



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.11—2014
代替 SN/T 1732.11—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 11 部分：钾含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 11: Determination of potassium 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 11 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替了 SN/T 1732.11—2006，除了编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准中“试料量”由“约 5 g”修改为“约 2 g~5 g”；
- “适用范围”中增加不低于 1% 钾含量的测定。

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：广西出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：商杰、吴俊逸、肖焕新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.11—2006。

烟花爆竹用烟火药剂

第 11 部分：钾含量的测定

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钾含量测定的方法。
本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中不低于 1% 钾含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

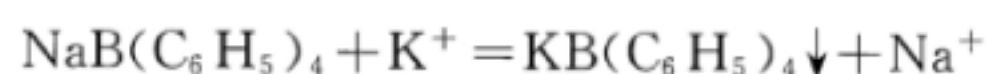
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15813—1995 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

3 原理

试料经适当预处理后，用热水溶解并过滤，含有钾离子试验溶液在弱碱性介质中与四苯硼钠生成四苯硼钾沉淀，用重量法测定试料中钾的含量。

4 反应式



5 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。

5.1 无水乙醇。

5.2 丙酮。

5.3 甲醛。

5.4 氢氧化钠溶液(0.2%)。

5.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(4%)。

5.6 四苯硼钠乙醇溶液:称取 3.4 g 四苯硼钠,精确至 0.1 g,溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.7 四苯硼钾饱和溶液:称取四苯硼钾 1 g,精确至 1 g,加入 50 mL 无水乙醇,950 mL 水,摇匀,用水前过滤。

5.8 酚酞指示液:0.5%乙醇溶液。

6 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

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

6.2 电热鼓风干燥箱:精度为 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 恒温水浴锅:精度为 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 抽滤装置。

6.5 4 号砂芯坩埚:30 mL。

6.6 分析天平:精度为 0.01 mg。

7 试样的制备

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

7.2 试样在 6.1 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。

8 分析步骤

8.1 称取约 5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于一干燥的 4 号砂芯坩埚中,用 100 mL 无水乙醇分多次浸泡,抽滤,再用 100 mL 丙酮分多次洗涤滤渣,静置让乙醇和丙酮基本挥发。

8.2 将滤渣转移至一 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,适当加热,用滤纸过滤,并用水多次洗涤,将滤液和洗液一并转移至一 500 mL 容量瓶,冷却至室温,摇匀并定容。

8.3 量取 $25\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$ 的试验溶液置于 250 mL 烧杯中,先后加入 1~2 滴酚酞指示液,2 mL 甲醛溶液,20 mL EDTA 溶液,再用氢氧化钠溶液调至溶液显微红色,在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴锅中加热继续保持微红色不变。

8.4 取下烧杯,在不断搅拌下缓慢加入 8 mL 四苯硼钠乙醇溶液,继续搅拌 1 min,静置 30 min。

8.5 用在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 已干燥恒重的另一 4 号砂芯坩埚抽滤,用四苯硼钾饱和溶液转移沉淀,并用 30 mL 四苯硼钾饱和溶液分 3~4 次洗涤,每次抽干后沿壁加入 2 mL 无水乙醇洗涤,再次抽干,然后在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥,烘至恒重,转入干燥器中冷却至室温后称量。

9 结果计算

钾含量以钾的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_0 M_1}{(25/500)m M_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——所生成四苯硼钾沉淀的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=39.098\ 3$];

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M_2 ——四苯硼钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $[M=358.331\ 3]$;
25 ——所量取试液的体积的数值,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。

10 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 11 部分:钾含量的测定

SN/T 1732.11—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 5 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:155066·2-27873 定价 14.00 元



SN/T 1732.11-2014