



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.1—2014
代替 SN/T 1732.1—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 1 部分：钡含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 1: Determination of Barium content

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

烟花爆竹用烟火药剂

第 1 部分:钡含量的测定

SN/T 1732.1—2014

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

印数 1—1 300

*

书号: 155066 • 2-27910 定价 14.00 元

前 言

SN/T 1732《烟花爆竹用烟火药剂》共分为 13 部分：

- 第 1 部分：钡含量的测定；
- 第 2 部分：重铬酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：锌含量的测定；
- 第 4 部分：铜含量的测定；
- 第 5 部分：钛含量的测定；
- 第 6 部分：锶含量的测定；
- 第 7 部分：铅含量的测定；
- 第 8 部分：钠含量的测定；
- 第 9 部分：镁含量的测定；
- 第 10 部分：硫含量的测定；
- 第 11 部分：钾含量的测定；
- 第 12 部分：红磷含量的测定；
- 第 13 部分：硼酸含量的测定。

本部分为 SN/T 1732 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1732.1—2006《烟花爆竹用烟火药剂 第 1 部分：钡含量的测定》，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 在前言的规定中，增加了标准编制所依据的起草规则；
- 修改了“规范性引用文件”的引导语（见第 2 章）；
- 修改了本部分的适用范围，将适用范围由“本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钡含量的测定”修改为“本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钡含量大于 1% 的测定”（见第 1 章）；
- 合并原理和反应式章节；
- 修改了试样量，将“称取约 5 g 试样”修改为“称取约 2 g~5 g 试样”（见 7.1）。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出和归口。

本部分起草单位：北海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：肖焕新、李一明、吴俊逸。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.1—2006。

烟花爆竹用烟火药剂

第 1 部分：钡含量的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律规定的条件。本标准涉及的烟火药剂是一种易燃易爆的危险品，以下是最主要的安全技术规定：

- a) 试样的制备应在有安全防护措施条件下进行；
- b) 试样的制备和存放量不能超过安全防护允许的条件；
- c) 试样干燥应在安全防爆干燥箱中进行，其干燥温度不超过 55℃。

1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹用烟火药剂中钡含量测定的方法。

本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钡含量大于 1% 的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

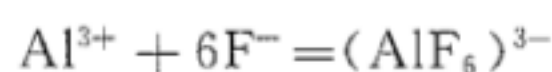
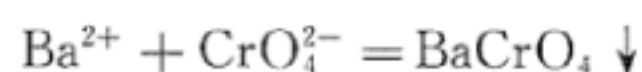
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

GB/T 15813—1995 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

3 原理

试料经过预处理后，用稀硝酸充分溶解、过滤，通过调试液的 pH 值、加沉淀剂把试液中的钡离子、铝离子、锶离子和锌离子同其他组分分离。用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定法在 pH10.0 的条件下以 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)为指示液，一份试液加入适量铬酸钾溶液沉淀试液中的钡离子，另一份试液不加铬酸钾而直接加入 EDTA，用硫酸铜标准滴定溶液滴定试液由黄色至蓝色即为终点，根据两份试液所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积差计算出试料中钡的含量。



4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的至少 3 级的水。

4.1 无水乙醇。

4.2 丙酮。

4.3 氨水。

4.4 铬酸钾溶液(30%)。

4.5 氟化铵溶液(10%)。

4.6 硝酸(1+5)。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=3 \text{ mol/L}$]：称取 120 g 氢氧化钠，精确到 1 g，溶于水中，冷却后，再用水稀释至 1 000 mL，混匀后装于塑料瓶中。

4.9 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]：称取 4 g 氢氧化钠，精确到 0.1 g，溶于水中，冷却后，再用水稀释至 1 000 mL，混匀后装于塑料瓶中。

4.10 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液(pH5.7)：量取 400 mL 氢氧化钠溶液(4.9)，加入约 13 g 的邻苯二甲酸氢钾，边加边搅拌，同时测缓冲液的 pH 值，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

4.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$]：配制与标定按 GB/T 601 执行。

4.12 硫酸铜标准滴定溶液[$c(\text{CuSO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 配制：称量 25.0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 置于 1 000 mL 烧杯中，用水溶解并稀释至 1 000 mL，混匀，转入 1 L 试剂瓶中。

4.12.2 标定：移取 $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ EDTA 标准滴定溶液于 300 mL 三角烧瓶中，用氨水调溶液 pH10.0，加水使溶液体积约为 150 mL，再加 5 滴 PAN 指示剂溶液，混匀。用硫酸铜标准滴定溶液滴定，溶液颜色由黄色突变为蓝色，并保持 10 s。同时做空白试验。

4.12.3 按公式(1)计算硫酸铜标准滴定溶液的浓度：

$$c = \frac{c_0 V}{(V_1 - V_2)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

c_0 ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——量取试液 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1 ——标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2 ——空白试验硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)。

