



中华人民共和国国家标准

GB/T 9989.3—XXXX
代替GB/T 9989.3—2015

搪瓷耐化学侵蚀的测定 第3部分：用六角形容器或四边玻璃容器进行耐碱溶液侵蚀的测定

Vitreous and porcelain enamels -Determination of resistance to chemical corrosion -
Part 3:Determination of resistance to chemical corrosion by alkaline liquids using a
hexagonal vessel or a tetragonal glass bottle

(ISO 28706-3:2017, MOD)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言.....	II
引言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂.....	1
6 仪器设备.....	1
7 样品.....	9
8 试验步骤.....	9
9 结果表示.....	10
10 标准溶液试验.....	10
11 其他试验溶液及条件.....	11

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。

本文件是GB/T 9989《搪瓷耐化学侵蚀的测定》的第3部分。GB/T 9989已经发布以下部分：

- 第1部分：室温下耐酸侵蚀的测定；
- 第2部分：耐沸腾酸、沸腾中性液体、碱性液体及其蒸气化学侵蚀的测定；
- 第3部分：用六角形容器或四边形玻璃容器进行耐碱溶液侵蚀的测定；
- 第4部分：用圆柱形容器进行耐碱溶液侵蚀的测定；
- 第5部分：在封闭系统中耐化学侵蚀的测定。

本文件代替GB/T 9989.3—2015《搪瓷耐化学侵蚀的测定 第3部分 用六角形容器进行耐碱溶液侵蚀的测定》，与GB/T 9989.3—2015相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了醋酸溶液试剂（见5.8）；
- 增加了试验装置“四边形玻璃容器”及其试验步骤（见6.2、8.3）。

本文件修改采用ISO 28706-3:2017《搪瓷耐化学侵蚀的测定 第3部分：用六角形容器或四边形玻璃容器进行耐碱溶液侵蚀的测定》。

本文件与ISO 28706-3:2017的技术差异及其原因如下：

- 用规范性引用的GB/T 6031替换了ISO 48，GB/T 6031—2017与ISO 48:2010的一致性程度为等同；
- 用规范性引用的GB/T 6682替换了ISO 3696，GB/T 6682—2008与ISO 3696:1987的一致性程度为修改；
- 用规范性引用的GB/T 28212替换了ISO 4799，以适应我国的技术条件，增加可操作性；
- 用规范性引用的GB/T 38166替换了ISO 28764，GB/T 38166—2019与ISO 28764:2015的一致性程度为等同；
- 用规范性引用的HG/T 3115替换了ISO 3585，HG/T 3115—1998与ISO 3585:1991的一致性程度为等同。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会玻璃搪瓷制品分技术委员会（SAC/TC397/SC4）归口。

本文件起草单位：石家庄正中科技有限公司、湖南信诺技术股份有限公司、东华大学、国家眼镜玻璃搪瓷制品质量检验检测中心等。

本文件于2015年10月首次发布，本次为第一次修订。

引 言

GB/T 9989旨在描述搪瓷耐化学侵蚀的测试方法，由五部分构成。

- 第1部分：室温下耐酸侵蚀的测定；
- 第2部分：耐沸腾酸、沸腾中性液体、碱性液体及其蒸气化学侵蚀的测定；
- 第3部分：用六角形容器或四方形玻璃瓶进行耐碱溶液侵蚀的测定；
- 第4部分：用圆柱形容器进行耐碱溶液侵蚀的测定；
- 第5部分：在封闭系统中耐化学侵蚀的测定。

水溶液对搪瓷和瓷釉的侵蚀是一个水解过程。搪瓷层的主要组分是二氧化硅，它是一个三维的硅酸盐网络结构，经水解后形成的硅酸或硅酸盐会溶解到侵蚀介质中。其他组分（主要是金属氧化物）也会水解，并形成相应的氢氧化金属离子或氢氧化物。所有被侵蚀的产物或多或少会溶解到侵蚀介质中，整个侵蚀过程会导致材料单位面积的失重。

搪瓷表面的侵蚀量与侵蚀时间存在一定的关系，有些水溶液是呈线性关系；也有一些水溶液是呈对数关系。只有呈线性关系的水溶液侵蚀，才可以用科学的方法准确计算其单位面积的失重速率 $[g/(m^2 \cdot h)]$ 以及侵蚀速率（mm/a）。

影响水溶液对搪瓷表面侵蚀重要的因素是搪瓷的质量、温度和pH值。二氧化硅有限的溶解度也起到了一定的抑制作用。下面列举了在不同侵蚀条件下不同类型搪瓷的侵蚀情况：

a) 在80℃时，碱性溶液（如0.1 mol/L氢氧化钠，见GB/T 9989.4—2015，第9章）对搪瓷的硅酸盐网络侵蚀较明显，硅酸盐和大多数其他水解组分都会溶解在碱性溶液中，侵蚀量与试验时间呈线性关系。因此，试验结果可以用单位面积的失重速率（单位面积和单位时间的失重）和侵蚀速率（mm/a）来表示。

