

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.8—2014
代替 SN/T 1732.8—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 8 部分：钠含量的测定

**Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 8:Determination of sodium 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 8 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 1732.8—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”；
- “结果计算”中公式只保留“式(1)”，只应用标准曲线范围内；
- 仪器工作参考条件修改为“赛默飞世尔公司 M6 型原子吸收光谱仪参考条件”。

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：肖焕新、黄玉龙、商杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.8—2006。

烟花爆竹用烟火药剂 第 8 部分: 钠含量的测定

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钠含量测定的方法。

本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中钠含量的测定。

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

试料经适当预处理后,用硫酸溶解,以钠空心阴极灯做发射光源,用原子吸收光谱仪在波长 330.2 nm 处测定钠的含量。

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 硫酸。

4.4 盐酸(1+1)。

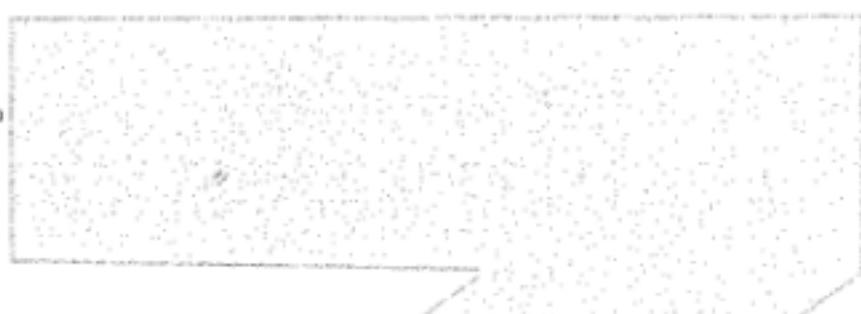
4.5 钠标准溶液(1 mg/mL):称取 2.540 0 g 于 500 ℃~600 ℃下灼烧至恒重的基准氯化钠,精确至 0.1 mg,溶于水,移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于聚乙烯瓶中。

4.6 钠标准溶液(10 μg/mL):吸取钠标准溶液(4.5)10.00 mL±0.02 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

实验室常用仪器和以下装置：

- 5.1 隔水式防爆烘箱：精度为±2 °C。
- 5.2 原子吸收光谱仪：带有背景扣除装置，钠空心阴极灯。
- 5.3 4号砂芯坩埚：30 mL。
- 5.4 抽滤装置。
- 5.5 聚四氟乙烯烧杯：500 mL。
- 5.6 聚四氟乙烯棒。
- 5.7 分析天平：精度为0.01 mg。



6 试样的制备

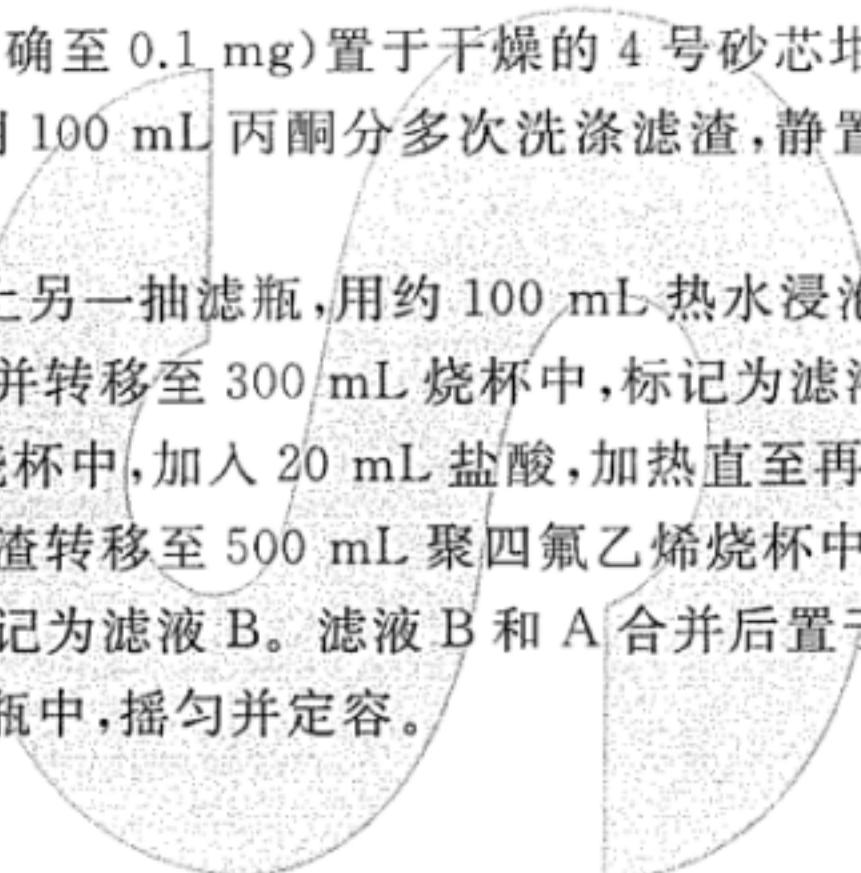
- 6.1 按照GB/T 15813—1995中的第3章和第4章规定制备试样。
- 6.2 试样在5.1中规定的隔水式防爆烘箱中于50 °C~55 °C干燥4 h后，置于干燥器内冷却至室温。



