



中华人民共和国国家标准

GB/T 2679.12—2013
代替 GB/T 2679.12—1993

纸和纸板 无机填料和无机涂料的定性 分析 化学法

Paper and board—Qualitative analysis of mineral filler and mineral coating
—Chemical method

2013-12-17 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国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。

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这些专利的责任。

本标准代替 GB/T 2679.12—1993《纸和纸板中无机填料和无机涂料的定性分析 化学法》,本标准与 GB/T 2679.12—1993 相比,主要技术差异如下:

- 修改了规范性引用文件;
- 修改了试样采取的规定;
- 修改了化学法定性分析部分,修改后的化学分析部分分成了亚硫酸盐、硫化物和碳酸盐的鉴别,氢氧化铝、硅铝酸钠、铝、钙或镁的硅酸盐、硅藻土、钙或钡的硫酸盐、二氧化钛的鉴别,硫酸盐、锌、镁、铝、钡和钙的鉴定,镁、铝的硅酸盐(滑石粉、高岭土)、氢氧化铝、硫酸盐的鉴别,二氧化硅、硫酸钡和二氧化钛五个部分,并且将五部分的文字描述和图解结合到了一起;
- 删除了原标准中的原子吸收分光光度法。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位:中国制浆造纸研究院,国家纸张质量监督检验中心、中国造纸协会标准化专业委员会。

本标准主要起草人:高君、李萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB/T 2679.12—1993

纸和纸板 无机填料和无机涂料的定性 分析 化学法

1 范围

本标准规定了纸和纸板中无机填料及无机涂料的化学定性分析方法。

本标准适用于纸和纸板中无机填料及涂布加工纸中无机涂料的定性分析。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 742 造纸原料、纸浆、纸和纸板 灰分的测定

3 原理

试样经灼烧($575\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$)后,根据残余物(灰分)的含量和形态初步鉴别是否含无机物填料和无机物涂料。如果含有无机填料,再用试样、试样上分离的涂层或灼烧后的残余物进行化学分析,根据化学反应的现象或红外光谱定性分析填料或涂料成分。

4 试剂

除非另有说明,在试验过程中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 浓盐酸: HCl ($\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.2 盐酸:1:1(体积分数)。
- 4.3 盐酸: $c(\text{HCl})\approx 2\text{ mol/L}$,将15 mL浓盐酸溶于75 mL的水中,并用水稀释至100 mL。
- 4.4 乙酸铅试纸,将滤纸浸渍于饱和的乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶液中,取出风干后备用。
- 4.5 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)溶液:4%(质量分数)。
- 4.6 氢氧化钙溶液:溶解约0.2 g氢氧化钙 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ 于100 mL的水中并过滤。
- 4.7 碘溶液: $c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。
- 4.8 硫酸铵: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 。
- 4.9 浓硫酸: H_2SO_4 ($\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}\approx 1.84\text{ g/mL}$)。
- 4.10 稀硫酸:5%(质量分数),3 mL浓硫酸加到约75 mL的水中,然后稀释至100 mL。
- 4.11 过氧化氢溶液(H_2O_2):30%(质量分数)。
- 4.12 氯化钡溶液:10%(质量分数)。
- 4.13 亚铁氰化钾溶液:取15 g亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于1 000 mL的水中。
- 4.14 二苯基硫卡巴腓(又称双硫腓 dithizone)溶液,溶解10 g二苯基硫卡巴腓于100 mL的四氯化碳(CCl_4)中。
- 4.15 试镁灵:溶解0.5 g对硝基苯偶氮间苯二酚 $[4\text{-(nitrophenylazo)resorcinol}]$ 于100 mL 1%的氢氧

化钠溶液中。

4.16 氢氧化钾溶液: $c(\text{KOH}) \approx 2 \text{ mol/L}$, 溶解 11.2 g 的氢氧化钾于 75 mL 的水中, 冷却并稀释至 100 mL。

4.17 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 2 \text{ mol/L}$, 溶解 8 g 氢氧化钠于 75 mL 水中, 冷却并稀释至 100 mL。

4.18 乙酸: $c(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 2 \text{ mol/L}$ 。

4.19 桑色素(3,5,7,2',4'-五羟基黄烷酮(morin)): 桑色素溶于甲醇的饱和溶液。

4.20 无水碳酸钠。

4.21 氢氧化铵($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液: 15%(质量分数)。

4.22 碳酸铵溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3] \approx 2 \text{ mol/L}$ 。

4.23 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4]$ 溶液: 5%(质量分数)。

4.24 磷酸氢二钠 $[\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶液: 20%(质量分数)。

4.25 甲基红指示液: 1 g/L, 称取 0.1 g 甲基红, 溶解于 95% 的乙醇中, 并用乙醇稀释至 100 mL。

4.26 甲基橙指示液: 1 g/L, 称取 0.1 g 甲基橙, 溶于 100 mL 的蒸馏水中。

5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 高温炉: 控温范围为室温至 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 烘箱: 能控温调节 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 铂坩埚: 30 mL~50 mL。

5.5 瓷坩埚: 30 mL~50 mL。

5.6 白色的点滴盘一块。

5.7 黑色的点滴盘一块。

5.8 带环的铂丝一根。

5.9 红外分光光度计及其必要的附件。

6 试样的采取

试样的采取应按照 GB/T 450 的规定进行。每项分析需取足量的试样, 以保证灼烧后所得残余物不少于 0.2 g。同时, 灰化后的分析结果如需要与未经灰化的原纸样进行核对, 则需要增加取样量。

注: 对于涂料中的无机物分析, 可以用手工的方法将涂层剥离或用刀片从纸样表面刮取足量的涂料。

7 化学法定性分析

7.1 残余物(灰分)的制备和鉴别

7.1.1 称取足够量的试样, 按 GB/T 742 测定试样的残余物(灰分), 灼烧温度使用 575 $^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.2 观察残余物外观: 如果残余物含量小于 1%, 且形态蓬松, 则试样中可能不含无机填料或无机颜料; 如果残余物含量大于 1%, 且形态紧密, 则试样中可能含无机填料或无机颜料。

7.2 第一部分: 亚硫酸盐、硫化物和碳酸盐的鉴别

7.2.1 将部分试样或试样上分离的涂层放入试管中, 滴加 2 mol/L 的盐酸(4.3)。若无气体产生, 则表明试样不含亚硫酸盐、硫化物和碳酸盐。若有气体产生, 则继续将试管加热, 用湿的乙酸铅试纸(4.4)测试产生的气体, 试纸变黑色表明有硫化物存在。若没有硫化物, 则继续向烧杯中滴加 4% 的重铬酸钾溶

