

# 《纸和纸板 二氧化钛含量的测定》国家标准编制说明

## （征求意见稿）

### 一、工作简况

#### 1、基本情况说明

二氧化钛为白色粉末，具有良好的光散射能力，因为白度好、着色力高、遮盖力强、无毒、无味，对人体无刺激作用，同时具有较高的热稳定性和化学稳定性。二氧化钛以其白度高、密度大、颗粒细小均匀、折射率高等独特优点被广泛用做造纸填料，不仅可以显著提高纸张的不透明度，而且有助于增加填料的覆盖率和留着率。但是二氧化钛也存在着一定缺陷，他的亮度很高，极微量的杂质就会引起严重的变色。另外，二氧化钛在与荧光增白剂共同使用时会导致其作用急剧减弱。因此需要对纸和纸板中的二氧化钛含量进行测定，以指导企业生产。

目前，关于纸和纸板中二氧化钛的检测方法，国内外多采用分光光度法和火焰原子吸收分光光度法。我国现行的国标GB/T 12910《纸和纸板 二氧化钛含量的测定法》出台于1991年，是采标ISO 5647: 1990，已使用了30年，标准中部分技术内容已不适用。而且2019年，ISO发布了新的修订版，对纸和纸板中二氧化钛含量的测定方法做出了较大调整，不仅提出可以采用ICP/AES（电感耦合等离子体/原子发射光谱法）检测，而且对试样的灰化温度作出明确规定，提升了检测方法的可操作性。为了提高标准的技术水平，与国际标准保持一致，有必要对该标准进行修订。

#### 2、任务来源

2021年12月31日，国家标准化管理委员会批准下达了《纸和纸板 二氧化钛含量的测定》修订计划，计划项目号：20214619-T-607，山东华泰纸业股份有限公司、中国制浆造纸研究院有限公司等单位负责该标准的起草工作。

#### 3、编制过程

- （1）2022年1月~2月，成立标准起草小组；
- （2）2022年3月~6月，开展前期调研及标准验证样品征集等准备工作；
- （3）2022年6月~8月，标准起草小组对国际标准ISO 5647:2019进行翻

译、校对，完成标准译文，开展了试验方法的确认验证工作，并按照GB/T 1.1要求完成工作组讨论稿；

(4) 2022年9月，完成标准征求意见稿。

## 二、国家标准编制原则和确定国家标准主要内容的依据

### 1、编制原则

本文件按GB/T 1.1—2020给出的规则起草，技术内容在原标准的基础上，修改采用ISO 5647：2019编制而成。

### 2、主要内容

本文件规定了纸和纸板中二氧化钛含量的测定方法，分光光度法和火焰原子吸收分光光度法。适用于所有类型的纸和纸板，尤其是涂布或加填纸和纸板。

### 3、标准修订内容

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，主要变化如下：

——修改了标准名称

由《纸和纸板二氧化钛含量的测定法》调整为《纸和纸版 二氧化钛含量的测定》，以与标准体系中其他标准保持一致。

——增加了术语和定义

增加了二氧化钛含量的术语和定义，与ISO 5647保持一致。

——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  
ISO新版标准在原理中增加了可以采用ICP/AES的描述，但是由于标准中没有给出具体试验步骤，因此，本标准以注的形式体现该内容。

——修改了灰分溶液制备时二氧化钛含量的最佳范围  
与ISO保持一致，调整了二氧化钛含量的最佳范围值。

——增加了制备二氧化钛空白溶液操作规范  
试验过程需要进行二氧化钛空白溶液制备，增加制备方法使标准更加规范。

——修改了分光光度法试验步骤中校准溶液的制备方法。  
与ISO保持一致，调整了标准钛溶液所对应的二氧化钛浓度。

——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  
与ISO保持一致，调整了标准钛溶液所对应的二氧化钛浓度。

——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与ISO保持一致，调整了火焰原子吸收分光光度法测定时使用的波长。

——修改了火焰原子吸收分光光度测定时读数超过标准溶液范围的处理方式与ISO保持一致，调整了火焰原子吸收分光光度测定时读数超过标准溶液范围的处理方式。

——修改了实验报告中两次测定结果算术平均值的表示

与ISO保持一致，对测定结果的平均值都修约至0.1g/kg，不再分类进行修约。

#### 4 与ISO标准差异及理由

本文件修改采用国际标准ISO 5647: 2019《纸和纸板中二氧化钛含量的测定》，主要技术差异如下：

——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。

——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，以适应我国技术条件；本文件测试二氧化钛含量原理主要通过测定溶液中钛元素的含量得到的，金属钛粉或草酸钛钾也能经二氧化钛相同的处置方法得到钛溶液。在得不到分析纯二氧化钛时，使用金属钛粉和草酸钛钾可以制备相同要求的钛标准溶液。由于金属钛粉和草酸钛钾与二氧化钛分子量差异，制备相同浓度的标准溶液时，其称量数量需做相应调整。

——增加了仪器器皿瓷坩埚，以适应我国技术条件；

——增加了采用无灰滤纸用于过滤，以适应我国技术条件

### 三、主要试验（或验证）的分析

#### 1 新版ISO 5647与旧版差异分析

ISO 5647: 2019修订版与上一版相比，一是增加了可以采用ICP/AES（电感耦合等离子体/原子发射光谱法）测定的描述，二是对含二氧化钛纸样的灰化温度作出明确规定。

