



中华人民共和国国家标准

GB/T 7991.10—XXXX
代替GB/T 7991.10-2014

搪玻璃层试验方法 第10部分：生产和贮存 食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子 溶出量的测定和限值

Test method of vitreous and porcelain enamels—Part10: Determination of dissolution
of heavy metal ions from enamelled articles used for preparation and storage of food
and limits

(ISO 4531:2022, Vitreous and porcelain enamels-Release from enamelled articles in
contact with food-Methods of test and limits,MOD)

(工作组讨论稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 7991《搪玻璃层试验方法》的第10部分。GB/T 7991已经发布了以下部分：

- 第1部分：耐碱性溶液腐蚀性能的测定；
- 第3部分：耐温差急变性能的测定；
- 第4部分：耐机械冲击性能的测定；
- 第5部分：用电磁法测量厚度；
- 第6部分：高电压试验；
- 第7部分：平均线热膨胀系数的测定；
- 第9部分：抗拉强度的测定；
- 第10部分：生产和贮存食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子溶出量的测定和限值。

本文件代替GB/T 7991.10-2014《搪玻璃层试验方法 第10部分：铅、镉溶出量的测定》，与GB/T 7991.10-2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了“范围”，扩大了适用范围（见第1章，2014年版的第1章）；
- b) 更改了“试验原理”（见第4章，2014年版的第3章）；
- c) 更改了“试剂”（见第5章，2014年版的第4章）；
- d) 更改了“仪器、设备及用具”（见第6章，2014年版的第5章）；
- e) 删除了“标准溶液的配制”（见2014年版的第6章）；
- f) 更改了试样的制备、挑选、清洗要求（见第7章，2014年版的7.1、7.2、7.3）；
- g) 增加了“试验条件”（见第8章）；
- h) 更改了试验步骤（见第9章，2014年版的7.4~7.7）；
- i) 更改了“结果计算”（见第10章，2014年版的7.8、7.9）；
- j) 增加了搪玻璃设备元素溶出量限值的规定（见10.4）。

本文件使用重新起草法修改采用ISO 4531:2022《搪瓷和瓷釉—与食品接触的搪瓷制品元素释放—试验方法和限值》。

本文件增加了“术语和定义”一章。

本文件与ISO 4531:2022的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件中”，具体调整如下：

- 用非等效采用国际标准的GB/T 12804-2011代替了ISO 4788（见6.2）；
- 用非等效采用国际标准的GB/T 12806-2011代替了ISO 1042（见6.2）；
- 用修改采用国际标准的GB/T 6682-2008代替了ISO 3696（见5.1）；
- 用等同采用国际标准的HG/T 3115-1998代替了ISO 3585（见6.2）；
- 用GB/T 12808代替了ISO 648（见6.2）；
- 用HG/T 3105代替了ISO 28764（见7.1）；
- 增加引用了GB/T 12807、GB/T 6579、GB/T 676、GB/T 678（见6.2、6.6.1.1、5.2、5.5）。

——删除了国际标准中“用滤纸擦干试样表面”，采用无水乙醇作为净化剂，去除试样表面水渍；

——修改了试样规格，以适应我国标准；

- 增加了试样在试验前要通过10 kV高电压检测的要求；
- 删除了与我国搪玻璃设备使用条件不符合的试验条件。

本文件做了下列编辑性改动：

- 为与现有标准协调，将标准名称更改为《搪玻璃层试验方法 第10部分：生产和贮存食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子溶出量的测定和限值》；
- 更改了引言；
- 调整了章节顺序；
- 删除了资料性附录。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国搪玻璃设备标准化技术委员会（SAC/TC 72）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- 2014年首次发布为GB/T 7991.10-2014，本次为第一次修订。

引 言

GB/T 7991旨在准确测量搪玻璃层各项性能数据，拟由10个部分组成：

- 第1部分：耐碱性溶液腐蚀性能的测定。目的是为了检测搪玻璃层的耐碱性溶液腐蚀性能。
- 第2部分：耐沸腾酸及其蒸气腐蚀性能的测定。目的是为了检测搪玻璃层的耐沸腾酸及其蒸气腐蚀性能。
- 第3部分：耐温差急变性能的测定。目的是为了检测搪玻璃层的耐温差急变性能。
- 第4部分：耐机械冲击性能的测定。目的是为了检测搪玻璃层的耐机械冲击性能。
- 第5部分：用电磁法测量厚度。目的是为了检测搪玻璃层的厚度。
- 第6部分：高电压试验。目的是为了检测搪玻璃层的缺陷和薄弱点。
- 第7部分：平均线热膨胀系数的测定。目的是为了检测搪玻璃釉的平均线热膨胀系数。
- 第8部分：抗划伤性能的测定。目的是为了检测搪玻璃层的抗划伤性能。
- 第9部分：抗拉强度的测定。目的是为了检测搪玻璃层的抗拉强度。
- 第10部分：生产和贮存食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子溶出量的测定和限值。目的是为了检测搪玻璃层中重金属离子溶出量。

