



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.3—2014
代替 SN/T 1732.3—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 3 部分：锌含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 3: Determination of zincum 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

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 3 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 1732.3—2006《烟花爆竹用烟火药剂 第 3 部分：锌含量的测定》，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 2）；
- 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锌含量的测定”修改为“本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中锌含量大于 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并归口。

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：何流、肖焕新、吴俊逸、商杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.3—2006。

烟花爆竹用烟火药剂

第3部分：锌含量的测定

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锌含量测定的方法。

本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中锌含量大于 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

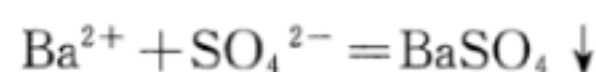
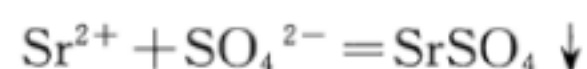
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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，通过调样液的 pH 值、加沉淀剂把试液中的锌离子分离出来，用 EDTA 络合滴定法在 pH 6.0 的条件下以二甲酚橙为指示液，用氯化锌标准滴定溶液滴定试液由黄色至橙色即为终点。



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(1+3)。

4.4 硝酸(1+5)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 硫酸钠溶液:20%水溶液。

4.7 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。

4.8 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。

4.9 氟化铵溶液(10%)。

4.10 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液(pH 6.0):取 400 mL 氢氧化钠溶液(4.7),加入约 11 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 氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2)=0.1\text{ mol/L}$]:配制与标定按 GB/T 601 执行。

4.12 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。

4.13 二甲酚橙指示液(0.5%)。

5 仪器

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

5.2 分析天平:精度为 0.01 mg。

5.3 pH 计:精度为 0.1。

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 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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,将烧杯置于电炉上煮沸 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(4.7),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(4.8)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 从 7.4 的容量瓶中量取 $20\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$ 试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加入 20 mL 氟化铵溶液,摇匀,静置约 3 min,量取 $25\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$ EDTA 标准滴定溶液加入三角烧瓶中,用氨水调试液 pH 6,加 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液,摇匀,加 5 滴二甲酚橙指示剂溶液,用氯化锌标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,滴至溶液由黄色突变为橙红色即为终点,记下所耗氯化锌标准滴定溶液的体积数(V)。同时做空白试验。

8 结果计算

锌含量以锌单质(Zn)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{\{[25c_1 - c_2(V - V_1)]/1\,000\}M}{(20/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——锌的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=65.39$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

25 ——所量取的 EDTA 标准滴定溶液(5.11)的体积的数值,单位为毫升(mL);

20 ——所量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	0.4
1~10	0.1

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 3 部分: 锌含量的测定

SN/T 1732.3—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 6 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 • 2-27912 定价 14.00 元



SN/T 1732.3-2014