液(4.5),若产生绿色则表明有亚硫酸盐存在。

7.2.2 如果试样中亚硫酸盐和硫化物都不存在,则拿一支蘸有一滴氢氧化钙溶液(4.6)的玻璃棒于试管口。若液滴出现混浊,则表明含有碳酸盐。若试样中有亚硫酸盐或者硫化物存在,则向试管中缓慢滴加碘溶液(4.7)直到试液全部变成黄色,然后拿一支蘸有一滴氢氧化钙溶液(4.6)的玻璃棒于试管口,若液滴出现混浊,则表明含有碳酸盐。

7.2.3 准确称取试样残余物(7.1.1)0.1 g,代替试样或试样上分离的涂层按 7.2.1 和 7.2.2 进行,结果与 7.2.1 和 7.2.2 结果进行对比。

7.2.4 鉴别流程见图 1。

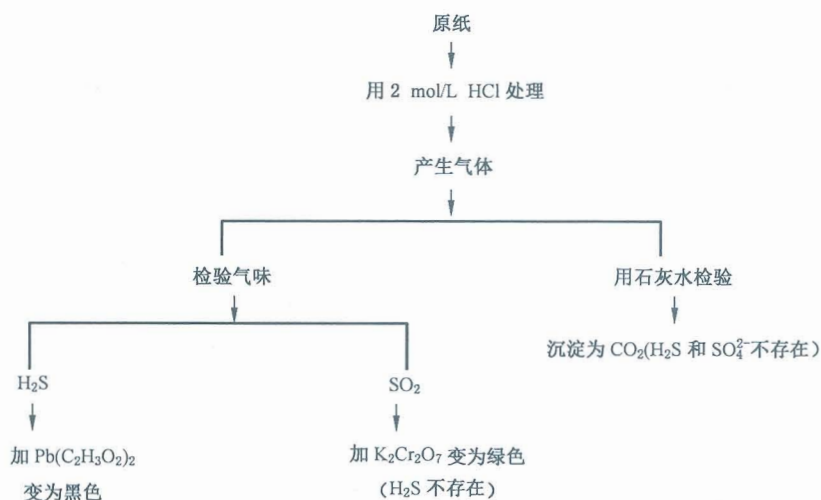


图 1 亚硫酸盐、硫化物和碳酸盐的鉴别流程

7.3 第二部分:氢氧化铝、硅铝酸钠、铝、钙或镁的硅酸盐、硅藻土、钙或钡的硫酸盐、二氧化钛的鉴别

7.3.1 准确称取 0.05 g 残余物(7.1.1)于 100 mL 试管中,分别加入 10 g 硫酸铵(4.8)和 20 mL 的浓硫酸(4.9),煮沸至少 3 min。观察试管中溶液,若溶液中存在不溶物,则样品中含有氢氧化铝、钙、铝或镁的硅酸盐或者硅藻土中的一种或者几种;如果溶液澄清,表明试样中上述无机物不存在。

7.3.2 倾出上层清液于小烧杯中,冷却后小心用蒸馏水稀释到 100 mL。若生成白色沉淀,表明试样中含有硫酸钡;无沉淀产生表明试样中不含有硫酸钡。

7.3.3 用滤纸过滤溶液,保留不溶物用于 7.3.4 条的检验,向滤液中加入 1 mL 30% 的过氧化氢溶液(4.11)。溶液若出现黄色或橙色,表明含有二氧化钛。其颜色的深浅与钛离子含量成正比。

7.3.4 取一根铂丝环蘸取不溶物(7.3.3),在酒精喷灯的火焰上灼烧,观察火焰的颜色。绿色表明含有硫酸钡,红色表明含有钙的化合物,黄色表明含氢氧化铝、铝或镁的硅酸盐。

7.3.5 用铂金丝(5.8)蘸取滤液(7.3.3),在酒精喷灯的火焰上灼烧,观察火焰的颜色。红色表明含有钙的化合物,强黄色火焰表明含有钠的化合物。

7.3.6 鉴别流程见图 2。

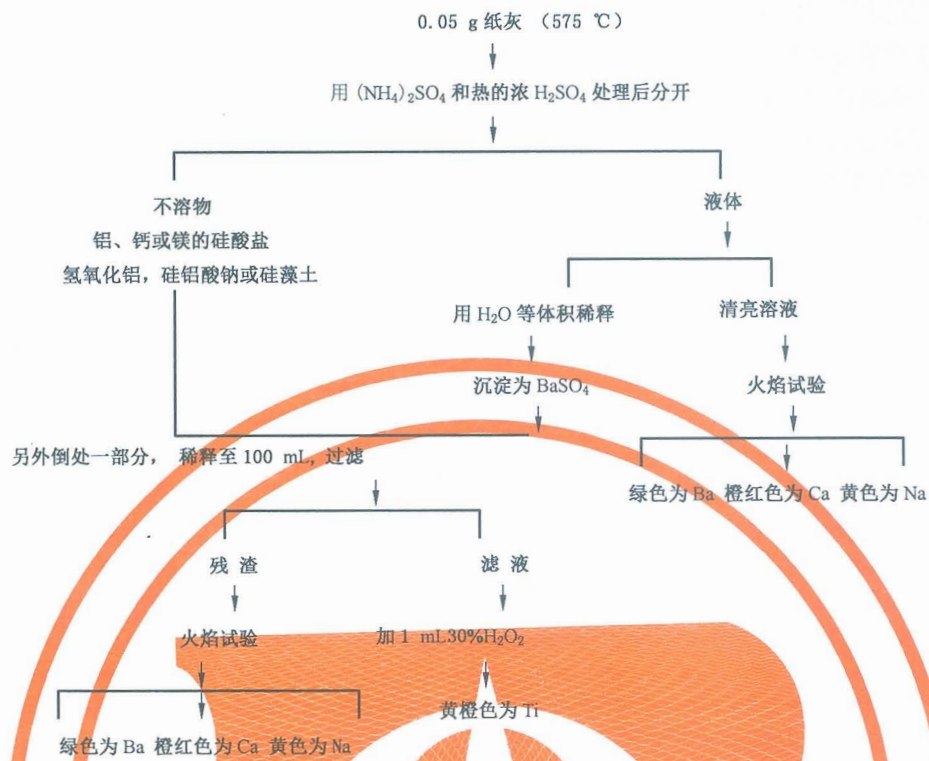


图 2 氢氧化铝、硅铝酸钠、铝、钙或镁的硅酸盐、硅藻土、钙或钡的硫酸盐、二氧化钛的鉴别流程

7.4 第三部分：硫酸盐、锌、镁、铝、钡和钙的鉴定

7.4.1 试验溶液和残渣的制备

称取约 0.1 g 残余物(7.1.1)于小烧杯中,用少量的水润湿,加入 1:1 的盐酸(4.2)10 mL。若不完全溶解,则将煮沸 5 min,然后加入 35 mL 的蒸馏水,再次加热至沸。若仍有不溶物,则用定量滤纸过滤,并用 80 mL 蒸馏水清洗,收集滤液供 7.4.2 鉴定使用,然后反复洗涤不溶残渣至用甲基橙指示液(4.26)检验无酸性反应,保留残渣供 7.5 鉴定使用。