搪玻璃层试验方法 第10部分：生产和贮存食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子溶出量的测定和限值

1 范围

本文件规定了用于生产和贮存食品的搪玻璃设备搪玻璃层中重金属离子溶出量的测定方法试验原理及相应的限值，以及试剂、试验装置和仪器、试样、试验条件、试验步骤、结果计算和检验报告。

本文件适用于搪玻璃层中铝、银、砷、钡、镉、钴、铬、铜、锂、锰、钼、镍、铅、锡、钒和锌溶出量的测定。

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 12804 实验室玻璃仪器 量筒(GB/T 12804-2011, ISO 4788: 1980, NEQ)
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806-2011, ISO 1042: 1998, NEQ)
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 12808-2015 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 15724 实验室玻璃仪器 烧杯
- GB/T 6579 实验室玻璃仪器 热冲击和热冲击强度试验方法
- 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 676 化学试剂 乙酸（冰醋酸）
- GB/T 678 化学试剂 乙醇（无水乙醇）
- HG/T 3105 钢板搪玻璃试件的制备
- HG/T 3115 硼硅酸盐玻璃3.3性能（HG/T 3115 -1998, ISO 3585: 1995, IDT）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验原理

用质量分数为3%的乙酸溶液溶出搪玻璃试样搪玻璃层中的金属离子，使用新鲜试液，在同一天内，对试样和空白试样连续进行三次溶出试验，将前两次溶出试验的试液作废，对第三次溶出试液进行待测元素分析测试。

5 试剂

5.1 蒸馏水

试验过程应使用蒸馏水或去离子水，符合GB/T 6682三级水以上要求。

5.2 乙酸

分析纯（密度 1.05 g/cm^3 ），符合GB/T 676的要求，避光条件下保存。

5.3 3%乙酸（质量分数）

用500ml量筒量取286 mL(约30g)密度为 1.05 g/cm^3 的乙酸，用蒸馏水稀释至1000mL。该溶液应在使用时配制。

5.4 标准溶液

用于电感耦合等离子体（ICP）光谱仪的分析测试的单元素标准溶液或多元素标准溶液，应带有标准物质证书。

5.5 净化剂

净化剂为无水乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ），应符合GB/T 678的要求。

5.6 中性洗涤剂

中性洗涤剂用于清洗试样表面的油渍及污物。

6 试验装置和仪器

6.1 电感耦合等离子体（ICP）光谱仪

检出限比表1中规定的被测元素溶出量限值应至少低6倍。也可采用具有同等精度的其它分析设备。

6.2 玻璃器皿

量筒（符合GB/T 12804的规定）、吸量管（符合GB/T 12807或GB/T 12808的规定）、容量瓶（符合GB/T 12806的规定）、烧杯（符合GB/T 15724的规定），应根据试验的具体情况选用合适的规格，并且是由具有耐化学腐蚀且不含被测元素的B级或更高等级的硼硅酸盐质玻璃（符合HG/T 3115）制成。

6.3 烘箱

$0^\circ\text{C}\sim 150^\circ\text{C}$ ，准确度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.4 干燥器

内径大于 200 mm。

6.5 海绵

应是柔软的。

6.6 温度计

温度计应使用校准过的，分度值为 0.1°C 。

6.7 试验装置

6.7.1 玻璃筒

6.7.1.1 试验装置由三个相邻的、垂直组装的玻璃筒（见图 1）组装而成，玻璃筒由具有耐化学腐蚀性且不含被测元素的 B 级或更高等级的硼硅酸盐玻璃制成，每个玻璃筒的两个端面要平整，并在筒身中间位置开有注液孔。按 GB/T 6579 的要求进行温差急变试验时，玻璃筒应至少通过 120 °C 的温差急变试验。

6.7.1.2 试样接触试液面积 S 与玻璃筒的体积 V 的比值为 0.05mm^{-1} 。 S/V 按以下步骤计算：

玻璃筒的内径为 80mm，一个试样与试液接触的面积为： $S=3.14 \times (80/2)^2 = 5025\text{mm}^2$

玻璃筒的高度为 36mm，硅胶垫片的厚度为 2mm，玻璃筒的体积 $V=(36+2 \times 2) \times 5025=201000\text{mm}^3$ 。