b) 在室温下，弱酸溶液（如柠檬酸，见GB/T 9989.1—2015，第9章）或强酸溶液（如硫酸，见GB/T 9989.1—2015，第10章）对搪瓷的硅酸盐网络侵蚀较小。在表面其他组分有一定程度的析出。高耐酸搪瓷经试验后，搪瓷表面观察不到明显的变化。而耐酸较差的搪瓷经试验后，搪瓷表面会产生侵蚀痕迹或呈现粗糙。

c) 在沸腾的酸性溶液中（见GB/T 9989.2），搪瓷层的硅酸盐网络受到了侵蚀，二氧化硅和其他搪瓷组分都会溶解到溶液中，但是，二氧化硅在酸性溶液中的溶解度低，溶解的二氧化硅很快在侵蚀溶液中达到饱和，且仅在搪瓷表面有侵蚀析出。酸的侵蚀将受到抑制，侵蚀速率显著下降。

注：玻璃试验装置在酸的侵蚀下会析出二氧化硅，对搪瓷层的侵蚀也有一定的抑制作用。

在气相试验中，样品表面形成的冷凝物不含任何已溶解的搪瓷组分，有效防止了这类抑制侵蚀的作用。

以下是搪瓷非线性侵蚀[见1)]和线性侵蚀[见2)]的实例：

1) 沸腾柠檬酸(见GB/T 9989.2—XXXX，第11章)和30%沸腾硫酸(见GB/T 9989.2—XXXX，第12章)

由于在气相中仅含有微量的酸，因此通常只进行液相试验。酸的侵蚀不但受抑制作用的影响，而且侵蚀量取决于试验的时间。因此，试验结果用单位面积的失重来表示，不能计算单位面积的失重速率。

2) 20%沸腾盐酸(见GB/T 9989.2—XXXX，第13章)

因为盐酸是共沸沸腾酸，其在液相和气相中的浓度是相同的，所以不需要进行液相试验。剧烈的沸腾使凝聚物无法产生抑制作用，侵蚀量与试验的时间呈线性关系，因此，试验结果可以用单位面积的失重速率（单位面积和单位时间的失重）和侵蚀速率(mm/a)来表示。

d) 在高温、高压条件下进行的液相试验（见GB/T 9989.5）中，酸性溶液对搪瓷的侵蚀是剧烈的。为避免产生抑制作用，试验时间限制在24 h，且酸与被侵蚀搪瓷表面的比例相对较高（模拟在化学反应容器内的条件）。侵蚀量与试验的时间呈线性关系。因此，20%盐酸（见GB/T 9989.5—2015，第8章）、模拟溶液（见GB/T 9989.5—2015，第10章）或工艺流体（见GB/T 9989.5—2015，第11章）的试验结果可以用单位面积的失重速率（单位面积和单位时间的失重）来表示。

e) 在沸腾水中（见GB/T 9989.2—XXXX，第14章），硅酸盐网络是非常稳定的。搪瓷表面主要以渗透为主，二氧化硅的溶解量非常有限。在液相中，对于高耐侵蚀的搪瓷，其抗侵蚀能力较强，这类侵蚀可以用气相侵蚀来表示。但如果试验的搪瓷化学稳定性比较差，搪瓷表面会有碱金属离子析出，从而提高了溶液的pH值，增加了液相的侵蚀，所以，液相和气相都能够得到有用的信息。

f) 因为侵蚀无法确定是线性的还是非线性的，试验结果仅能用单位面积失重来表示，并应给出试验时间。

g) 对于试验时间为24 h或168 h的标准溶液（见GB/T 9989.3—XXXX，第10章）试验，因为不能确定侵蚀曲线是否是线性的，所以在试验报告中不包含侵蚀速率的计算。

h) 对于其他酸性溶液（见GB/T 9989.2—XXXX，第16章）和其他碱性溶液（见GB/T 9989.3—XXXX，第11章和GB/T 9989.4—2015，第10章），因为在试验过程中也不确定侵蚀速率是否呈线性，所以在试验报告中不包含侵蚀速率的计算。

本文件的试验参数（介质、温度和时间）不适用于烧成温度低于700 °C的搪瓷材料，如铝搪瓷等应采用其他的介质、温度和（或）时间。这些试验可以根据GB/T 9989中第1、2、3和4部分中的“其他试验溶液”所描述的程序来进行。

搪瓷耐化学侵蚀的测定 第3部分：用六角形容器或四边形玻璃容器进行耐碱溶液侵蚀的测定

1 范围

本文件描述了使用六角形容器或四边形玻璃容器测定搪瓷制品耐碱溶液侵蚀的试验方法。

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 6031 硫化橡胶或热塑性橡胶 硬度的测定（10 IRHD~100 IRHD）（GB/T 6031—2017，ISO 48:2010，IDT）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696: 1987，MOD）

GB/T 28212 实验室玻璃仪器 冷凝管

GB/T 38166 钢板搪瓷、铝搪瓷和铸铁搪瓷的样板制备（GB/T 38166—2019，ISO 28764:2015，MOD）

HG/T 3115 硼硅酸盐玻璃3.3的性能（HG/T 3115—1998，ISO 3585: 1991，IDT）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在规定的温度和时间条件下，搪瓷层受到碱性溶液的侵蚀，测定其失重并计算单位面积的失重速率。

