

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.15—2011

### 烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第 15 部分：重铬酸钾

Determination of essential parameters of chemical raw materials for use  
in fireworks and firecrackers—Part 15: Potassium dichromate

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 15 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：严春、吴俊逸、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 15 部分:重铬酸钾

### 1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用重铬酸钾中重铬酸根的测定方法、水不溶物的测定方法、水分的测定方法、铁含量的测定方法、细度的测定方法。

本部分适用于烟花爆竹用重铬酸钾中重铬酸根的测定、水不溶物的测定、水分的测定、铁含量的测定、细度的测定。

### 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 6003.1 金属丝编织网试验筛

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

### 3 测定

#### 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。干燥后的试样供水分以外的项目检测使用。

#### 3.2 水分含量的测定

##### 3.2.1 原理

试料在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  下烘干,称其烘干前后的质量差值即为试料中的水分。

##### 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 称量瓶: $\phi 60\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ 。

##### 3.2.3 分析步骤

3.2.3.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥恒重的称量瓶中。

3.2.3.2 将称量瓶置于烘箱中,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的条件下烘干 2 h,置于普通干燥器中冷却至室温后取出称量。

3.2.3.3 平行测定两份试料,取其平均值。



3.2.4 结果计算

水分的质量分数以  $w_1$  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:

- $m_1$ ——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三位小数。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 0.05%。

3.3 水不溶物含量的测定

3.3.1 原理

称取一定量的试料经用水溶解后过滤,滤渣在 105℃ 的条件下烘干,称其质量即为试料中水不溶物的质量。

3.3.2 试剂

使用 GB/T 6682 中规定的至少 3 级的水。

3.3.3 仪器

- 3.3.3.1 电热鼓风干燥箱烘箱:可控温度 105℃±2℃。
- 3.3.3.2 分析天平:精度为 0.01 mg。
- 3.3.3.3 4 号砂芯坩埚,30 mL。
- 3.3.3.4 抽滤装置。

3.3.4 分析步骤

- 3.3.4.1 称取试料约 10 g,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中。
- 3.3.4.2 向烧杯中加入 200 mL 水,加热煮沸,保持微沸 5 min。
- 3.3.4.3 稍微冷却后用已干燥恒重的砂芯坩埚过滤,用水洗涤至无明显黄色,再用 50 mL 水洗涤,将砂芯坩埚连同滤渣一并置于烘箱中,在 105℃±2℃ 的条件下干燥 3 h。取出,置于干燥器中,冷却至室温后取出称量。
- 3.3.4.4 平行测定两份试料,取其平均值。

3.3.5 结果计算

水不溶物的质量分数以  $w_2$  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:

- $m_1$ ——砂芯坩埚和水不溶物质量的数值,单位为克(g);



$m_2$ ——砂芯坩埚质量的数值,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。

3.3.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

水不溶物含量/%	允许差/%
≤1	0.05
>1	0.1

3.4 pH 值的测定

3.4.1 原理

用 pH 计在 20℃ 时测定试验溶液的 pH 值。

3.4.2 仪器

- 3.4.2.1 pH 计:pH 精度为 0.1。
- 3.4.2.2 分析天平:精度为 0.1 g。

3.4.3 分析步骤

- 3.4.3.1 称取试样约 5 g,精确到 0.1 mg,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热煮沸 10 min,冷却至 20℃,用酸度计测定试液的 pH 值。
- 3.4.3.2 平行测定两份试料,取其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,取平行测定的算术平均值作为测定结果。

3.5 细度的测定

3.5.1 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,以通过筛网的试料的质量占原试料质量的质量分数表示细度。

3.5.2 仪器

- 3.5.2.1 天平:精度为 0.01 g。
- 3.5.2.2 振筛机:振动次数(150±10)次/min,最大振幅 3 mm。
- 3.5.2.3 试验筛:符合 GB/T 6003.1 的要求。



### 3.5.3 分析步骤

3.5.3.1 称取约 50 g 试样,精确到 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。

3.5.3.2 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。

3.5.3.3 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。

### 3.5.4 结果计算

细度以通过筛网的部分试料的质量分数  $w_3$  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:

