

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.1—2011

烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第 1 部分：苯二甲酸氢钾

Determination of essential parameters of chemical raw materials for use
in fireworks and firecrackers—Part 1: Potassium hydrogen phthalate

2011-09-09 发布

2012-04-01 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 3056《烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定》系列标准共分为 15 个部分：

- 第 1 部分：苯二甲酸氢钾；
- 第 2 部分：氟硅酸钠；
- 第 3 部分：红丹；
- 第 4 部分：碱式碳酸铜；
- 第 5 部分：硫磺；
- 第 6 部分：硫酸锶；
- 第 7 部分：硫酸铜；
- 第 8 部分：氯酸钾；
- 第 9 部分：碳酸氢钠；
- 第 10 部分：碳酸锶；
- 第 11 部分：铁粉；
- 第 12 部分：硝酸钡；
- 第 13 部分：硝酸银；
- 第 14 部分：氧化铋；
- 第 15 部分：重铬酸钾。

本部分为 SN/T 3056 的第 1 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：中华人民共和国广西出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：商杰、严春、肖焕新。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定

第 1 部分: 苯二甲酸氢钾

1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用苯二甲酸氢钾中水不溶物含量的测定方法、盐酸不溶物含量的测定方法、碱不溶物含量的测定方法、苯二甲酸含量的测定方法、苯二甲酸氢钾含量的测定方法、水分含量的测定方法、pH 值的测定方法、吸湿率的测定方法、细度的测定方法。

本部分适用于烟花爆竹用苯二甲酸氢钾中水不溶物含量的测定、盐酸不溶物含量的测定、碱不溶物含量的测定、苯二甲酸含量的测定、苯二甲酸氢钾含量的测定、水分含量的测定、pH 值的测定、吸湿率的测定、细度的测定等。

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 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 试验方法

3.1 试样的干燥

试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 3 h,转入干燥器中冷却备用。干燥后试样供除了水分、细度外项目检测用。

3.2 水不溶物含量的测定

3.2.1 原理

试料溶于水后过滤,干燥不溶物后称重。

3.2.2 仪器

3.2.2.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.2.2.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.2.2.3 4 号砂芯坩埚:容积 30 mL。用水充分抽吸洗净后,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 3 h,在干燥器中冷却。

3.2.2.4 抽滤装置。

3.2.3 分析步骤

3.2.3.1 称取试样约 5 g,精确到 0.1 mg,溶于 300 mL 水,加热并保持微沸 5 min。

3.2.3.2 将已称量的砂芯坩埚装在抽滤装置上,将 3.2.3.1 所得试液倒入砂芯坩埚中进行抽滤。烧杯壁附着物质用水洗下,再用温水洗净。

3.2.3.3 将砂芯坩埚在 105℃±2℃下烘干 3 h。取出并置于干燥器中,冷却至室温后称量。平行测定两份试料,取其平均值。

3.2.4 结果计算

水不溶物的质量分数以 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——砂芯坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.2.5 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1%。

3.3 水分含量的测定

3.3.1 原理

试料干燥后,由其减量测定水分含量。

3.3.2 仪器

- 3.3.2.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 105℃±2℃。
- 3.3.2.2 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 3.3.2.3 称量瓶:φ60 mm×35 mm。

3.3.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于已干燥恒重的称量瓶中,尽可能将试样均匀布满称量瓶底部,取下塞子,将称量瓶及塞子于 105℃干燥 3 h,转入干燥器,冷却至室温,称量。

3.3.4 结果计算

水分的质量分数以 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.3.5 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1%。

3.4 pH 值的测定

3.4.1 原理

一定温度下用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

3.4.2 仪器

3.4.2.1 pH 计:精度为 0.1。

3.4.2.2 天平:精度为 0.1 g。

3.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.1 g,溶于约 80 mL 沸水中,并稀释至 100 mL。冷却至 20℃,按照 pH 计使用说明书测定试液的 pH 值。取两次平行测定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一位小数。

3.4.4 允许差

重复性条件所得两个单次分析值不大于 0.2 pH 单位。

3.5 吸湿率的测定

3.5.1 原理

在规定温度下和规定湿度下测定试料的吸湿量。

3.5.2 试剂

硝酸钾饱和溶液:称取约 440 g 硝酸钾,溶于 500 mL 水中,放置 24 h 后将此溶液转移至干燥器内。

3.5.3 仪器

3.5.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.5.3.2 称量瓶:φ60 mm×35 mm。

3.5.3.3 恒温装置,可控温度 20℃±2℃。

3.5.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.1 mg,置于称量瓶中,将称量瓶放在盛有硝酸钾饱和溶液的干燥器内,取下称量瓶盖,一并放在恒温装置中 20℃下放置 24 h,用绸布擦去称量瓶和瓶盖上的水分后称重。

3.5.5 结果计算

吸湿率以吸湿量的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_0 ——吸湿前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——吸湿后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.5.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1%。