5 试剂

试验过程中，使用的试剂均为分析纯。

- 5.1 试验用水：符合 GB/T 6682 中 3 级水要求。
- 5.2 脱脂剂：用于清洁试验设备和样品，如乙醇或含有数滴洗涤剂的试验用水。
- 5.3 三磷酸钠($\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$)。
- 5.4 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。
- 5.5 过硼酸钠($\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。
- 5.6 硅酸钠(Na_2SiO_3)：含量约 81%（质量分数）。
- 5.7 烷基磺酸钠 $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x-\text{C}(\text{SO}_2\text{Na})\text{H}-(\text{CH}_2)_3-\text{CH}_3]$ 。
- 5.8 醋酸溶液：体积浓度为 50 mL/L，用于清洁试验设备和样品。

6 仪器设备

6.1 六角形容器试验装置

6.1.1 总则

六角形容器试验装置(见图1~图4)每个边部都有一个圆形开口,每个样品对准每一个圆形开口,并用翼形螺母将夹紧板压紧,容器和样品之间放置密封圈。盖子上有4个插孔,其中1个用于放置叶浆搅拌器,2个用于放置浸入式加热器,1个用于放置温度控制器,用螺栓将盖子固定在容器上,容器和盖子之间放置密封圈。叶浆搅拌器,浸入式加热器,温度控制器固定在离容器底部30 mm的位置上。

密封圈(见6.1.6)符合GB/T 6031测定的硬度为70 IRHD,且能耐100 °C的碱性溶液的橡胶(如氯丁橡胶)。

六角形容器、盖子、夹紧板和叶浆搅拌器都应由相同的奥氏体不锈钢制成。

6.1.2 六角形容器

奥氏体不锈钢制成(见图1~图3),带有螺纹的4个螺栓焊接在每个边上,用以固定夹紧板;带有螺纹的6个螺栓焊接在上表面,用以固定盖子。容器尽可能设有一个排水口。

6.1.3 盖子

奥氏体不锈钢制成(见图4),1个位于中心位置的孔用以固定叶浆搅拌器,3个分开的孔分别用以固定浸入式加热器和温度控制器。

6.1.4 夹紧板(6块)

奥氏体不锈钢制成,厚度为4 mm,与六角形容器的开孔相匹配。

6.1.5 翼形螺母(30个)

用于将夹紧板和盖子固定在容器上。

6.1.6 密封圈

6个外径100 mm,内径80 mm,厚度8 mm的密封圈,用于样品与容器之间的密封;1个内径140 mm,厚度3 mm的密封圈,用于盖子和容器之间的密封。

6.1.7 叶浆搅拌器

奥氏体不锈钢制成,其尺寸见图3,搅拌器工作转速为 (1350 ± 50) r/min。

6.1.8 浸入式加热器(2个)