7.4.2 硫酸盐、锌、镁、铝、钡和钙的鉴定

7.4.2.1 取 20 mL 滤液(7.4.1),加入 1 mL 氯化钡溶液(4.12),加热 10 min 后若出现沉淀,表明有硫酸盐存在。另取 20 mL 滤液(7.4.1),加入 5 mL 的亚铁氰化钾溶液(4.13),若出现白色沉淀,表明溶液中可能存在锌元素。同时,取一滴 20 mL 滤液(7.4.1)于一个玻璃表面皿上,加 1 滴 2 mol/L 的氢氧化钠溶液(4.17)和几滴双硫脲溶液(4.14),用玻璃棒搅拌,若出现紫红色,证明有锌元素。

7.4.2.2 取 50 mL 滤液(7.4.1),加入 1~2 滴试镁灵(4.15),并用氢氧化钠溶液(4.17)碱化,生成天蓝色的沉淀表明有镁的存在,小心不要加入过量的试剂。

7.4.2.3 取 1.0 mL 滤液(7.4.1),加入 2 mol/L 的氢氧化钾溶液(4.16)中和,并使之过量。然后取一滴溶液到黑色的点滴盘上,加入 2 mol/L 的乙酸(4.18)使液滴呈酸性,加 1 滴桑色素溶液(4.19)。将点滴盘放置在紫外灯下观察,若有绿色的荧光出现,表明有铝元素存在。

7.4.2.4 向剩余滤液(7.4.1)中滴加氢氧化铵溶液(4.21),中和至出现氨味。若产生白色絮状沉淀,表明滤液中有以酸溶形式的铝存在。过滤溶液,在滤液中加入碳酸铵溶液(4.22),若出现白色沉淀,表明有钙和钡存在。用乙酸(4.18)溶解沉淀后,加入重铬酸钾溶液(4.5),若产生黄色沉淀,表明含有酸溶解形式的钡。过滤溶液,在滤液中加过量的碳酸铵溶液(4.22),若出现白色沉淀,表明存在钙。

7.4.2.5 鉴别流程见图 3。

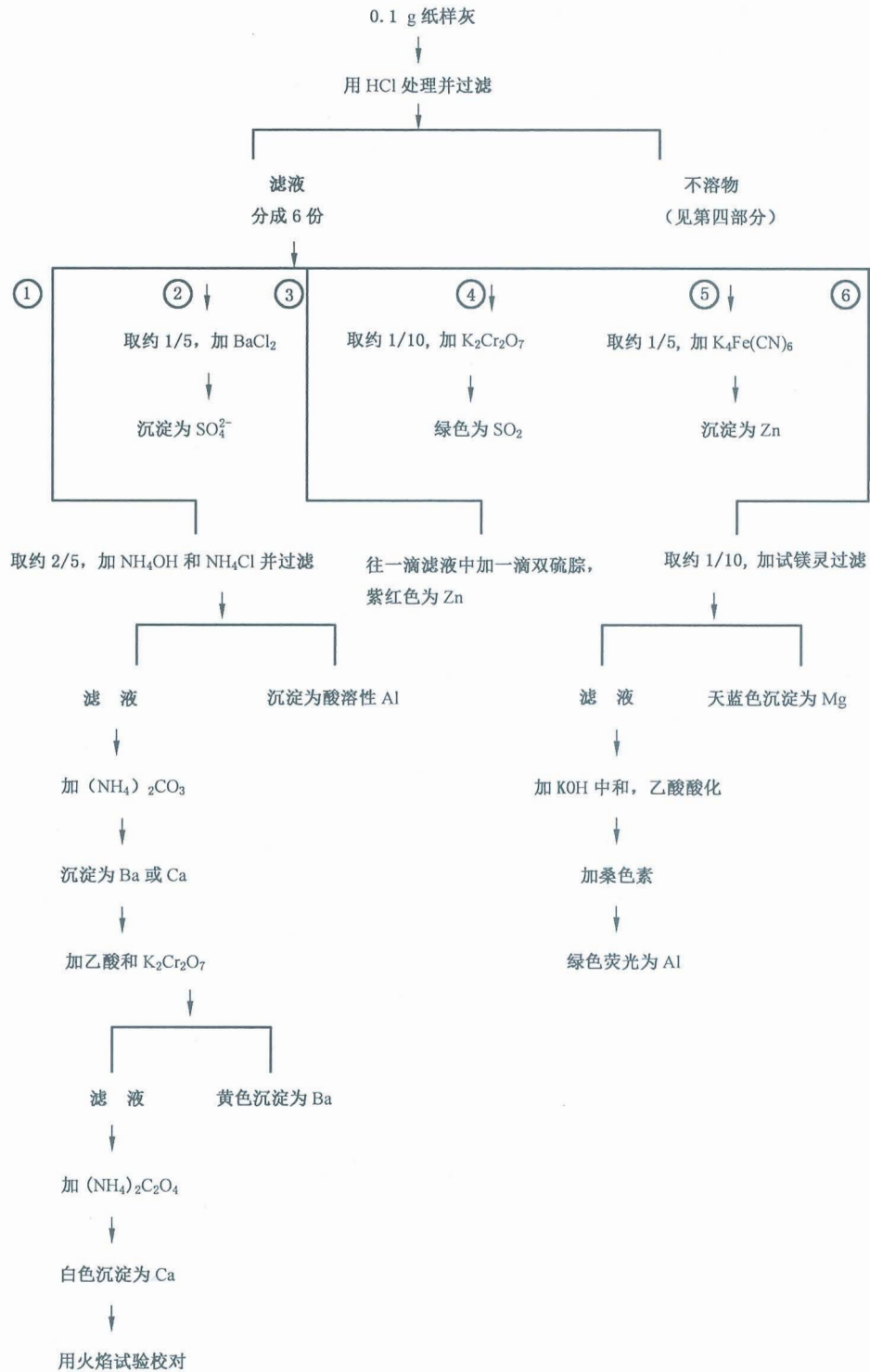


图 3 硫酸盐、锌、镁、铝、钡和钙的鉴别流程

7.5 第四部分：镁、铝的硅酸盐（滑石粉、高岭土）、氢氧化铝、硫酸盐的鉴别

7.5.1 将残渣(7.4.1)放到铂坩锅中,干燥、灼烧,冷却并加入 1 g~2 g 的无水碳酸钠(4.20)搅拌均匀,

放入高温炉在 925 ℃~1 000 ℃高温中熔融半小时,取出冷却后向坩埚中加少量蒸馏水,用玻璃棒搅拌使熔块与坩埚壁脱落,然后将坩埚及融块连盖一放入 250 mL 盛有 20 mL 水的烧杯中,盖上表面皿。缓慢加入 20 mL 1:1 的盐酸溶液(4.2)使熔块溶解。待反应停止后,将坩埚和盖洗净取出。将烧杯中溶液加热煮沸,然后过滤溶液,保存滤液和残渣。

