

ICS 85.010
CCS Y 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 12910—××××

代替 GB/T 12910-1991

纸和纸板 二氧化钛含量的测定

Paper and board — Determination of titanium dioxide

(ISO 5647:2019, MOD)

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2022.9)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。)

××××-××-××发布

××××-××-××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。

本文件代替 GB/T 12910—1991《纸和纸板二氧化钛含量的测定法》，与 GB/T 12910—1991 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要变化如下：

- a) 修改了标准名称；
- b) 增加了术语和定义（见第3章）；
- c) 增加了可以采用 ICP/AES（电感耦合等离子体/原子发射光谱法）测定的注释（见第4章）；
- d) 修改了灰分溶液制备时二氧化钛含量的最佳范围（见 8.1，1991年版的 7.1）；
- e) 增加了制备二氧化钛空白溶液操作规范（见第9章）；
- f) 修改了分光光度法试验步骤中校准溶液的制备方法（见 10.1，1991年版的 8.1.1）；
- g) 修改了火焰原子吸收分光光度法试验步骤中校准溶液的制备方法（见 11.1.1，1991年版的 9.1.1）；
- h) 简化了仪器校正说明，修改了火焰原子吸收分光光度法测定时使用的波长（见 11.1.2，1991年版的 9.1.2）；
- i) 修改了火焰原子吸收分光光度测的读数超过标准溶液范围的处理方式（见第11章，1991年版的 9.2.1）；
- j) 删除了两种测试方法中的结果计算，并将相应内容更改为“结果的表示”一章（见第12章，1991年版的 8.3 和 9.3）；
- k) 修改了实验报告中两次测定结果算术平均值的表示（见第13章，1991年版的第10章）。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 5647: 2019《纸和纸板 二氧化钛含量的测定》。

本文件与 ISO 5647: 2019 的技术性差异及其原因如下：

- a) 关于规范性引用文件，本文件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：
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 450 代替 ISO 186；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 462 代替 ISO 287；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 742 代替 ISO 2144。
- b) 增加了二氧化钛标准溶液制备时关于分析纯二氧化钛的注释（见5.5），以适应我国技术条件；
- c) 增加了仪器器皿（见6.1），以适应我国技术条件；
- d) 增加了无灰滤纸用于过滤（见10.2），以适应我国技术条件；

本文件做了下列编辑性修改：

- a) 调整了范围的文字描述，以适应我国技术条件；
- b) 将原理中关于 ICP/AES 测定方法的描述放入注中；
- c) 将 ISO 中第6章的引导语内容调整到 6.4，以适应我国技术条件。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国造纸工业标准化技术委员会（SAC/TC141）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1991年首次发布为GB/T 12910—1991；

——本次为第一次修订。

纸和纸板 二氧化钛含量的测定

警示——在本文件所规定的方法中，需要使用某些危险化学品和与空气混合可能形成爆炸性混合物的气体，必须注意保证遵守有关安全预防措施。

1 范围

本文件规定了采用分光光度法和火焰原子吸收分光光度法测定纸和纸板中二氧化钛含量的方法。

本文件适用于各种纸和纸板，尤其是涂布或加填纸和纸板。

注：不管钛以何种形式存在，不会影响其测定结果。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定（GB/T 450—2008，ISO 186:2002，MOD）

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定（GB/T 462—2008，ISO 287:1985，ISO 638:1978，MOD）

GB/T 742 造纸原料、纸浆、纸和纸板 灼烧残余物（灰分）的测定（575℃和900℃）（GB/T 742—2018，ISO 2144:2015，MOD）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

二氧化钛含量 titanium dioxide

样品经灰化，再经本标准规定的方法溶解后所测得的二氧化钛含量，以烘干质量计。

4 原理

将样品灰化，所得灰分溶解在硫酸和硫酸铵中，再加入过氧化氢使其显色后采用分光光度法测定，或加入氯化钾后应用火焰原子吸收分光光度法测定。

注：在灰化样品和溶解灰分后，样品中二氧化钛含量的测定也可以采用 ICP/AES（电感耦合等离子体/原子发射光谱法），前提是测定结果被证实。

5 试剂

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。

5.1 蒸馏水或去离子水，电导率小于 1 mS/m。

5.2 硫酸 (H₂SO₄)，密度为 1.84 g/mL。

5.3 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 。

5.4 稀硫酸：向盛有大约 500 mL 水（5.1）的烧杯中小心地加入 100mL 硫酸（5.2）和 40 g 硫酸铵（5.3），用水（5.1）稀释至 1L。

5.5 二氧化钛标准溶液，500 mg/L。称取 0.500g 的二氧化钛（ TiO_2 ）于一个 500mL 的烧杯中，加入 40.0 g 的硫酸铵（5.3）和 100mL 的硫酸（5.2），将混合物在通风橱内逐渐地加热至沸腾，保持沸腾 5min~10min，然后盖上烧杯冷却至室温，边搅拌边将其小心地加入到一个装有约 300mL 水（5.1）的大烧杯中，溶液冷却至室温后转移到一个 1000mL 的容量瓶中，用水淋洗两个烧杯，并将淋洗液一起倒入容量瓶中，加水（5.1）定容。