圆柱状,每个600 W,由镀镍的铜或奥氏体不锈钢制成。

6.1.9 温度控制器

由温度控制在 ± 1 °C的接触式温度计组成。

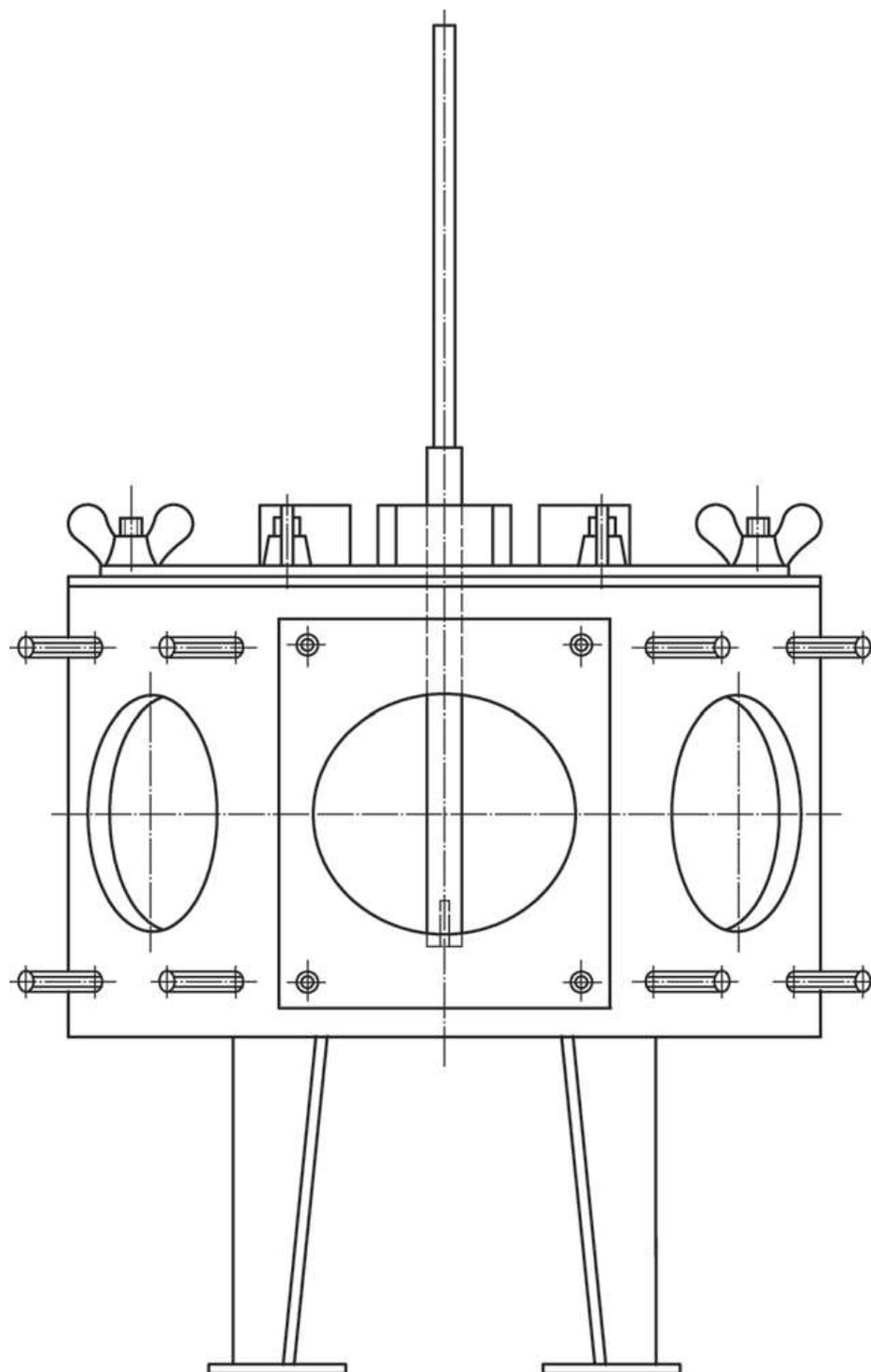
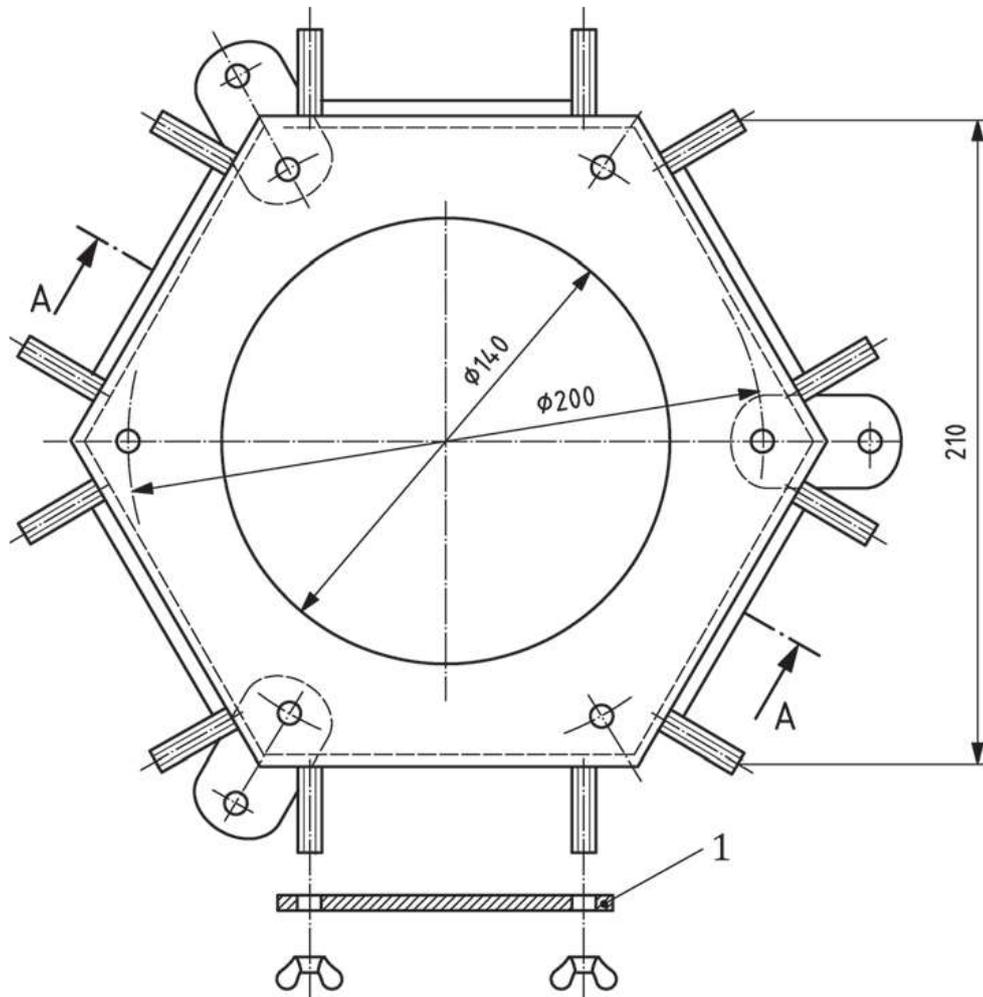