7 分析步骤

7.1 试液的制备

- 7.1.1 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无水乙醇分多次加入砂芯坩埚中浸泡，抽滤，再用100 mL丙酮分多次洗涤滤渣，静置使砂芯坩埚中的无水乙醇和丙酮基本挥发。
- 7.1.2 用7.1.1的抽滤装置，换上另一抽滤瓶，用约100 mL热水浸泡、分多次洗涤砂芯坩埚，并用水多次洗涤抽滤瓶，将洗液和滤液一并转移至300 mL烧杯中，标记为滤液A。
- 7.1.3 将滤渣转移至300 mL烧杯中，加入20 mL盐酸，加热直至再滴加几滴盐酸无气泡产生为止，冷却后抽滤，用水多次洗涤。将滤渣转移至500 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入30 mL硫酸加热60 min，换上一抽滤瓶抽滤，洗液和滤液标记为滤液B。滤液B和A合并后置于一干净的500 mL烧杯中，蒸发浓缩，冷却后转移到100 mL容量瓶中，摇匀并定容。



7.2 空白溶液的制备

按7.1步骤制备空白溶液。

7.3 标准曲线的绘制

- 7.3.1 系列标准溶液的制备：按表1所列的体积数，将钠标准溶液（4.6）分别加到五个100 mL的容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。

系列标准溶液应现用现配。

表1 标准溶液的配制

钠标准溶液的体积/mL	溶液中钠含量/(μg/mL)
0	0
10	1.00

表 1(续)

钠标准溶液的体积/mL	溶液中钠含量/($\mu\text{g}/\text{mL}$)
20	2.00
40	4.00
80	8.00

注：根据仪器的灵敏度来选择钠系列标准溶液的浓度范围。

7.3.2 系列标准溶液吸光度的测定：启动原子吸收光谱仪，使仪器运行充分稳定，在波长 330.2 nm 处选择仪器最佳测试条件（参见附录 A）。

按顺序吸入钠标准溶液，测定其吸光度。测定标准溶液、空白溶液时，吸液速度应保持恒定。每测一次，须吸水清洗燃烧器。

7.3.3 绘制标准曲线：以钠标准溶液的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标，以相应的经过空白校正过的钠标准溶液的吸光度为纵坐标作图，即得标准曲线。

7.4 试液吸光度的测定

7.4.1 按 7.3.2 确定的测试条件，每种试验溶液测两次，在相同条件下做空白试验。

7.4.2 如果试验溶液的吸光度大于钠标准溶液的最大吸光度，可用水适当稀释，使试验溶液的吸光度落在标准曲线的线性范围内，然后再测其吸光度。

8 结果计算

钠含量以钠的质量分数(w_1)计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{[(\rho_t - \rho_b)/1\,000\,000] \times 100}{m} \times 100 \times f \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ_t ——从标准曲线中读出的试验溶液中钠浓度的数值，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

ρ_b ——从标准曲线中读出的空白溶液中钠浓度的数值，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

100 ——试验溶液定容的体积的数值，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

f ——稀释系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数。

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 2。

表 2 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	0.2

表 2 (续)

%

含量范围	允许差
0.1~1	0.1
<0.1	0.05

附录 A
(资料性附录)
赛默飞世尔 M6 型原子吸收光谱仪工作条件

工作参数	波长 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
钠	330.2	7.0	7.0	15.0	1.2

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8部分：钠含量的测定

SN/T 1732.8—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 0.75 字数 9千字

2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

印数 1—1 300

*

书号: 155066·2-27917 定价 16.00 元



SN/T 1732.8-2014