$S/V=5025 \text{ mm}^2/201000 \text{ mm}^3=0.025 \text{ mm}^{-1}$

两个试样与试液接触的面积与一个玻璃筒的体积比为 0.05 mm^{-1} 。

6.7.2 硅胶垫片

内径 80mm，外径 90mm，厚度 2mm。

6.7.3 硅胶塞

直径 10mm，长度 20mm。

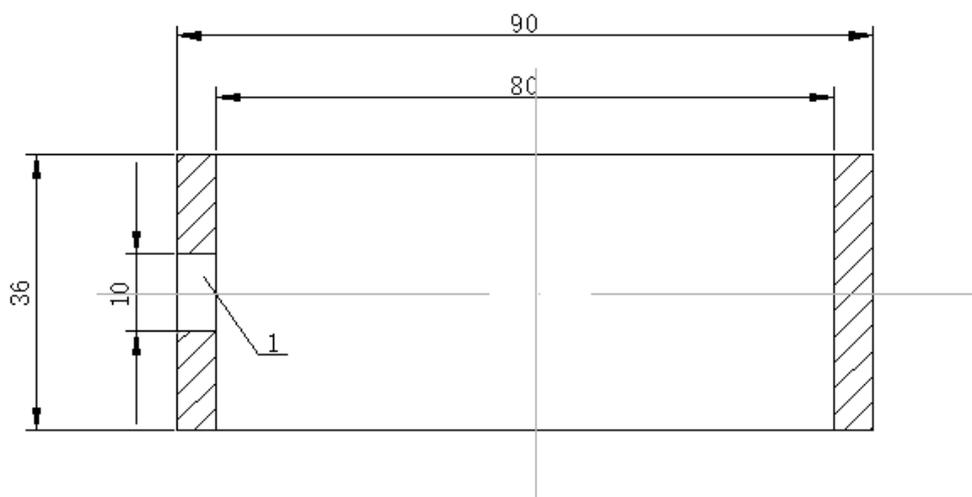
6.7.4 PTFE 绝热板

边长最小为 105mm，厚度为 2mm。

6.7.5 盲板（空白试样板）

由硼硅酸盐玻璃制成，尺寸为 $\Phi 105\text{mm} \times 2\text{mm}$ 。

单位为毫米



标引说明：

1——注液口。

图1 玻璃筒结构型式图

6.7.6 法兰板

法兰板（见图2）两块，由表面钝化处理的不锈钢板制成，

6.7.7 六角螺母

六角螺母三个，具有与螺柱相配合的螺纹，由不锈钢制成。

6.7.8 翼型螺母

翼型螺母三个，具有与螺柱相配合的螺纹，由不锈钢制成。

6.7.9 螺柱（见图3）

螺柱三个，由不锈钢制成。

单位为毫米

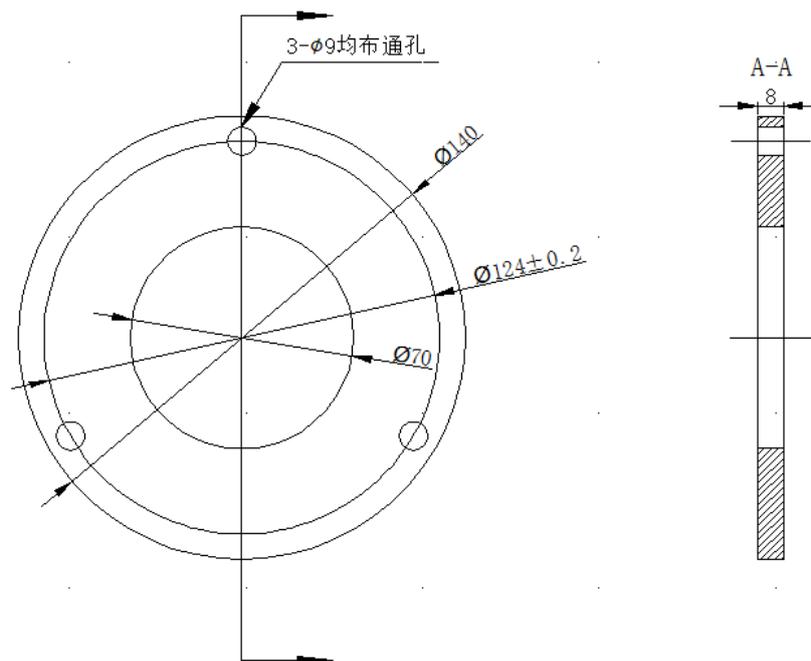


图2 法兰板结构型式图

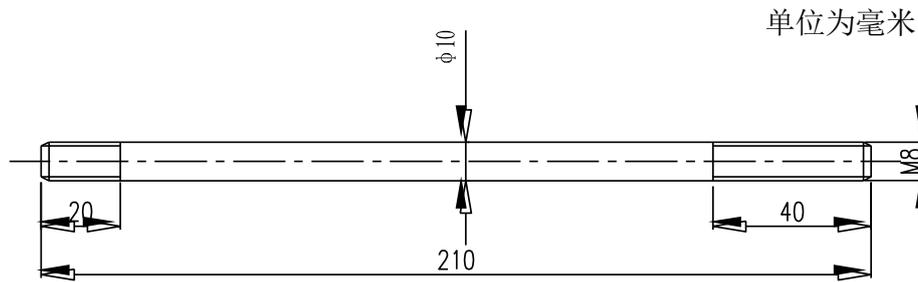


图3 螺柱结构型式图

7 试样

7.1 试样制备

试样为圆形试件，按HG/T 3105要求制备。若搪玻璃设备中各部位使用的搪玻璃釉不同，则应按HG/T 3105要求另外制备试样进行测试。

7.2 试样的挑选