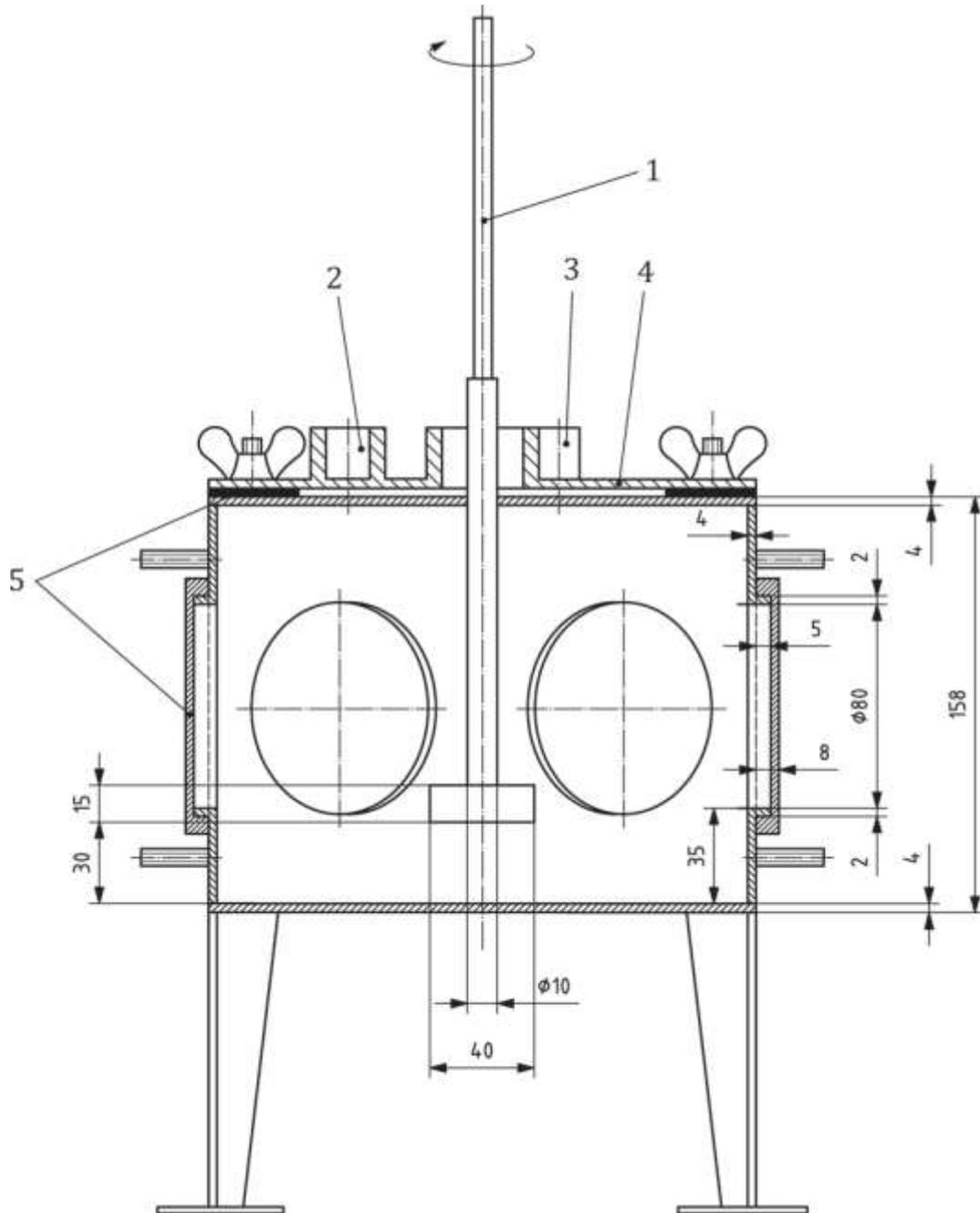
图1 配有盖子、搅拌器和夹紧板的六角形容容器



标引序号说明：
1——夹紧板。

图2 无盖子和夹紧板的六角形容器的俯视图

单位为毫米



标引序号说明：

- 1——叶浆搅拌器；
- 2——温度控制器插孔；
- 3——浸入式加热器插孔；
- 4——盖子；
- 5——密封圈。

图3 六角形容器、盖子、叶浆搅拌器和密封圈的A-A 截面图

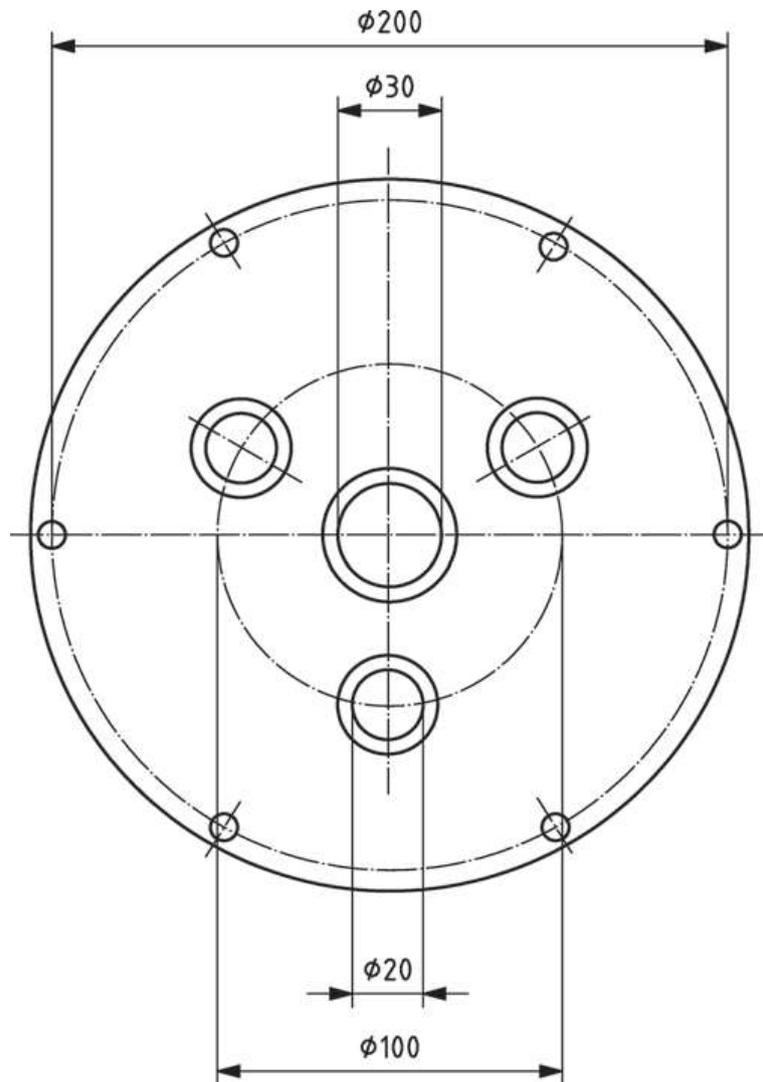


图4 盖子的俯视图

6.2 四边形玻璃容器试验装置

6.2.1 总则

试验装置(见图5)是一个四边形容器,每个边部有1个圆形开孔。用翼形螺母固定的夹紧板将样品压在每个开口上,容器和样品之间放置密封圈。

玻璃容器应符合HG/T 3115,其有2个插孔,1个用于放置冷凝管,另1个用于放置温度控制器。密封圈(见6.1.6)符合GB/T 6031测定的硬度为70 IRHD,且能耐100 °C的碱性溶液的橡胶(如氯丁橡胶)。

