



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.5—2014
代替 SN/T 1732.5—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 5 部分：钛含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 5: Determination of titanium 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 5 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 1732.5—2006《烟花爆竹用烟火药剂 第 5 部分：钛含量的测定》，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钛含量的测定”修改为“本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钛含量大于 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：吴俊逸、肖焕新、颜家坤。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.5—2006。

烟花爆竹用烟火药剂

第5部分：钛含量的测定

警告：使用本部分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钛含量测定的方法。
本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钛含量大于 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

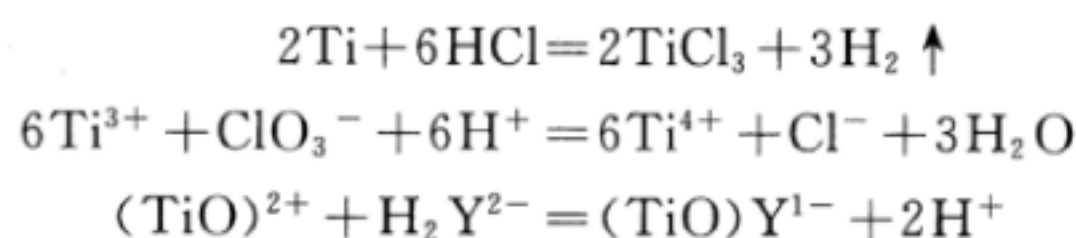
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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、过滤后用盐酸溶解滤渣中的钛粉，过滤，用氯酸钾把溶液中的三价钛离子氧化成四价钛离子后，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定法在 pH6.0 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。
- 4.4 盐酸。

- 4.5 硝酸(1+5)。
- 4.6 氨水(1+3)。
- 4.7 氟化铵溶液(10%)。
- 4.8 氯酸钾溶液(10%)。
- 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(pH 6.0)：取 400 mL 氢氧化钠溶液，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 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 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。
- 4.13 二甲酚橙指示液(0.5%)。

5 仪器

- 5.1 隔水式防爆烘箱：精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 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 $50^\circ\text{C}\sim 55^\circ\text{C}$ 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，置于干燥的 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，静置 10 min，待其冷却至室温后经滤纸过滤，用蒸馏水多次洗涤，滤渣连同滤纸一并放入 7.1 中的烧杯中。
- 7.3 向 7.1 装有滤渣的 300 mL 烧杯中加 50 mL 盐酸，将烧杯放在电炉上微沸 90 min，在煮沸过程中不断加适量盐酸以保证溶液不被蒸干。待其稍冷却后用新滤纸过滤至 500 mL 的容量瓶中，用蒸馏水多次洗涤。
- 7.4 向 7.3 中的容量瓶中加入 30 mL~50 mL 氯酸钾溶液至溶液呈淡黄绿色，定容至 500 mL，充分摇匀。
- 7.5 从容量瓶中量取两份 $20 \text{ mL}\pm 0.05 \text{ mL}$ 试液分别置于两个 300 mL 三角烧瓶中。
- 7.6 一份试液中加入 $25 \text{ mL}\pm 0.05 \text{ mL}$ EDTA 标准滴定溶液，充分摇匀，用氨水调溶液 pH 6.0，加 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液和 5 滴二甲酚橙指示剂，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，记下突变时所耗氯化锌标准滴定溶液的体积数(V_1)。
- 7.7 另一份试液中先加入 10 mL 氟化铵溶液，摇匀后静置 3 min，再加入 $25 \text{ mL}\pm 0.05 \text{ mL}$ EDTA 标准滴定溶液，用稀氨水调溶液 pH 6，加 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液和 5 滴二甲酚橙指示液，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，记下突变时所

耗氯化锌标准滴定溶液的体积数(V_0)。

8 结果计算

钛含量以钛单质(Ti)的质量百分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- c ——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_0 ——加有氟化铵的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 ——未加氟化铵的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);
- M ——钛的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=47.867$);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- 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	0.5
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 5 部分：钛含量的测定

SN/T 1732.5—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 • 2-27915 定价 14.00 元



SN/T 1732.5-2014