注：若购不到分析纯的二氧化钛，也可以用金属钛粉或草酸钛钾代替，但钛粉（Ti）的称量为 0.2997 g，而草酸钛钾 $[\text{K}_2\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的称量为 2.217 g，配置方法与用二氧化钛相同。

5.6 过氧化氢溶液，浓度为 30g/L，仅分光光度测定法需要这种溶液。

5.7 氯化钾溶液，浓度为 20g/L，仅火焰原子吸收分光光度法需要这种溶液。

5.8 盐酸（HCl），6mol/L 的溶液。

6 仪器

6.1 铂、石英或瓷坩埚，彻底清洗铂坩埚，用细砂擦洗除去坩埚中的任何污斑并用 6 mol/L 的盐酸溶液（5.8）煮沸，使用中应避免与除铂外的其他金属接触。瓷坩埚务必要保证其瓷釉洁白完好，瓷或石英坩埚都要用 6 mol/L 的盐酸（5.8）煮沸，并洗涤干净。

6.2 分光光度计或具有滤光片的光电比色计，能在波长 410 nm 处测定吸收值，并配备有 10 mm 的带盖比色皿。该仪器仅用于分光光度法测定。

6.3 原子吸收分光光度计，配备有乙炔气和一氧化二氮的高温燃烧头和钛的空心阴极灯。该仪器仅用于火焰原子吸收分光光度法。

6.4 常规实验室仪器。

7 取样

按 GB/T 450 的规定选取代表性样品，戴上防护的棉手套，将风干样品撕成适当大小的碎片，但不得采用剪刀、冲孔刀或其他可能发生金属污染的工具。

8 灰分溶液的制备

8.1 分别称取两份试样，每份约 10g，称准至 0.01 g，分别置于两个干净的器皿中，按 GB/T 462 分别称取试样测定试样的水分。

注：选取烧灰的样品量需要考虑预期的二氧化钛含量，如果灰化 10g 的样品，其二氧化钛含量的最佳范围为 1.5g/kg~8g/kg（分光光度测量法）或 0.8g/kg~3.2g/kg（火焰原子吸收分光光度法）。

8.2 按 GB/T 742 的规定，将试样灼烧成灰，灼烧温度 900℃，灼烧后的灰置于干燥器中冷却。如果需要测定其灰分，应将灰分按规定恒重后，计算出灰分含量。

8.3 将灰分移到一个 250mL 的玻璃烧杯中，加入 4 g 的硫酸铵（5.3）和 10mL 的硫酸（5.2），混合均匀后用玻璃表面皿盖住烧杯，在通风橱中加热至逸出三氧化硫烟雾，保持溶液沸腾 30min，让溶液冷却至室温，然后小心地一滴一滴地加入到盛有约 50mL 水的另一个烧杯中，溶液冷却后移入一个 100mL 的容量瓶中，用水淋洗两个烧杯并一起将淋洗液也倒入容量瓶中，最后加水定容，摇匀。

9 二氧化钛空白溶液制备

将 4 g 硫酸铵 (5.3) 和 10 mL 硫酸 (5.2) 加入到玻璃烧杯中, 按照 8.3 所述步骤配制二氧化钛空白溶液。

10 分光光度法试验步骤

10.1 校准曲线的绘制

按表 1 所示的体积分别向五个 50 mL 的容量瓶中加入对应体积的二氧化钛标准溶液 (5.5), 并在另一个 50mL 容量瓶中加入 25mL 二氧化钛空白溶液, 然后在每个容量瓶中加入 7.5 mL 的过氧化氢 (5.6), 然后用稀硫酸溶液 (5.4) 稀释至刻度并混合均匀。

表 1

二氧化钛标准溶液/mL	相应含二氧化钛的浓度/(mg/L)
二氧化钛空白溶液 (见第 9 章)	0.0
5.0	50.0
10.0	100.0
15.0	150.0
20.0	200.0
25.0	250.0

在参比池中加入稀硫酸溶液 (5.4), 1h 内使用 10mm 的比色皿在 410nm 波长处测定各个溶液的吸收值。

以二氧化钛的浓度 (以 mg/L 表示) 作为横坐标, 所测得的相应的吸收值为纵坐标, 绘制一条曲线。

注: 如果仪器配备了数据自动计算系统, 上段说明可以忽略。

10.2 试验溶液的制备

如果灰分溶液 (8.3) 含有不能溶解的物质, 用硬化无灰过滤器或干燥的无灰滤纸过滤滤液。不要洗涤过滤器或滤纸。

用移液管移取 25.0mL 的滤液到一个 50mL 容量瓶中, 加入 15mL 的稀硫酸 (5.4) 和 7.5mL 的过氧化氢溶液 (5.6), 然后用稀硫酸定容, 摇匀。