夹具(见图6)用于固定样品。

该装置采用带加热功能的磁力搅拌器进行加热,控制温度为 ± 1 °C。用一个磨砂玻璃接头将热电偶与套管连接并安装到装置上(见图7)。

6.2.2 磁力搅拌器

具有加热功能的磁力搅拌器。

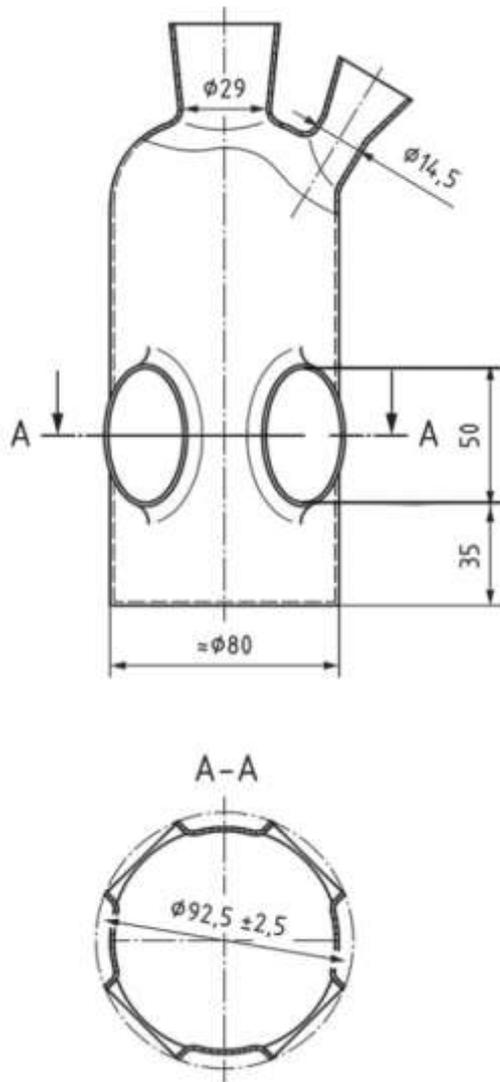
6.2.3 控温装置

能维持温度 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

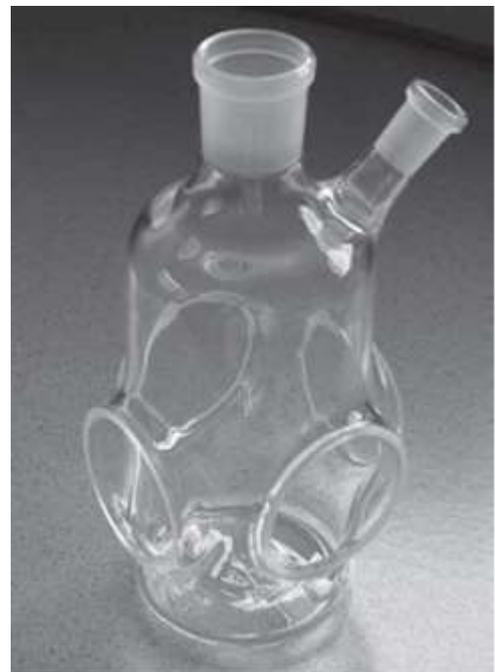
6.2.4 磨砂玻璃接头

用于温控装置的套管连接。

单位为毫米



(a) 玻璃容器尺寸图



(b) 玻璃容器照片

图5 四边形玻璃容器

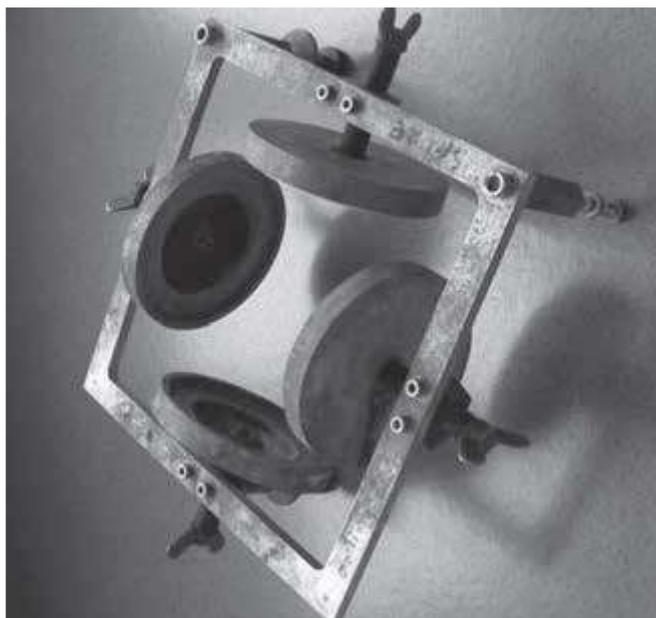


图6 夹具



图7 磨砂玻璃接头和连接套管

6.2.5 回流冷凝管

李比希-韦斯特 (Liebig-West) 回流冷凝管或GB/T 28212中同等效果的回流冷凝管，在试验期间内部体积不变，玻璃外套长度为400 mm，硼硅酸盐玻璃的标准磨砂接口应符合HG/T 3115的要求。

6.2.6 刻度收集器

硼硅酸盐玻璃的标准磨砂接口应符合HG/T 3115的要求。

放置在试验装置上用于收集回流冷凝管产生的冷凝液，刻度间隔为0.1 mL。

6.2.7 磁力搅拌子

包覆聚四氟乙烯，放入玻璃容器中。

6.3 其他

6.3.1 烘箱：维持温度在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.2 干燥器。

6.3.3 天平：称量精度在 0.2 mg 。

6.3.4 棉花。

6.3.5 软海绵。

7 样品

按照GB/T 38166的规定准备样品，样品应双面涂搪。

8 试验步骤

8.1 总则

每次试验，均需用两组相同的搪瓷样品进行两次测试。