ICP/AES（电感耦合等离子体原子发射光谱法）是以电感耦合等离子炬为激发

光源的一类光谱分析方法，它是一种由原子发射光谱法衍生出来的新型分析技术。它能够方便、快速、准确地测定试样中的多种金属元素和准金属元素，且没有显著的基体效应。ICP/AES分析技术已成为现代检测技术的一个重要组成部分。ICP/AES方法的原理：等离子体发射光谱法可以同时测定样品中的多元素的含量，不同元素的原子在激发或电离时可发射出特征光谱，等离子体发射光谱可用来定性测定样品中存在的元素，特征光谱的强弱与样品中原子浓度有关，与标准溶液进行比较，即可定量测定样品中各元素的含量。ICP/AES方法的优点：（1）分析速度快，ICP/AES法干扰低、时间分布稳定、线性范围宽，能够一次同时读出多种被测元素的特征光谱，同时对多种元素进行定量和定性分析。（2）分析灵敏度高，直接摄谱仪测定，一般相对灵敏度为 $10^{-6}$ 级,如果通过富集处理，相对灵敏度可达 $10^{-9}$ 级。（3）分析准确度和精密度较高，ICP/AES法是各种分析方法中干扰较小的一种，一般情况下其相对标准偏差 $\leq 10\%$ ，当分析物浓度超过100倍检出，相对标准偏差 $\leq 1\%$ 。（4）测定范围广，可以测定几乎所有紫外和可见光区的谱线，被测元素的范围大，一次可以测定几十个元素。ICP/AES法的不足之处在于设备和操作费用较高，样品一般需预先转化为溶液（固体直接进样时精密度和准确度降低）。由于ICP/AES（电感耦合等离子体/原子发射光谱法）具有分析速度快、灵敏度高、准确度高以及测定范围广的特点，增加ICP/AES用于纸和纸板中二氧化钛含量测定可以有效提高测量效率和测试结果的准确性。在方法测试结果得到相关的认定后，ICP/AES可以用于纸和纸板中二氧化钛含量的测定。

在ISO5647：2019修订版中明确指出纸和纸板灰化时的温度为 $900^{\circ}\text{C}$ 。在纸和纸板的灰分测定中，不同的方法对灰分温度要求不同，有的要求温度是 $525^{\circ}\text{C}$ ，有的要求是 $900^{\circ}\text{C}$ ，这种差别主要在于纸张中含的填料不同发生灰化分解温度不同所致，一般碳酸钙加填的纸张在进行灰分测定时要求的灰化温度为 $525^{\circ}\text{C}$ ，在此温度下碳酸钙可完成完全的分解，如果是非碳酸钙加填的纸张一般要求灰化温度为 $900^{\circ}\text{C}$ 。对含二氧化钛的纸和纸板进行灰化时，明确要求温度为 $900^{\circ}\text{C}$ 可以保证非钛组分的充分分解，减少或消除灰溶解液中的杂质组分，可进一步提高测试结果的准确性。

## 2 新版国标与GB/T 12910—1991方法对比验证

为了验证新版方法（即ISO5647：2019）的可行性，起草小组选取3个代表性样品，一个装饰原纸、一个字典纸、一个烟用接装纸原纸，分别按照新版方法与用

1991版方法中的分光光度法进行了对比验证，具体分析如下：

表1、纸和纸板的二氧化钛测试结果比较

试样类别	GB/T 12910新版（ISO 5647-2019）		GB/T 12910-1991	
	二氧化钛含量，g/kg	两次测定结果绝对差值与算术平均的比值，%	二氧化钛含量，g/kg	两次测定结果绝对差值与算术平均的比值，%
装饰原纸	210	2.0	222	4.1
字典纸	50.1	1.6	49.3	3.0
烟用接装纸原纸	65.3	1.1	65.4	1.7

表1中给出了三种不同水平含量的二氧化钛纸张分别以ISO 5647：2019和GB/T 12910—1991中的分光光度法的测试结果。根据表1的结果，不同含量的纸采用不同方法测出的二氧化钛含量略有差别，同时两次测定结果的绝对差值与算术平均值的比值也有差别。两次测定结果的绝对差值与算术平均值的比值越大表明测试结果的准确性或再现性越小。根据表1给出的结果，三类不同含量二氧化钛的纸张采用ISO 5647：2019方法所获得的两次测定结果的绝对差值与算术平均值的比值都要小于采用GB/T 12910—1991，这表明采用ISO 5647：2019方法能够获得更为可靠和准确的测试结果。与GB/T 12910—1991相比较，本文件除了对ISO 5647：2019的一般仪器作了适应我国技术条件修改外，整体测试方法完全采用ISO 5647：2019，具有良好的可行性和可操作性。

综上所述，本文件中所规定的测试方法可以准确测定纸和纸板中二氧化钛含量，技术内容满足实际使用的需求。

#### 四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本文件修改采用ISO 5647：2019，标准主要技术内容与国际标准基本一致，标准水平达到国内先进水平。

#### 五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本文件规定的所有性能要求的计量单位均为国家法定计量单位，试验与检测的项目凡是有相应的国家标准的均予以采用。

本文件与现行法令、法规、国家标准无抵触。

#### 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本文件未有重大分歧意见存在。

#### **七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议**

本文件为检测方法标准，作为推荐性标准即可。

#### **八、贯彻国家标准的要求和措施建议**

本文件发布后，可通过实验室间比对、能力验证等方式推广实施。

该标准为推荐性测定方法标准，建议标准发布后6个月实施。

#### **九、废止现行有关标准的建议**

本文件代替GB/T 12911-1991，发布后建议代替GB/T 12911—1991。

#### **十、其他应予说明的事项**

无。

标准起草小组

2022年09月