$m_1$ ——通过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)。

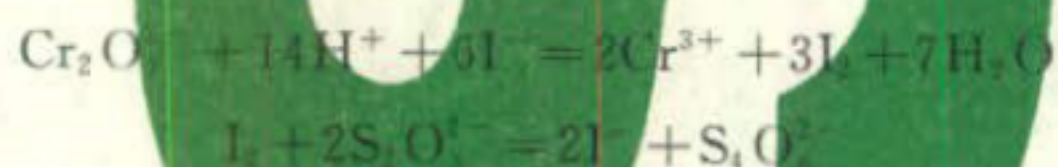
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,若两次结果绝对误差大于 0.5 % 时(若筛下物小于 95 % 时可放至 1.0 %),应再做一次试验,取两次相近结果的算术平均值作为最终结果,按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第一位小数。

## 3.6 重铬酸根含量的测定

### 3.6.1 原理

试料用水溶解后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定重铬酸根离子。

### 3.6.2 反应式



### 3.6.3 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。

3.6.3.1 碘化钾。

3.6.3.2 冰乙酸。

3.6.3.3 盐酸(1+5)。

3.6.3.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.0):称取 54.4 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),精确到 0.1 g,溶于水,加 92 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

3.6.3.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]:配制和标定按 GB/T 601 执行。

3.6.3.6 淀粉指示液(1%)。

### 3.6.4 分析步骤

称取 0.15 g 样品,精确到 0.1 mg,置于碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加入 2 g 碘化钾和 20 mL 硫酸溶液,摇匀,于暗处放置 10 min。加 150 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加 1 mL 淀



粉指示液,继续滴定至溶液变为亮绿色。同时做空白试验。

重铬酸根的含量以重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ )的质量分数  $w_4$  表示,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V_1 - V_0)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$V_0$ ——空白试验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);

$V_1$ ——试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);

$M$ ——重铬酸钾(以  $1/6Cr_2O_7^{2-}$  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)。

### 3.6.5 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为0.5%。

## 3.7 铁含量的测定

### 3.7.1 原理

试料溶解后使铁离子全部以三价形式存在,试液在 pH2.0 时以 1% 磺基水杨酸指示液用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定至米黄色,并保持 30 s。



### 3.7.2 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。

3.7.2.1 盐酸(1+1)。

3.7.2.2 盐酸(1+4)。

3.7.2.3 氨水(1+4)。

3.7.2.4 氯酸钾溶液:10%水溶液。

3.7.2.5 盐酸缓冲溶液(pH2.0):量取 0.8 mL 浓盐酸,缓慢滴加至盛有 1 000 mL 水的烧杯中,直至用 pH 计测其 pH 值为 2.0,混匀。

3.7.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液 [ $c(EDTA) = 0.02 \text{ mol/L}$ ]:配制与标定按 GB/T 601 执行。

3.7.2.7 磺基水杨酸指示液(1%)。

3.7.2.8 硫氰酸铵溶液(10%)。

### 3.7.3 仪器

3.7.3.1 恒温水浴锅:可控温度  $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

3.7.3.2 pH 计:pH 精度为 0.1。

3.7.3.3 分析天平:精度为 0.1 mg。

### 3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于干燥的 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水溶解,加热至微



沸,过滤,用水洗涤滤纸至白色,将滤纸和不溶物转移至 500 mL 烧杯中,加入 150 mL 盐酸(3.7.2.2),加热煮沸,保持微沸 60 min。趁热用漏斗经滤纸过滤到 500 mL 容量瓶中,水洗滤渣至中性,向容量瓶中加入 40 mL 氯酸钾溶液,冷却后摇匀,定容。

3.7.4.2 从 3.7.4.1 的容量瓶中量取 10 mL 试液于试管中,加入 10 滴硫氰酸铵溶液,振荡,若无血红色出现,则铁含量为零。

3.7.4.3 从 3.7.4.1 的容量瓶中量取 50 mL±0.05 mL 的试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加水 20 mL,充分振荡后用氨水和盐酸(3.7.2.1)调节溶液 pH2.0~pH2.5,加 30 mL 盐酸缓冲溶液,在恒温水浴锅中加热至 60℃~70℃后滴加 8 滴~10 滴磺基水杨酸指示液,趁热用 EDTA 标准滴定溶液滴定至呈米黄色保持 30 s 即为终点,记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.7.5 结果计算

铁的含量以铁(Fe)的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(V/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- V ——试液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=55.845);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- 50 ——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。

3.7.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

铁含量/%	允许差/%
≤1	0.05
>1	0.1







中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定  
第 15 部分:重铬酸钾

SN/T 3056.15—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](http://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 13 千字

2012 年 3 月第一版 2012 年 3 月第一次印刷

印数 1—1 600

\*

书号: 155066 • 2-22931 定价 16.00 元



SN/T 3056.15-2011