4.13 PAN 指示液：0.2%乙醇溶液。

5 仪器

5.1 隔水式防爆烘箱：精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.2 分析天平：精度为 0.01 mg。

5.3 pH 计：精度为 0.1。

5.4 恒温水浴锅：精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

6 试样的制备

6.1 按照 GB/T 15813—1995 中的第 3 章和第 4 章规定制备试样。

6.2 试样在 5.1 中规定的隔水式防爆烘箱中于 $50^\circ\text{C} \sim 55^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 后，置于干燥器内冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 称取约 2 g~5 g 试样,精确到 0.1 mg,于干燥的 300 mL 烧杯中,用约 100 mL 无水乙醇和 100 mL 丙酮先后分多次洗涤,充分搅拌后用快速滤纸过滤,静置使滤纸中的丙酮基本挥发。

7.2 将 7.1 中的滤纸连同滤纸上的少量滤渣一并小心转移至步骤 7.1 中的 300 mL 烧杯中,缓慢滴加硝酸,待其反应不是很剧烈时,再加 150 mL 硝酸,将烧杯置于电炉上微沸 60 min。静置 10 min,待其冷却至室温后经滤纸过滤至另一个 400 mL 烧杯中,用蒸馏水多次洗涤。

7.3 往 7.2 盛滤液的 400 mL 烧杯中加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.8),静置 30 min,用新滤纸过滤至另一洁净的 500 mL 烧杯,用约 150 mL 氢氧化钠溶液(4.9)分多次洗涤。

7.4 往 7.3 的 500 mL 烧杯中加入适量盐酸至溶液呈酸性($\text{pH} < 4$),将滤液转移至 500 mL 的容量瓶中,用蒸馏水多次洗涤并定容。

7.5 在对试液进行试验前,先观察容量瓶内是否有结晶析出,如果有,则先置容量瓶于 80 °C 的恒温水浴锅中加热,待其结晶全部溶解后,冷却后使液面相切于定容刻度线后混匀,再进行试验。

7.6 从容量瓶中量取两份 20 mL \pm 0.05 mL 滤液分别置于 300 mL 三角烧瓶和 300 mL 烧杯中。

7.7 加入 20 mL 氟化铵溶液至三角烧瓶中,充分摇匀,静置 3 min 后再加入 25 mL \pm 0.05 mL EDTA 标准滴定溶液,用氨水调溶液 pH10.0,加 4 滴 PAN 指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,滴至溶液由黄色突变为蓝色即为终点,记下所耗硫酸铜标准滴定溶液的体积数(V_0)。

7.8 向 300 mL 烧杯中加入 20 mL 铬酸钾溶液,搅拌均匀后静置 15 min,用滤纸过滤,用邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液多次洗涤,滤液置于 500 mL 洁净三角烧瓶中。

7.9 向 7.8 的 500 mL 三角烧瓶中加入 20 mL 氟化铵溶液,充分摇匀,静置 3 min 后再加入 25 mL \pm 0.05 mL EDTA 标准滴定溶液,用氨水调溶液 pH10.0,加 4 滴 PAN 指示液,用硫酸铜标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,滴至溶液由黄色突变为蓝色即为终点,记下所耗硫酸铜标准滴定溶液的体积数(V_1)。

8 结果计算

钡含量以钡的质量分数 w 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\,000]M}{(20/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——滴定试液中锶、钡离子总量所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试液中不含钡离子所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——钡的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=137.327$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

20 ——所移取的试液体积的数值,单位为毫升(mL);

500 ——试液定容的体积的数值,单位为毫升(mL)。

所得结果按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数。

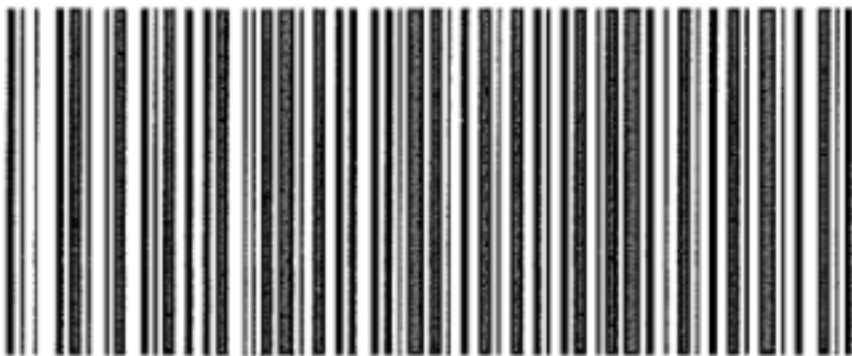
取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差见表 1。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差 %

含量范围	允许差
>10	0.5
1~10	0.1



SN/T 1732.1-2014

书号:155066 • 2-27910
定价: 14.00 元