将表面不平整、爆瓷及有裂纹、粉瘤等缺陷的试样剔除，并用 10 kV 高电压检测通过。

7.3 试样数量

每组试验应有 4 个试样。

7.4 试样清洗

经挑选的试样先用蘸有 $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ 、1ml/L 中性洗涤剂的海绵快速擦洗，然后用自来水冲洗干净，再用蒸馏水冲洗，再用无水乙醇冲洗 2~3 遍，用吹风机吹干，并在 $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干 2 h，再移入干燥器内放置至少 2h，试样表面不应有任何残留污渍痕迹。试样清洗后，不应用手触摸搪玻璃层表面，保证试样表面没有任何残留污渍或痕迹。

8 试验条件

8.1 对于在常温下使用的搪玻璃设备，试验温度为 $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，试验时间 24h。

8.2 对于在 100°C 以下使用的搪玻璃设备，试验温度为 $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，试验时间 2h。

8.3 对于在高温环境下使用的搪玻璃设备，试验温度为 $(95 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，试验时间 30min。

8.4 如果搪玻璃试件在 95°C 条件下经过 2 小时测试的，则不需要在其他试验温度下进行测试，因为， 95°C 、2 小时试验条件下，重金属离子溶出量是最大的。用 95°C 试验温度代替沸腾条件下的试验是为了消除由于大气压对沸腾温度影响而引起的测试结果的变化。