7.5.2 将滤液(7.5.1)在水浴上蒸发至干,加入 5 mL 浓盐酸(4.1)及 40 mL 水,加热。稍置片刻后,在黑色背景下观察,溶液中若出现明亮的水溶解的絮状物,则表明含有硅酸盐。过滤溶液,保存滤液继续试验。

7.5.3 取滤液(7.5.2)10 mL,加入氯化钡溶液(4.12)5 mL。若出现沉淀,表明硫酸盐的存在。向剩余滤液(7.5.2)中缓慢地滴加氢氧化铵溶液(4.21),若出白色的凝胶状沉淀,表明铝的存在。加热并过滤溶液。将过滤的沉淀与 7.5.1 得到的沉淀合并,保存以备 7.6 使用。在滤液中加入 5 mL 5% 的硫酸(4.11),若有沉淀生成,表明存在钡元素。煮沸溶液后过滤,向滤液中加入氨水至出现氨味,加入足量的草酸铵溶液(4.23),若有沉淀生成,表明钙离子存在。过滤溶液,然后在滤液中加入 5 mL 氢氧化铵溶液(4.21)和约 5 mL 磷酸氢二钠溶液(4.24)溶液。搅拌均匀后放置 15 min,若出现沉淀表明有镁的化合物。

7.5.4 鉴别流程见图 4。

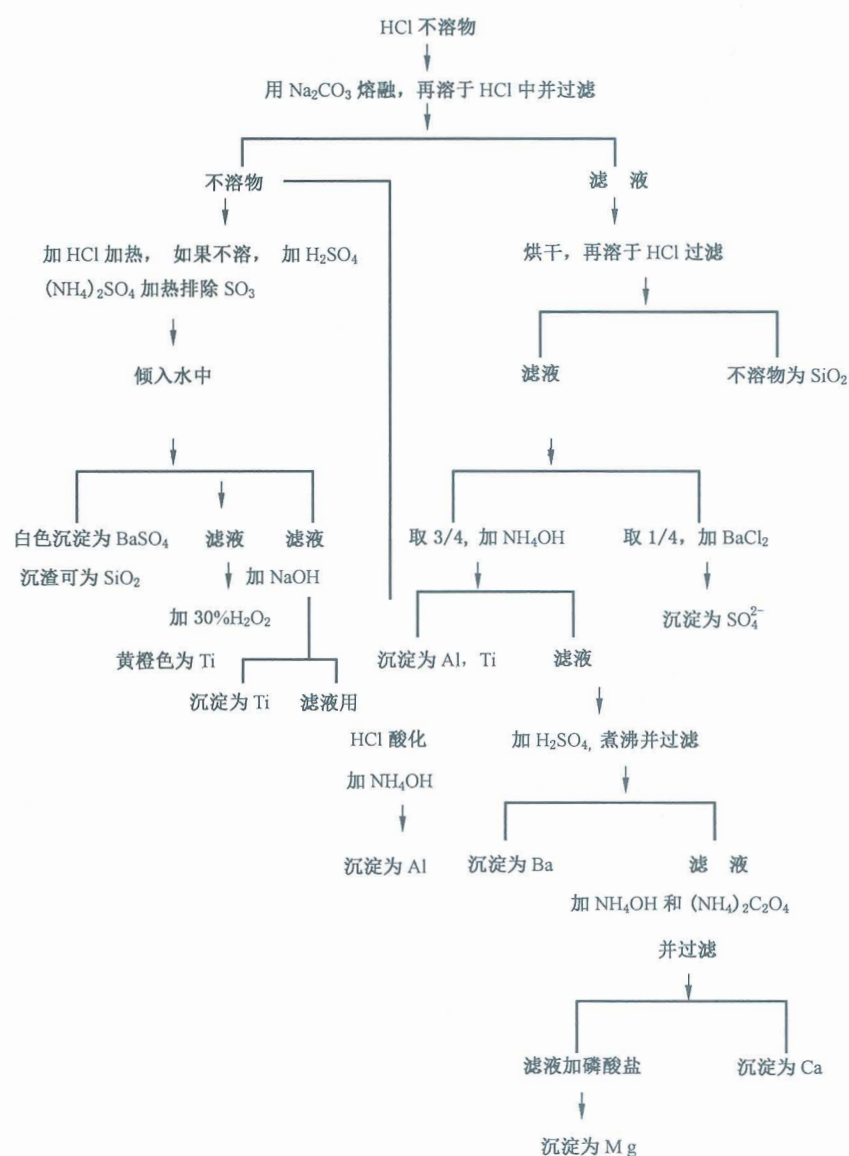


图4 镁、铝的硅酸盐(滑石粉、高岭土)、氢氧化铝、硫酸盐的鉴别流程

7.6 第五部分:二氧化硅、硫酸钡和二氧化钛

7.6.1 将沉淀(7.5.3)转移到烧杯中,加入 5 mL 的浓盐酸(4.1)。若溶解不完全,则加入 10 mL 的浓硫酸(4.9),在通风柜内加热至出现白烟。

7.6.2 待溶液冷却后,倾入盛有 35 mL 蒸馏水的烧杯中。若出现白色沉淀,表明含有硫酸钡。过滤溶液,在滤液中加入 2 滴甲基红指示剂(4.25),缓慢加入 2 mol/L 的氢氧化钠溶液(4.17)中和溶液至溶液呈黄色,继续加入与中和时消耗的相同体积的氢氧化钠溶液(4.17)。加热至沸并冷却,若出现沉淀表明存在二氧化钛。过滤溶液,用 1:1 的盐酸(4.2)中和滤液,加热至沸。再用氢氧化铵溶液(4.21)中和至出现氨味,若有沉淀生成表明含有铝元素。

7.7 化学定性试验的现象观察和判定

7.7.1 试样中无机填料或涂料的组成按以下对应章条判定:

碳酸钙:Ca(7.4.2.4),CO₂(7.2.2)

碳酸钙中带有氢氧化镁或其他碳酸盐:Ca(7.4.2.4),Mg(7.4.2.2),CO₂(7.2.2)

亚硫酸钙:Ca(7.4.2.4),SO₂(7.2.1)

硫酸钙:Ca(7.4.2.4),SO₄(7.4.2.1)

碳酸钡:Ba(7.4.2.4),CO₂(7.2.2)

