

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.2—2014
代替 SN/T 1732.2—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第2部分：重铬酸盐含量的测定

**Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 2: Determination of bichromates 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 2 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 1732.2—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”。

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、肖焕新、吴俊逸。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.2—2006。

烟花爆竹用烟火药剂 第2部分：重铬酸盐含量的测定

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 °C。

1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹用烟火药剂中重铬酸盐含量测定的方法。

本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中重铬酸盐含量的测定。

2 规范性引用文件

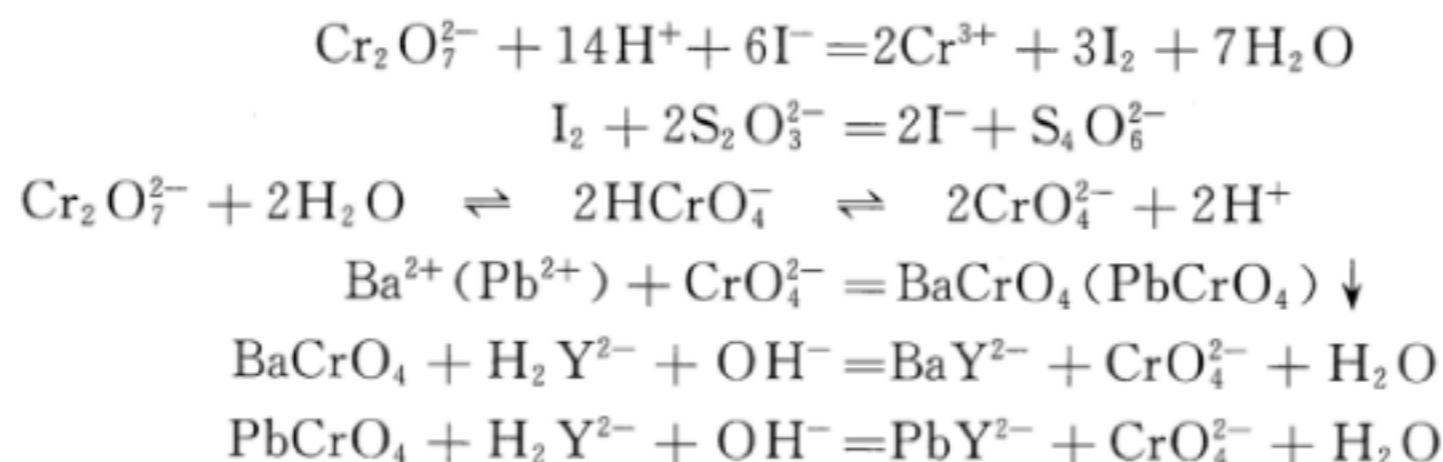
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 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

试料经预处理后，用热水溶解并过滤，得到滤液和滤渣两部分；滤液经消除干扰离子后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液由黑色突变为亮绿色；滤渣用氢氧化钠和 EDTA 溶解后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至黑色突变为紫红色，两部分测定的重铬酸盐含量之和即为试料中重铬酸盐含量。

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 碘化钾。
- 5.4 冰乙酸。
- 5.5 盐酸(1+1)。
- 5.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(4%)。
- 5.7 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=6 \text{ mol/L}$]:称取约 240 g 氢氧化钠,精确至 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。
- 5.8 氯化钡溶液(10%)。
- 5.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 4.0):称取 54.4 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),精确至 0.1 g,溶于水,
加 92 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。
- 5.10 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05 \text{ mol/L}$]:配制和标定按 GB/T 601 执行。
- 5.11 淀粉指示液(1%)。

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±2 °C。
- 6.2 分析天平:精度为 0.01 mg。
- 6.3 4 号砂芯坩埚:30 mL。
- 6.4 碘量瓶:500 mL。

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 °C~55 °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 2 g~5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于干燥的 4 号砂芯坩埚中,用 100 mL 无水乙醇分多次浸
泡后抽滤,再用 100 mL 丙酮分多次洗涤滤渣,静置使砂芯坩埚中的乙醇和丙酮基本挥发。
- 8.2 换上另一抽滤瓶,用 200 mL 热水多次浸泡、洗涤 8.1 的滤渣,滤液和洗液一并收集到抽滤瓶中,滤
渣留用。
- 8.3 将 8.2 抽滤瓶中滤液转移至 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 氯化钡,用氢氧化钠和盐酸调节溶液
pH 4.0,加入 50 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,静置 30 min,换另一砂芯坩埚抽滤,并多次用水洗涤。
- 8.4 将 8.3 中的滤渣转移到 300 mL 烧杯中,用盐酸溶解,过滤并多次用水洗涤,滤液和洗液转移至
500 mL 容量瓶中,摇匀后定容,标记为滤液 A。
- 8.5 将 8.2 中滤渣转移至 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠和 25 mL EDTA,浸泡 30 min 后,换上
抽滤瓶抽滤,用水多次洗涤,洗液和滤液一并转移至 500 mL 容量瓶中,摇匀后定容,标记为滤液 B。
- 8.6 量取 50 mL±0.05 mL 的滤液 A 于 500 mL 碘量瓶中,加入 2 g 碘化钾,摇匀,避光静置 10 min。
再加入 100 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,当溶液颜色变得较浅时,加入 5 mL 淀粉指示液,
当溶液由黑色突变为亮绿即为终点,记录所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数(V_1)。
- 8.7 量取 50 mL±0.05 mL 的滤液 B 于 500 mL 碘量瓶中,用盐酸调节试验溶液 pH 3.0~pH 5.0,加入

2 g 碘化钾, 摆匀, 避光下静置 10 min。再加入 100 mL 水, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 至溶液颜色变得较浅时, 加入 5 mL 淀粉指示液, 继续滴定至溶液由黑色突变成紫红色即为终点, 记录所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数(V_2)。

9 结果计算

9.1 滤液 A 中重铬酸盐含量以重铬酸根离子的质量分数 w_A 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_A = \frac{(V_1/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

V_1 ——试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——重铬酸根离子(以 $1/6 \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);[$M=35.988$];

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

50 ——所量取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

500——试验溶液定容的体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.2 滤液 B 中重铬酸盐含量以重铬酸根离子的质量分数 w_B 计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$w_B = \frac{(V_2/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

V_2 ——试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——重铬酸根离子(以 $1/6 \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);[$M=35.988$];

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

50 ——所量取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

500——试验溶液定容的体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.3 重铬酸盐含量以重铬酸根离子的质量分数 w 计, 数值以%表示, 按式(3)计算:

9.4 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	0.5
1~10	0.1
<1	0.05

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2部分：重铬酸盐含量的测定

SN/T 1732.2—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 · 2-27911 定价 14.00 元



SN/T 1732.2-2014