



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.12—2013

烟花爆竹用烟火药剂 第 12 部分：红磷含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 12: Determination of red-phosphorus content

2013-08-30 发布

2014-03-01 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 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国江西出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：吕中、桂家祥、吴劲松、刘捷光、曾国良。

烟花爆竹用烟火药剂
第 12 部分：红磷含量的测定

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℃；
- d) 剩余试样和试验过的试样应及时按要求进行销毁。

1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹用烟火药剂中红磷含量测定的方法及安全技术规定。
本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中红磷含量的测定。

2 规范性引用文件

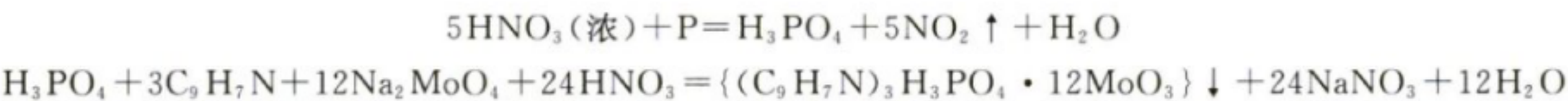
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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

用浓硝酸将红磷氧化为磷酸根，在酸性介质中用磷钼酸喹啉重量法测定红磷含量。

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。试验中所需试剂，在没有注明其他规定时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 规定制备。

5.1 浓硝酸(1.42 g/cm³)。

5.2 喹钼柠酮试剂的配制：

- 溶液 1：溶解 70 g 钼酸钠于 150 mL 水中。
- 溶液 2：溶解 60 g 柠檬酸于 150 mL 水和 85 mL 硝酸(5.1)的混合液中。
- 溶液 3：在不断搅拌下，缓慢地将溶液 1 加入到溶液 2 中。
- 溶液 4：加 5 mL 喹啉于 35 mL 硝酸(5.1)和 100 mL 水的混合液中。
- 溶液 5：将溶液 4 加入溶液 3 中，混合后放置 24 h，过滤。滤液中加入 280 mL 丙酮，用水稀释 1 000 mL，混匀贮存于聚乙烯瓶中，存放于暗处，此为喹钼柠酮试剂。

5.3 硝酸：(1+1)溶液。

6 仪器设备

- 6.1 实验室常用仪器。
- 6.2 坩埚式过滤器：滤板孔径 5 μm~15 μm。
- 6.3 安全型防爆烘箱：控温精度为±2℃。
- 6.4 分析天平：精度 0.1 mg。

7 试样的制备

- 7.1 按照 GB/T 15813—1995 中第 4 章规定制备试样。
- 7.2 试样在 6.2 中规定的安全型防爆烘箱中于 50℃~55℃干燥 4 h 恒重后，置于干燥器内冷却至室温。

8 分析步骤

- 8.1 将 5 g 试样制成粉状后，用称量瓶称取 0.1 g 试样，精确至 0.1 mg，置于 300 mL 锥形瓶中。
- 8.2 往 8.1 中加水润湿，在通风柜内用漏斗加入 60 mL 浓硝酸(5.1)，静置，直至反应完全。
- 8.3 过滤，用 10 mL 硝酸溶液(5.3)冲洗两次，滤液全部移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 8.4 用移液管从 8.3 中移取 10 mL 滤液至 200 mL 烧杯中，加 50 mL 水和 10 mL 硝酸溶液(5.3)和 60 mL 喹钼柠酮试剂(5.2)，盖上表面皿，于水浴中加热至烧杯内溶液温度达 75℃(用温度计测量)，保持 30 s(加热时不得用明火，加试剂或加热时不能搅拌，以免生成凝块)。
- 8.5 待 8.4 冷却至室温，并在冷却过程中搅拌 3 次~4 次。用预先在 180℃±5℃恒重的坩埚式过滤器抽滤上层清液，用倾泻法洗涤 5 次~6 次，每次用水约 20 mL，将沉淀转移至坩埚中，继续用水洗涤 3 次~4 次。
- 8.6 将坩埚置于 180℃的安全型防爆烘箱中烘 45 min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.1 mg，同时作空白试验。

9 结果计算

以质量分数表示的红磷(P)含量(w)计，按式(1)计算：

$$w = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.014\ 00}{m(10/100)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w ——红磷含量，%；
- m_1 ——试验溶液生成沉淀的质量，单位为克(g)；
- m_0 ——空白试验生成沉淀的质量，单位为克(g)；
- m ——试样的质量，单位为克(g)；
- 0.014 00 ——磷钼酸喹啉换算为红磷的系数。

所得结果按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数。

10 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值为测定结果。

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 12 部分:红磷含量的测定
SN/T 1732.12—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)64275323
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 1 月第一版 2014 年 1 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号:155066·2-26439 定价 14.00 元



SN/T 1732.12-2013