硫酸钡:Ba(7.3.2,7.6),SO₄(7.4.2.1)

锌钡白(立德粉、硫化物):硫化物(7.2.1),Zn(7.4.2.1,7.4.2.2),Ba(7.3.2,7.6),SO₄(7.4.2.1)

氧化锌:Zn(7.4.2.1,7.4.2.2)

硫化锌:Zn(7.4.2.1,7.4.2.2),硫化物(7.2.1)

二氧化钛-硫酸钡:Ti(7.3.3,7.6),Ba(7.3.2,7.6),SO₄(7.4.2.1)

二氧化钛-硫酸钙:Ti(7.3.3,7.6),Ca(7.4.2.4),SO₄(7.4.2.1)

缟白(涂料):Al(7.4.2.3,7.4.2.4),Ca(7.4.2.4),SO₄(7.4.2.1)

硅铝酸钠:Na(7.4.6),Al(7.4.2.3,7.4.2.4,7.5.3),SiO₂(7.5.2)

铝的氢氧化物:Al(7.4.2.3,7.4.2.4,7.5.3)

高岭土:Al(7.5.3,7.6)

硅藻土:SiO₂(7.5.2)

滑石粉:Mg(7.4.2.2),SiO₂(7.5.2)

7.7.2 造纸行业硫化物作为填料或涂料时,一般只使用硫化锌或硫化锌与硫酸钡混合物。填料或涂料中不含有硫化物时,鉴别出锌元素时则一般为氧化锌;鉴别出亚硫酸盐时一般为亚硫酸钙。

7.7.3 大部分商业填料含有杂质,如缟白中可能含有碳酸钙;高岭土中(如:美国高岭土)可能含有少量的钛,还可能含有钙和镁;二氧化钛可能含有少量的铝和硫酸盐;钙填料可能含有镁;硫化物和亚硫酸盐填料通常含有硫酸盐,因此,在做出判断时要注意。

7.7.4 在普通的造纸过程中使用含铝元素的化学品,因此不含填料或涂料也可能导致大量铝的化合物存在。同时,生产过程中使用的水等可能带进少量的硫酸钙和硫酸镁等。

7.7.5 碳酸盐通常与很多酸可溶性钙盐并存,如与白垩或缟白。若用盐酸溶解,有可能含有镁,显示出碳酸钙和碳酸镁的混合物。也有可能含有钡,显示出碳酸钙和碳酸钡的混合物。

7.7.6 由试验证明,其无机物是一种酸溶性的硫酸盐,并检验出钙来,表明所用的是上等填料硫酸钙、石膏、缟白等。如果在涂料中有相当多的盐酸可溶的铝存在,那么所用的无机物可能是缟白或铝的氢氧化物。如果所用的是碳酸盐与硫化物相配合使用,没有硫酸盐,但在试验时有可能检出硫酸盐来。

7.7.7 检出有相当多的镁和硅酸盐存在,表明使用的是滑石粉、纤(维)滑石或微(滑)石棉。仅检出二氧化硅表明使用的是硅藻土,其硅藻土形状可以由显微镜检查辨认。

7.7.8 用浓硫酸处理残余物得到的部分残渣可能是高岭土、滑石粉、硅铝酸钠、硅酸钙、硅藻土、铝的氢氧化物或是这些物质的一种混合物,若确认试验有铝存在,表明所用的是高岭土,硅铝酸钠或铝的氢氧化物。

7.7.9 硫酸钡(重晶石或硫酸钡粉),检定时显示出能溶于热的浓硫酸中,而在稀硫酸中却生成沉淀。可以用残渣的焰色试验来证实。

7.7.10 钛一般以二氧化钛的形式存在,通常造纸中用的为钛钡颜料(BaSO₄-TiO₂)和钛钙颜料(CaSO₄-TiO₂)。

8 红外光谱分析

8.1 原理

通过原试样的残余物进行红外扫描,然后由谱图的峰形,初步判断最可能含有的无机物组分,然后用化学的方法进行有针对性的分离,将其中的一个组分溶解,用定性法鉴定,而另一个组分仍然是固体

沉淀,经干燥后再次扫描鉴定。

8.2 试验步骤

取少量残余物(7.2.1))用溴化钾压片,然后用红外分光光度计扫描。根据扫描所得红外谱图与标准谱比较。如果样品中的无机填料和涂料是单组分的,扫描得到的谱图与该组分的无机物标准图谱相同,从而得出无机物的名称(各种单组分的无机物红外谱图见图5~图20)。如果无机填料和涂料是由二至三种无机物组成的混合物,那么各种成分的无机物均会在红外谱图上出峰,这样可以由红外谱图的峰形和出峰位置,进行有目标的推断其无机物名称(例如图20是一个碳酸钙与高岭土的重叠红外光谱图,图16是一个硫酸钡与二氧化钛重叠的红外光谱图)。

8.3 红外光谱分析鉴别

8.3.1 碳酸盐与二氧化钛的鉴别

红外扫描图若是碳酸钙与二氧化钛,取残余物(7.1.1)约0.1 g,加2 mol/L的盐酸溶液(4.3)10 mL溶解,若出现大量气泡,证明是碳酸盐,加热使碳酸盐溶解,过滤,用热水洗至不呈酸性[用甲基橙指示液(4.26)检查]。滤液按7.4.2.4条的方法用化学法做钙的证实试验。而滤纸上的酸不溶物放在坩埚中干燥、炭化,925℃灼烧成灰。将残余物再用溴化钾压片进行红外光谱扫描,所得的谱图应该是碳酸盐的峰消失,谱图应与二氧化钛谱图相同而得到证实。

8.3.2 硅酸盐(高岭土或滑石粉)与二氧化钛的鉴别

8.3.2.1 取残余物(7.1.1)约0.1 g,加入10g硫酸铵和20 mL浓硫酸,盖上表面皿煮沸至少3 min,使二氧化钛溶解,冷却后小心地倾入200 mL的蒸馏水中,冷却过滤,滤液加30%的过氧化氢(4.11)5 mL,若出现黄色,则表示有二氧化钛存在,滤纸上的残渣经彻底洗净,再次烘干,灼烧成灰,将残余物做红外扫描,这时二氧化钛的峰应消失,只保留硅酸盐的峰,与标准图比较,鉴别出是高岭土或是滑石粉。

8.3.2.2 取残余物(7.1.1)约0.1 g按7.5.1条的方法用碳酸钠进行熔融,用1:1盐酸(4.2)溶解,其溶液分别按7.5.2和7.5.3条做镁或铝离子的证实试验,其沉淀一定是二氧化硅和二氧化钛的混合物。

