 |
|------|----------------|----------|---------|
| 1# | 0.102% | 0.350% | -70.86% |
| 2# | 0.512% | 0.844% | -39.34% |
| 3# | 1.851% | 2.158% | -14.23% |
| 4# | 3.082% | 4.579% | -32.69% |
| 5# | 0.261% | 0.562% | -53.56% |
| 6# | 2.856% | 5.901% | -51.60% |
| 7# | 4.442% | 7.932% | -44.00% |
| 8# | 6.257% | 8.006% | -21.85% |
| 9# | 0.086% | 0.250% | -65.60% |
| 10# | 0.046% | 0.073% | -36.99% |
| 11# | 4.357% | 6.349% | -31.38% |

[0106] 从表 1、表 2 中可以看出, 实施例制备的含镉陶瓷釉标准样品作为标准样品检测出的待测陶瓷样品釉层中的含镉量与化学分析法定量值的相对偏差很小, 检测结果准确度高; 而对比例制备的含镉玻璃熔融标准样品片作为标准样品检测出的待测陶瓷样品釉层中的含镉量与化学分析法定量值的相对偏差很大, 检测结果准确度差, 不适合作为未知陶瓷样品釉层的定量分析方法。

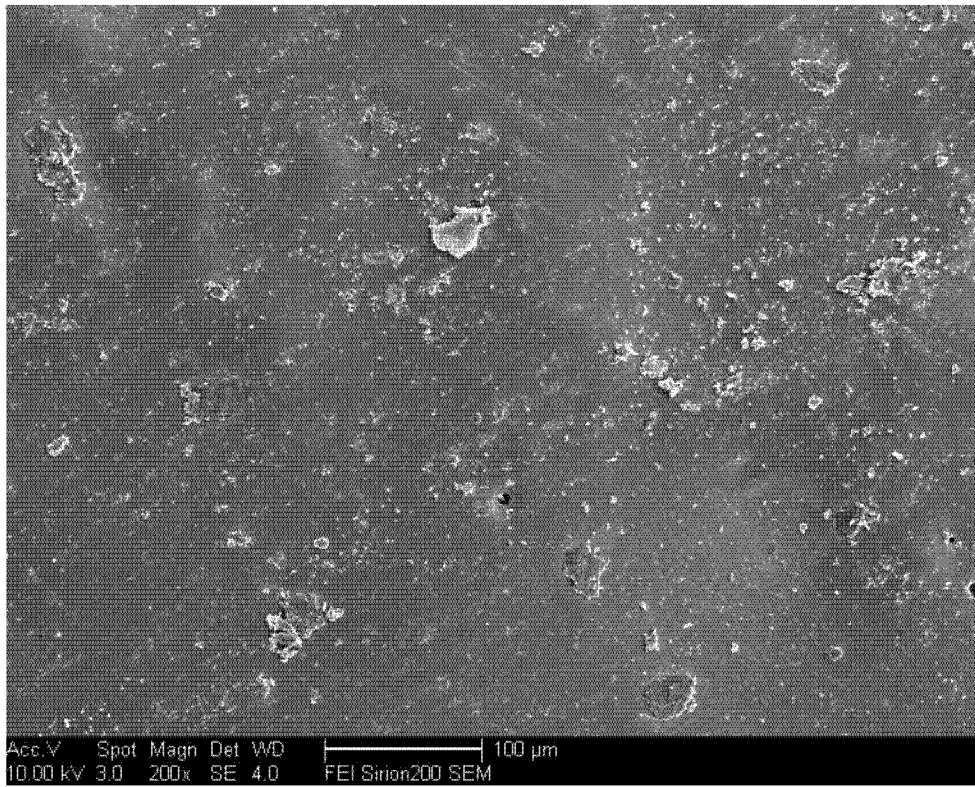


图 1

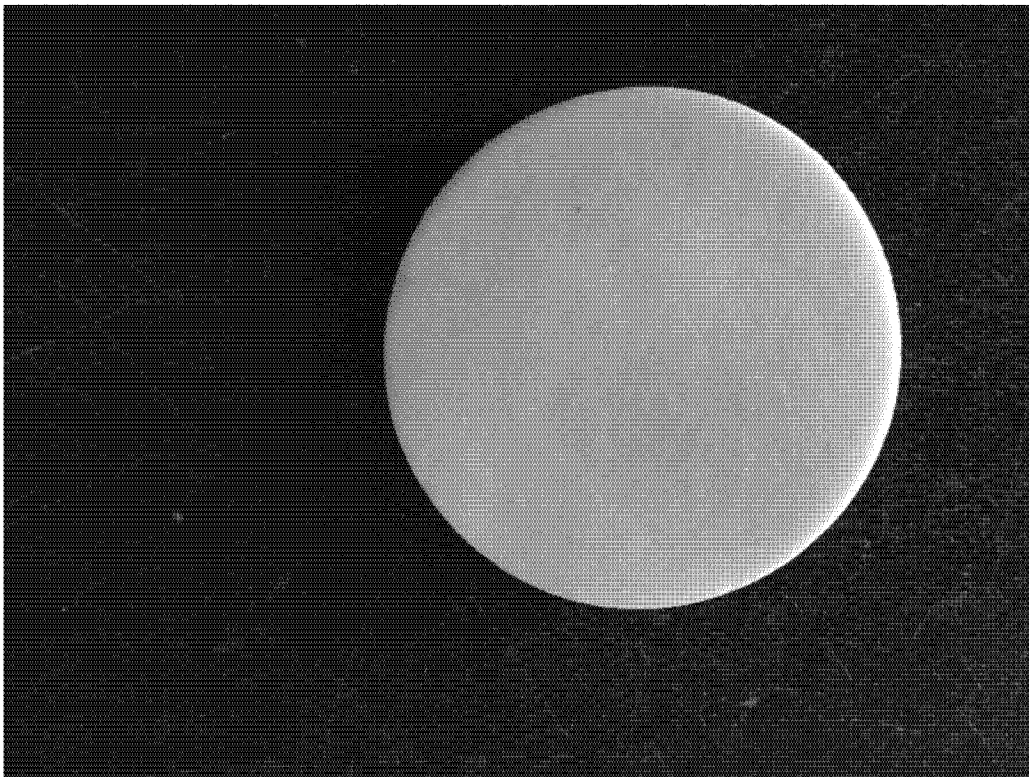


图 2

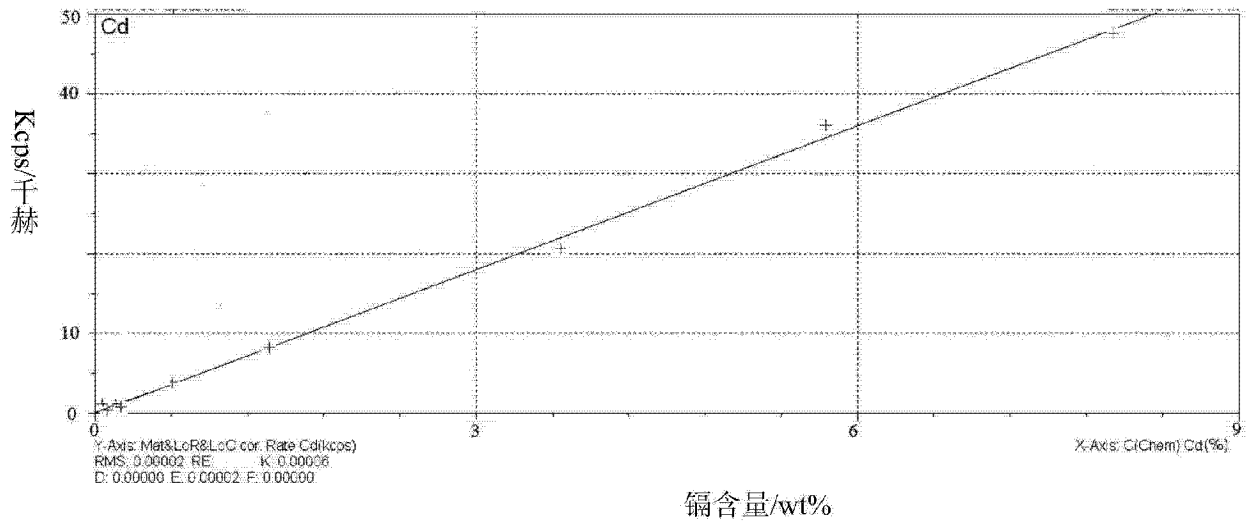


图 3