试验前，先用浸有脱脂剂（见5.2）的棉花（见6.3.4）将搪瓷表面擦干净，然后将样品置于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（见6.3.1）内干燥2 h，再置于干燥器（见6.3.2）中冷却不少于2 h，称重，记录试验前样品质量（ m_s ），精确到 0.2 mg 。

8.2 六角形容器

将样品置于六角形容器的开口上，用夹紧板将其夹紧，使容器不漏液。室温下，将4.5 L碱性试验溶液（见第10章、第11章）从盖子的进液口倒入，将试验溶液加热至规定的温度（见第10章、第11章），连续搅拌，保持该温度至规定的时间（见第10章、第11章）。

达到规定的试验时间（见第10章、第11章）后，移除热的试验溶液，在室温下立即用试验用水（见5.1）充满容器，搅拌2 min后移除试验用水，将样品从容器上取下，再次彻底冲洗容器。

用浸透试验用水（见5.1）的棉花擦洗样品两面，再用脱脂剂（见5.2）清洗样品。然后将样品置于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（见6.3.1）内干燥2 h，再置于干燥器（见6.3.2）中冷却不少于2 h，称重，记录试验后样品质量（ m_f ），精确到 0.2 mg 。

测量侵蚀区域的直径，3次测量值与平均值的误差应在 $\pm 1\text{ mm}$ ，用平均值计算侵蚀区域面积（ A ）。

8.3 四边形玻璃瓶

将样品固定在试验装置（见6.2）上，使样品涂搪表面（待测面）朝向容器内部。

若样品有未涂搪区域，应进行保护，避免受侵蚀介质的侵蚀。

均匀拧紧翼形螺母，以确保试验装置不漏液。

通过刻度收集器的插孔，将600 mL试验溶液（见第10章、第11章）注入玻璃容器中，再将刻度收集器和回流冷凝管安装在插孔上，使刻度收集器处于开启状态。将试验溶液加热到规定的温度（见第10章、第11章）。达到规定的试验温度开始计时。调节控温装置维持试验温度。