8.5 在溶出试验时，应确保试样的温度达到试验温度。

9 试验步骤

9.1 安装试样

9.1.1 将三个玻璃筒垂直组装，其中两个空白试样安装在中间的玻璃筒上，用于空白试样测试，两侧的玻璃筒用于安装测试试样。

9.1.2 试验装置的安装示意图见图 4。安装时应将硅胶垫片安装在玻璃筒和试样之间，注意硅胶垫片不应伸出玻璃筒边缘。

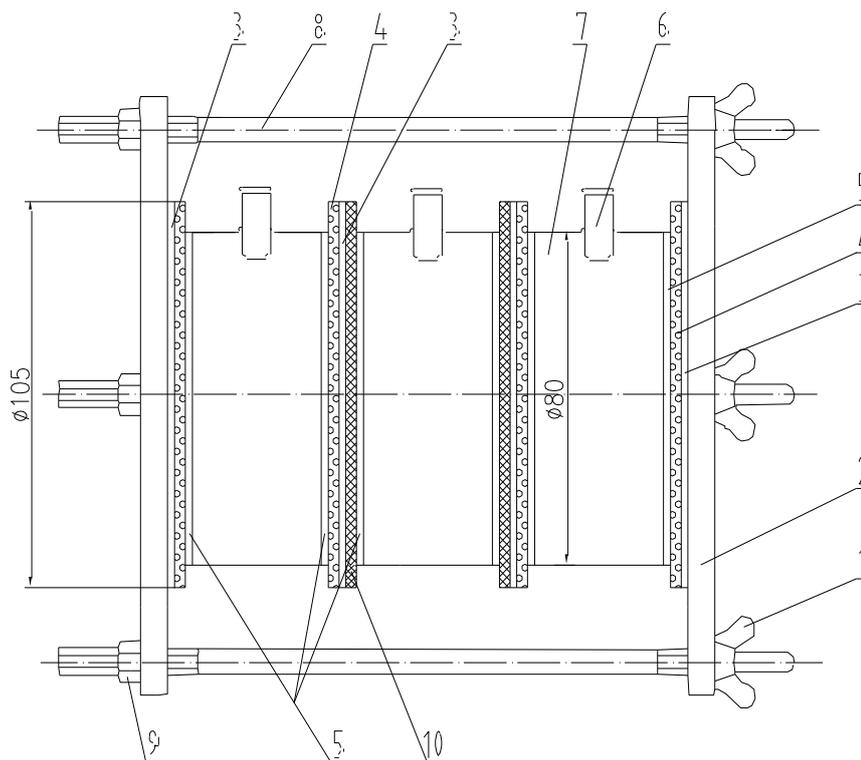
9.1.3 均匀地拧紧翼形螺母，确保试验装置密封，然后将注液口朝上水平放置。

9.1.4 预热试验液，用温度计测量试验液温度，当确定预热至试验温度后，将试验液从烧杯中缓缓注入到玻璃筒中，注入试验液时，应注意消除试验装置器壁内表面形成的气泡，试验液应充满玻璃筒。

9.1.5 用硅胶塞塞紧注液孔，将充满试验液的装置放入已升至试验温度的烘箱中，按照预先设定的试验条件进行元素溶出试验。在试验过程中，用温度计测量装置中试验液温度，保证其恒定在试验温度。

9.1.6 每组试样的元素溶出试验应连续进行 3 次，每次试验时应重新注入试验液。在每次溶出试验后，不需清洗试样，但应将试验液全部倾倒干净。将前两次的溶出试验液废弃，使用第 3 次溶出试验液和空白试样试验液进行重金属元素浓度的分析测试。

单位为毫米



标引说明：

1——翼形螺母； 2——法兰板； 3——PTFE绝热板； 4——试样； 5——硅胶垫片； 6——注液口；
7——玻璃筒； 8——螺柱； 9——六角螺母； 10——盲板。

注：中间玻璃筒左右两侧安装的PTFE绝热板在试样和盲板之间。

图4 试验装置图

9.2 元素溶出浓度的测定

9.2.1 溶出试验结束后，使用移液管，吸取一定量的测试溶液，冲洗移液管多次，然后使用移液管将所有溶出试验液或其一部分移出试验装置至预先洗干净的、干燥的烧杯中（应用试验液先将烧杯冲洗2~3次），加盖冷却后立即用移液管取一定量的试验液进行元素浓度分析测试。

9.2.2 使用电感耦合等离子体(ICP)光谱仪对空白试样和试验试样溶出液的元素浓度进行测定。

10 结果计算

10.1 试样待测元素的浓度值 C 用公式 (1) 表示：

$$C = C_i - C_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中： C ——待测元素的浓度值，单位为微克每升， $\mu\text{g/L}$ ；
 C_i ——试样液中待测元素的浓度值，单位为微克每升， $\mu\text{g/L}$ ；
 C_0 ——空白液中待测元素的浓度值，单位为微克每升， $\mu\text{g/L}$ 。

10.2 试样待测元素的溶出量浓度值 C 与待测元素溶出量限值 A 相比较，应是 $C < A$ 。

10.3 以四个试样分析测试值的平均值为最终测试结果，最终结果精确到 $1 \mu\text{g/L}$ 。

10.4 搪玻璃设备元素溶出量限值见表1。

表1 元素溶出量限值表

单位： $\mu\text{g/L}$

元素	溶出限值	元素	溶出限值	元素	溶出限值
Al	1 000	Cr	250	Pb	10
Ag	80	Cu	4 000	Sb	40
As	2	Li	480	V	10
Ba	1 200	Mn	1 800	Zn	5 000
Cd	5	Mo	120	---	---
Co	100	Ni	140	---	---

10.5 当待测元素溶出量小于其限值时，表明搪玻璃设备的元素溶出量符合要求。

10.6 当待测元素溶出量超过其限值的 20%时，应重新进行试验；若进行两次测试后，试验液中待测元素溶出量的平均值不超过限值，则该搪玻璃设备的元素溶出量仍被视为符合要求。

11 检验报告

检验报告应包括下列内容：

- a) 委托单位、送检日期、检验性质；
- b) 试样名称、批号、检验项目；

- c) 检测标准名称、编号；
 - d) 检测结果；
 - e) 检测员、审核人、批准人以及检测单位盖章；
 - f) 检测结果报告日期；
 - g) 其它对检测结果有关的说明。
-