10.3 分光光度测定

如果样品溶液是混浊的或者是有颜色的, 移取 25mL 滤液于 50mL 的容量瓶中, 并用稀硫酸 (5.4) 定容, 以制备一种参比液。

如果样品溶液是清亮无色的, 用稀硫酸 (5.4) 作为参比液。

1h 内使用 10mm 的比色皿在 410nm 波长处测定各个溶液的吸收值, 减去二氧化钛空白溶液 (9) 的吸收值, 从校准曲线中读出对应的二氧化钛浓度。

二氧化钛含量的计算按第 12 章进行。

11 火焰原子吸收分光光度法试验步骤

11.1 校准曲线的绘制

11.1.1 校准溶液的制备

按表 2 所示的体积分别向四个 50 mL 的容量瓶中加入对应体积的二氧化钛标准溶液(5.5)，并在另一个 50mL 容量瓶中加入 25mL 二氧化钛空白溶液，然后在每个容量瓶中加入 2.5 mL 氯化钾溶液 (5.7)，用稀硫酸 (5.4) 稀释至刻度并混合均匀。

表 2

二氧化钛标准溶液/mL	相应含二氧化钛的浓度/mg/L
二氧化钛空白溶液（见第9章）	0.0
5.0	50.0
10.0	100.0
15.0	150.0
20.0	200.0

11.1.2 仪器校正

根据仪器说明书准备分光光度计测定二氧化钛，使用波长364.3nm

警告：在开关转向乙炔—氧化二氮之前，必须用空气-乙炔点燃燃烧器，以免爆炸。

11.1.3 二氧化钛空白溶液的测定

在操作步骤和用量一样的条件下，按照11.1.1（表2，第0项）移取二氧化钛空白溶液但不加入二氧化钛标准溶液（5.5）。将溶液吸入火焰，调整仪器使空白溶液的吸收值为零。

11.1.4 分光光度的测定

依次将一系列钛的标准溶液（11.1.1）吸入火焰中，并测量吸收值，在绘制校准曲线的整个过程中，要注意保持恒定的吸入速度，每次测量后都要向燃烧器喷水。

11.1.5 绘制校准曲线

以二氧化钛的浓度（以mg/L表示）作为横坐标，所测得的相应的吸收值为纵坐标，绘制一条曲线。

注：如果仪器设置有自动数据计算系统，则可以省略绘制曲线步骤。

11.2 样品的测定

11.2.1 试验溶液的制备

使用灰分溶液(8.3)制备试验溶液，如果该溶液含有悬浮物，待其沉淀后，用移液管移取25mL溶液到一个50mL的容量瓶中，加2.5mL的氯化钾溶液（5.7），并用稀硫酸（5.4）定容，摇匀。

11.2.2 分光光度的测定

用空白溶液（11.1.3）调整仪器的吸收值到零后，按11.1.4中的规定对11.2.1制备的试验溶液进行光度测定，然后从校准曲线上读取二氧化钛的含量。

注：如果溶液测量的读数超过校准溶液的范围，在光度测量前应该用稀硫酸（5.4）稀释溶液，并补加适量的氯化钾溶液（5.7），以便保持氯化钾溶液的浓度与校准溶液的浓度相同。

12 结果的表示

按公式(1)计算样品的二氧化钛含量 $\omega(\text{TiO}_2)$ ，以每千克绝干试样中的克数表示。

$$\omega(\text{TiO}_2) = \frac{\rho(\text{TiO}_2) \cdot V_1 \cdot V_3}{10^3 V_2 \cdot m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\rho(\text{TiO}_2)$ ——从校准曲线上读出的试验溶液（分光光度法 10.2，或火焰吸收分光光度法

11.2.1）二氧化钛浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V_1 ——为光度测量所制备的溶液（分光光度法 10.2，或火焰吸收分光光度法 11.2.1）体积，单位为毫升（mL）（标准规定为 50mL）；

V_2 ——从为光度测量制备的溶液中移取的灰分溶液（8.3）体积，单位为毫升（mL）（标准规定为 25mL）；

V_3 ——灰分溶液（8.3）的总体积，单位为毫升（mL）（标准规定为 100mL）；

m ——试样的质量，以绝干计，单位为克（g）。

注：若使用标准规定的体积，公式(1)可简化为公式(2)：

$$\omega(\text{TiO}_2) = \frac{0.2\rho(\text{TiO}_2)}{m} \dots\dots\dots(2)$$

13 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 文件编号；
- b) 试验的日期和地点；
- c) 测试方法(分光光度法或火焰原子吸收分光光度法)；
- d) 完整识别试样所需的全部信息；
- e) 两次测定的算术平均值，准确至0.1g/kg；
- f) 任何偏离本标准及可能影响实验结果的情况。