达到规定的试验时间后，排空玻璃瓶，冷却并用试验用水（见5.1）冲洗。

将样品从装置上取下，在室温下，用浸泡过醋酸溶液（见5.8）的海绵（6.3.5）擦拭样品三次，然后用试验用水（见5.1）清洗。

小心清除样品边缘的密封圈残留物，将样品置于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱（见6.3.1）内干燥2 h，再置于干燥器（见6.3.2）中冷却不少于2 h，称重，记录试验后样品质量（ m_f ），精确到 0.2 mg 。

测量侵蚀区域的直径，3次测量值与平均值的误差应在1 mm。用平均值计算侵蚀区域面积（ A ）。

9 结果表示

对于每次试验，用式（1）计算单位面积总的失重（ $\Delta\rho_A$ ），单位为克每平方米（ g/m^2 ）。

$$\Delta\rho_A = \frac{(m_s - m_f)}{A} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_s ——试验前样品质量，单位为克（g）；

m_f ——试验后样品质量，单位为克（g）；

A ——侵蚀区域的面积，单位为平方米（ m^2 ）。

为了区分不同试验周期的试验结果，应在符号下标注试验时间的数值，如：试验周期为24 h，用 $\Delta\rho_{A24}$ 表示。

样品上如有渗透到金属基底的针孔、边缘爆瓷或边缘受到侵蚀等缺陷，应剔除并用同等数量新的样品进行试验。

结果用算术平均值来表示，精确到0.1 g/m^2 。每个数值与平均值的偏差 $\leq 20\%$ 。

10 碱性溶液试验

10.1 总则

按照第8章规定的步骤进行试验。

10.2 试验溶液

用试验用水（见5.1）和分析纯试剂配制4.5 L试验溶液，包含：

——27.0 g 三磷酸钠($\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$)；

——9.0 g 无水碳酸钠(Na_2CO_3)；

——2.7 g 过硼酸钠($\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)；

——1.8 g 硅酸钠， Na_2SiO_3 质量分数约为81%；

——4.5 g 烷基磺酸钠 $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{C}(\text{SO}_2\text{Na})\text{H}-(\text{CH}_2)_3-\text{CH}_3]$ 。

使用600 mL试验溶液时，应确保使用相同浓度的上述试剂。

每次试验前，应配制新的试验溶液。

10.3 试验温度

将容器中的试验溶液加热至 $95\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ ，并在试验期间保持该温度。

10.4 试验时间

95 $^\circ\text{C}$ 下的试验时间（不包含升温时间）分别为24 h（见6.1）和2.5 h（见6.2）。

若24 h试验后，单位面积的平均失重小于8 mg，需用一组新样品，重复试验，试验时间增加到168 h（仅对6.1），且每过24 h，移除热的试验溶液，并在室温下立刻加入新鲜试验溶液进行更换。

若失重仍然小于8 mg，则试验结果记为“ $<1.6\text{ g}/\text{m}^2$ ”。

若要获得更准确的试验结果，可以按照第11章所述的其他试验溶液及条件进行试验。

10.5 试验报告

试验报告应给出以下内容：

- a) 样品的必要信息；
- b) 试验依据：GB/T 9989.3 中第 10 章；
- c) 试验时间：单位为小时（h），所使用的试验装置；
- d) 试验结果：单位面积失重（见第 9 章），包括单个计算值和算术平均值；
- e) 试验的偏离（必要时）；
- f) 试验中观察到的异常特征（必要时）；
- g) 试验日期。

11 其他试验溶液及条件

11.1 总则

按照第 8 章规定的步骤进行试验。

11.2 试验溶液

约定的碱性试验溶液应由分析纯试剂和试验用水配制，使用的试验溶液不应损坏试验设备。每次试验前，应配制新的试验溶液。

11.3 试验温度

将容器中的试验溶液加热到约定的 40 °C~95 °C 的温度，并且在整个试验过程中保持这个温度。

11.4 试验时间

在试验温度下的试验时间应包含在试验报告中。

若单位面积的平均失重小于 8 mg，则试验结果记为“<1.6 g/m²”。

若要获得更准确的试验结果，需要使用新的样品和另一个试验溶液和/或另一个试验时间进行个试验。

若试验时间大于 24 h，每过 24 h，移除热的试验溶液，并在室温下立刻加入新鲜试验溶液进行更换。

11.5 试验报告

试验报告应包含下列内容：

- a) 样品的必要信息；
- b) 试验依据：GB/T 9989.3 中第 11 章；
- c) 试验溶液的描述；
- d) 试验温度；
- e) 试验时间；
- f) 试验结果：单位面积失重（见第 9 章），包括单个计算值和算术平均值；
- g) 试验的偏离（必要时）；
- h) 试验中观察到的异常特征（必要时）；
- i) 试验日期。