3.6 细度的测定

3.6.1 原理

在相对湿度不大于 85% 下,将试料置于规定孔径的试验筛中,借助于震动,以通过筛网的部分试料的质量分数表示细度。

3.6.2 仪器

3.6.2.1 天平:精度为 0.01 g。

3.6.2.2 振筛机:振动次数(150±10)次/min,最大振幅 3 mm。

3.6.2.3 试验筛:符合 GB/T 6003.1 的要求。

3.6.3 分析步骤

3.6.3.1 称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于清洁的规定试验筛上,把试验筛放在振筛机上(若筛网上有粉球,可用中楷毛笔轻按,使其松散),开启振筛机至无试料通过试验筛为止,将筛下物移至已知质量的干燥的表面皿中,称量。

3.6.3.2 试验结束应用清水对试验筛进行冲洗,保持试验筛的清洁干燥。

3.6.3.3 视试验次数多少应定期对试验筛筛孔尺寸用显微镜检测,若发现筛孔尺寸超过 GB/T 6003.1 的要求及筛孔变形、筛网破损,应及时更换试验筛。

3.6.4 结果计算

细度以通过筛网的部分试料的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——筛下物及表面皿的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——表面皿的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,若两次结果绝对误差大于 0.5% 时(若筛下物小于 95% 时可放至 1.0%),应再做一次试验,取两次相近结果的算术平均值作为最终结果,按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第一位小数。

3.7 盐酸不溶物含量的测定

3.7.1 原理

试料溶于盐酸后过滤,干燥不溶物后称重。

3.7.2 试剂

盐酸。

3.7.3 仪器

3.7.3.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 105℃±2℃。

3.7.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.7.3.3 4 号砂芯坩埚:容积 30 mL。用盐酸充分抽吸洗净后,在 105 °C 下干燥 3 h,冷却备用。

3.7.3.4 抽滤装置。

3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 称取试样约 5 g,精确到 0.1 mg,溶于 100 mL 盐酸,再加水 200 mL,加热至溶解。

3.7.4.2 将已称量的砂芯坩埚装在抽滤装置上,将 3.7.4.1 所得试液倒入砂芯坩埚中进行抽滤。烧杯壁附着物质用水洗下,再用温水洗净。

3.7.4.3 将砂芯坩埚在 105 °C ± 2 °C 下烘干 3 h。取出并置于干燥器中,冷却至室温后称量。平行测定两份试料,取其平均值。

3.7.5 结果计算

盐酸不溶物的质量分数以 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——砂芯坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.7.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1 %。

3.8 碱不溶物含量的测定

3.8.1 原理

试料溶于氢氧化钠溶液后过滤,干燥不溶物后称重。

3.8.2 试剂

氢氧化钠溶液:称取 100 g 氢氧化钠,精确到 0.1 g,溶于水中,稀释至 1 000 mL 备用。

3.8.3 仪器

3.8.3.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 105 °C ± 2 °C。

3.8.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.8.3.3 4 号砂芯坩埚:容积 30 mL。用氢氧化钠溶液充分抽吸洗净后,在 105 °C 下干燥 3 h,在干燥器中冷却。

3.8.3.4 抽滤装置。

3.8.4 分析步骤

3.8.4.1 称取试样约 5 g,精确到 0.1 mg,溶于 300 mL 氢氧化钠溶液,加热至溶解。

3.8.4.2 将已称量的砂芯坩埚装在抽滤装置上,将 3.8.4.1 所得试液倒入砂芯坩埚中进行抽滤。烧杯壁附着物质用水洗下,再用温水洗净。

3.8.4.3 将砂芯坩埚在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干 3 h。取出并置于干燥器中,冷却至室温后称量。平行测定两份试料,取其平均值。

3.8.5 结果计算

碱不溶物的质量分数以 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——砂芯坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.8.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1%。

3.9 苯二甲酸含量的测定

3.9.1 原理

苯二甲酸不溶于水而苯二甲酸盐溶于水,通过水不溶物含量和碱不溶物含量得到苯二甲酸含量。

3.9.2 结果计算

苯二甲酸含量以苯二甲酸($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$)的质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = w_1 - w_6 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

w_1 ——水不溶物的质量分数;

w_6 ——氢氧化钠不溶物的质量分数。

所得结果按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数,允许差为 0.2%。

3.10 苯二甲酸氢钾含量的测定

3.10.1 原理

苯二甲酸不溶于水而苯二甲酸盐溶于水,通过盐酸不溶物含量和水不溶物含量可计算得到苯二甲酸氢钾含量。

3.10.2 结果计算

苯二甲酸氢钾含量以苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(w_5 - w_1)M_1}{M_2} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

w_1 ——水不溶物的质量分数;

w_5 ——盐酸不溶物的质量分数;

M_1 ——苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M_1=204.23$);

M_2 ——苯二甲酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M_2=166.23$)。

所得结果按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数,允许差为 0.2%。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定
第 1 部分：苯二甲酸氢钾

SN/T 3056.1—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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 15 千字
2012 年 2 月第一版 2012 年 2 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号：155066·2-22890 定价 16.00 元



SN/T 3056.1—2011