8.3.3 钛钙颜料($\text{CaSO}_4\text{-TiO}_2$)的鉴别

从样品残余物的红外谱图上若观察到钛钙颜料时,可以再取7.2.1条处理的纸残余物0.1 g,加1:1的盐酸溶液(4.2)20 mL,加热煮沸,再加20 mL水稀释,并过滤。先用稀盐酸(4.3)洗,再用热水洗至无酸性反应(用甲基橙指示液(4.26)做检查试验),滤液按7.4.2.1、7.4.2.4条的方法分别做钙的硫酸根的证实试验,残渣烘干、灼烧,按上述方法做二氧化钛红外光谱的证实试验。

8.3.4 钛钡颜料($\text{BaSO}_4\text{-TiO}_2$)的鉴别

从样品残余物的谱图上若观察出是钛钡颜料时,可用下列方法来进行证实:取7.2.1条中的残余物0.1 g,按7.3.1条的方法将残余物用硫酸铵-浓硫酸加热溶解,冷却后,倾入到200 mL的水中,若出现白色沉淀,则为硫酸钡,上层清液加5 mL 30%的过氧化氢应出现黄色,其深浅与二氧化钛的含量成正比。若将沉淀的硫酸钡过滤、洗涤、烘干、灼烧,其残余物再次进行红外扫描,将出现硫酸钡的光谱图15。

8.3.5 锌钡白(ZnS-BaSO_4)的鉴别

样品的残余物经扫描,若出现锌钡白的谱图时,可以另取7.2.1条的残余物0.1 g,加1:1的盐酸(4.2)溶解、过滤,滤液按7.4.2.1条的方法做锌的证实试验,而硫化物按7.2.1条的方法做证实试验,残渣再次灼烧后做残余物红外光谱图并与硫酸钡谱图相比较。

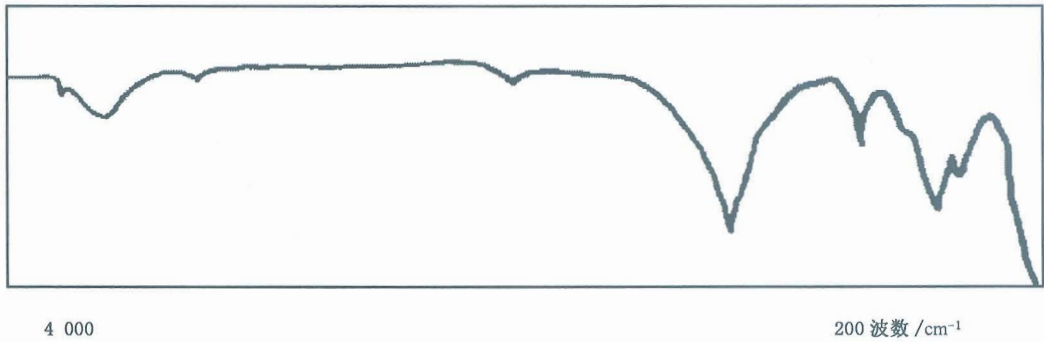


图 5 滑石粉(未灼烧)红外光谱图

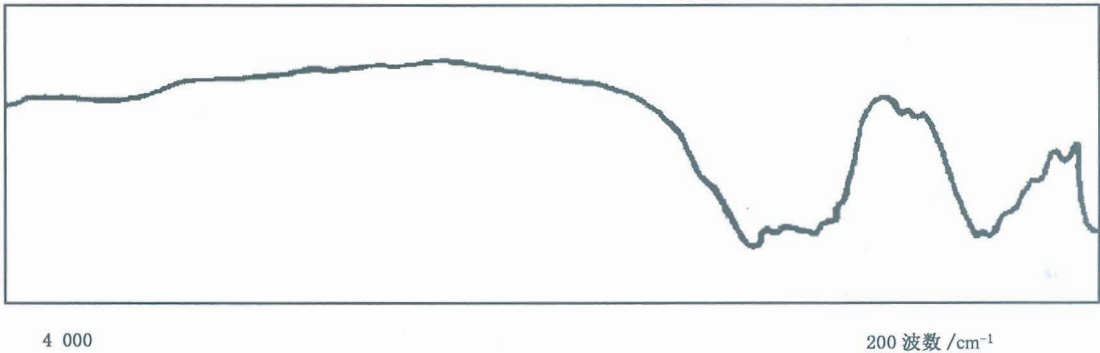


图 6 滑石粉(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

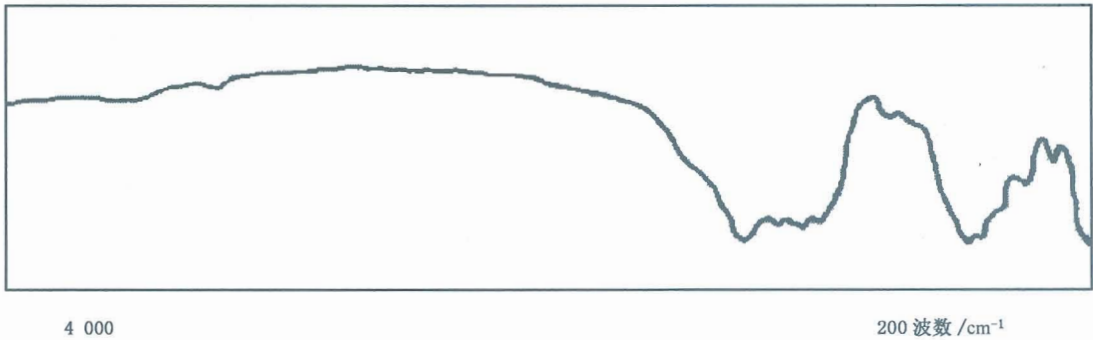


图 7 双面胶版印刷纸中的滑石粉(900 °C 灼烧)红外光谱图

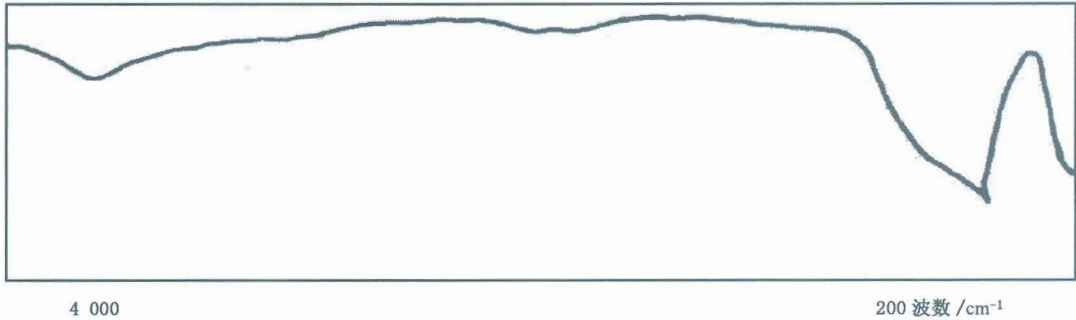


图 8 氧化镁红外光谱图

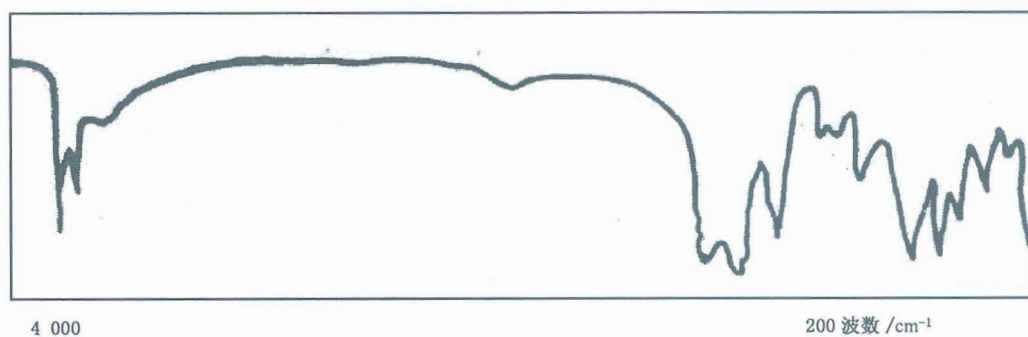


图 9 高岭土红外光谱图



图 10 纸中高岭土(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

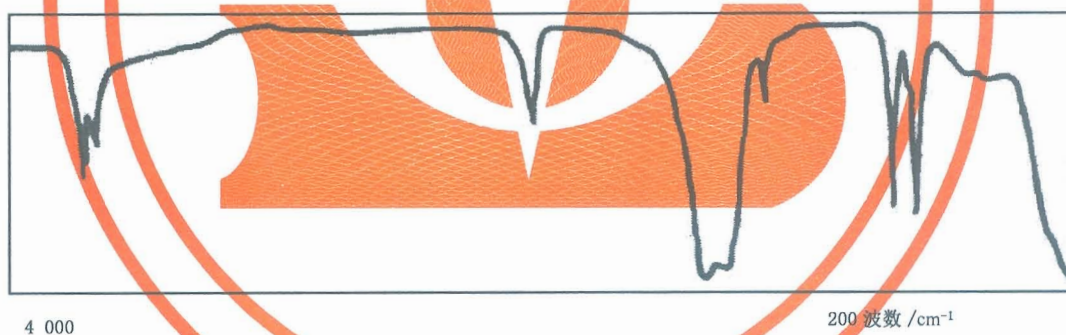


图 11 两个结晶水的硫酸钙红外光谱图

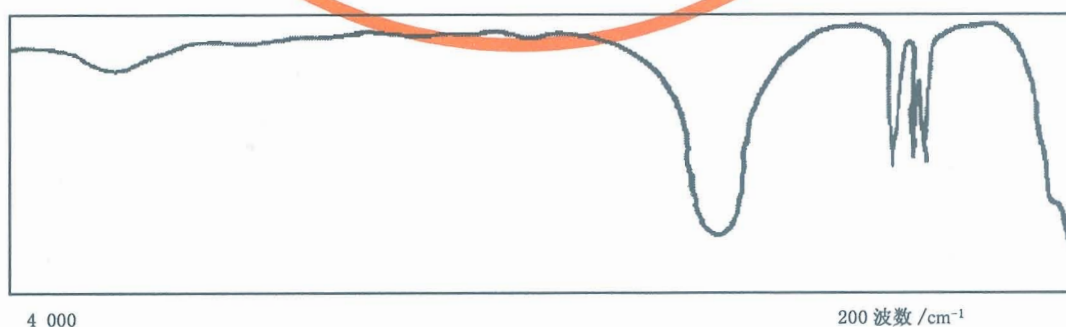


图 12 纸中硫酸钙(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

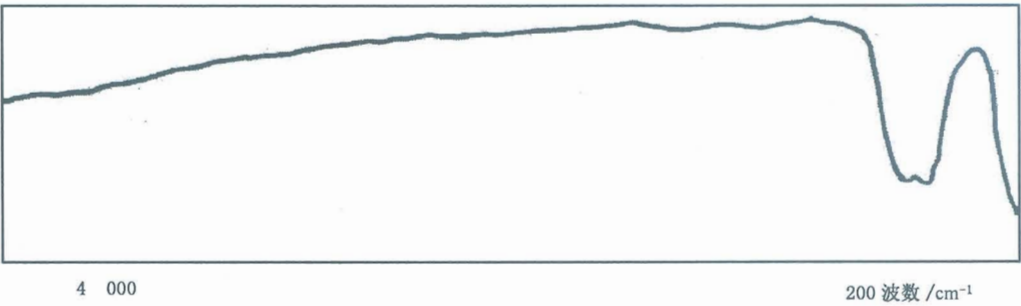


图 13 氧化锌红外光谱图

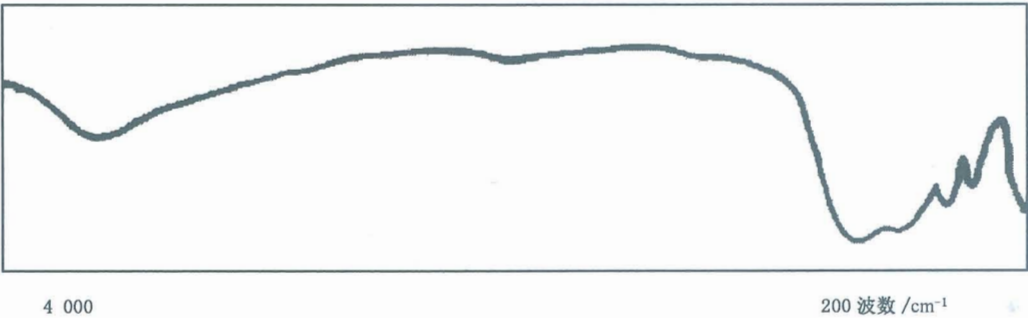


图 14 装饰纸中的二氧化钛红外光谱图

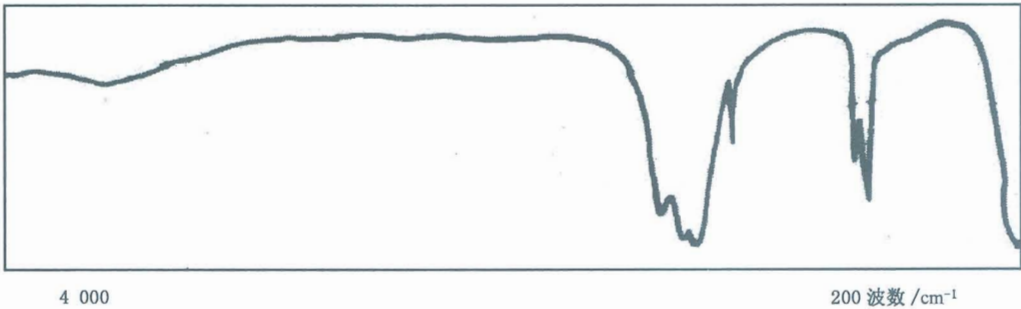


图 15 硫酸钡红外光谱图

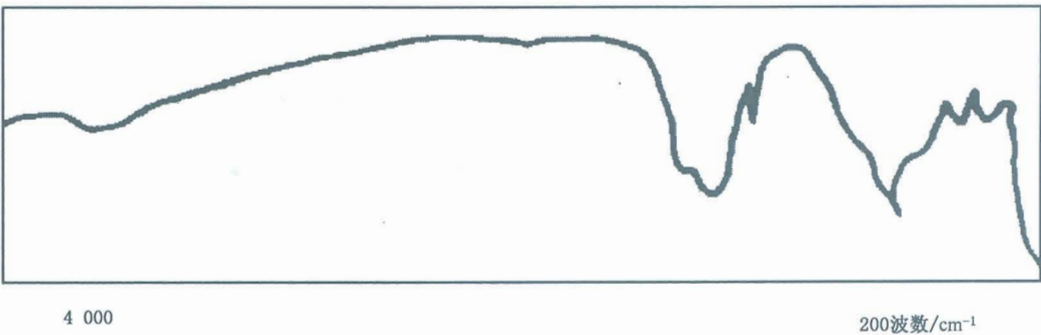


图 16 硫酸钡加二氧化钛红外光谱图

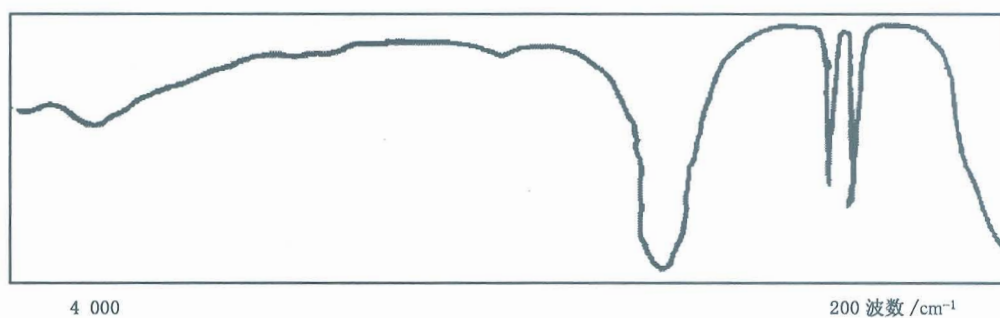


图 17 硫酸钙(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

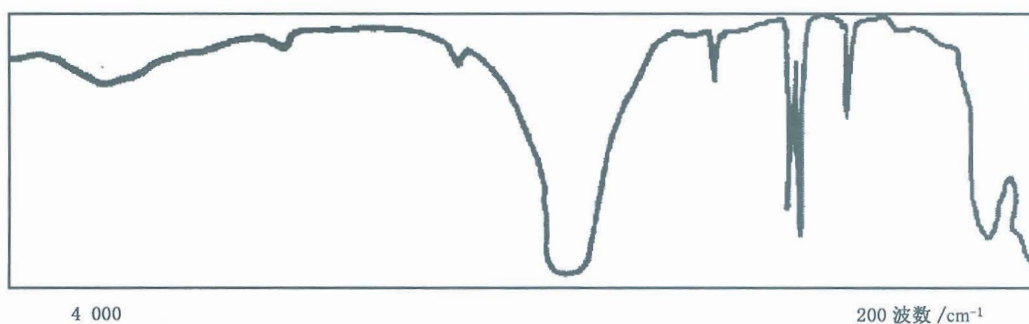


图 18 开源碳酸钙红外光谱图

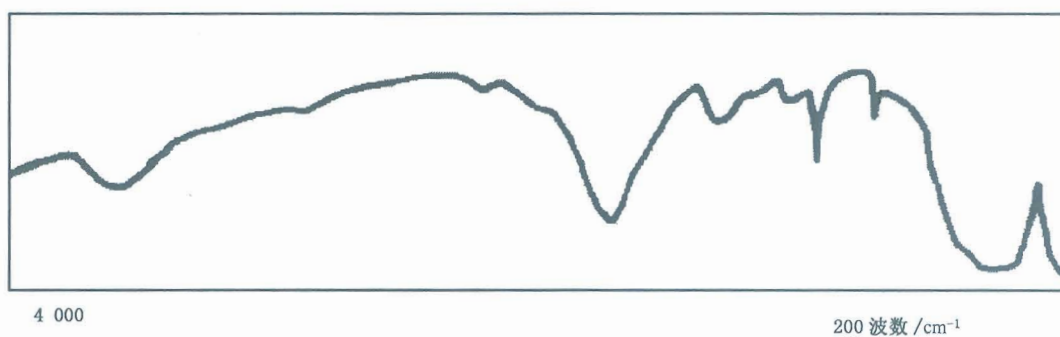


图 19 卷烟纸中碳酸钙(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

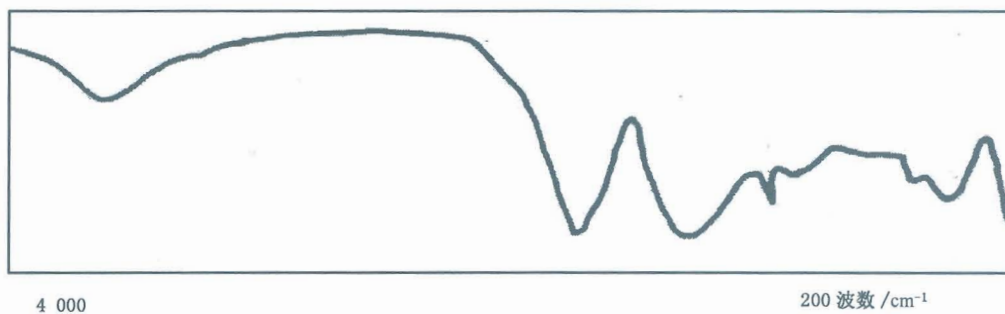


图 20 无碳复写纸中的碳酸钙加高岭土(600 °C 以下灼烧)红外光谱图

9 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本国家标准的编号；
 - b) 使用方法(化学定性或红外光谱)；
 - c) 试验结果应包括检出出的阴、阳离子和离子团，红外测定要附有红外扫描谱图，并指出其量的大小。
 - d) 未按标准规定的操作和可能影响测试结果的其他事项。
-