

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.2—2011

### 烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第2部分：氟硅酸钠

Determination of essential parameters of chemical raw materials for use  
in fireworks and firecracker—Part 2: Sodium hexafluorosilicate

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 2 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、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2部分：氟硅酸钠

#### 1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用氟硅酸钠中氟硅酸钠纯度的测定方法、氯化物含量的测定方法、游离酸含量的测定方法、铁含量的测定方法、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氟硅酸钠中氟硅酸钠纯度的测定、氯化物含量的测定、游离酸含量的测定、铁含量的测定、水分含量的测定、pH 值的测定、吸湿率的测定、细度的测定。

#### 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 3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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 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 水分含量的测定

###### 3.2.1 原理

试料干燥后，由其减量测定水分含量。

###### 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

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  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 3 h，转入干燥器，冷却至室温，称量。



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 pH 值的测定

3.3.1 原理

一定温度下用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

3.3.2 仪器

- 3.3.2.1 pH 计:精度为 0.1。
- 3.3.2.2 天平:精度为 0.1 g。

3.3.3 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。

3.3.4 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。

3.4 吸湿率的测定

3.4.1 原理

在规定温度下和规定湿度下测定试料的吸湿量。

3.4.2 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。

3.4.3 仪器

- 3.4.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 3.4.3.2 称量瓶:φ60 mm×35 mm。
- 3.4.3.3 恒温装置,可控温度 20℃±2℃。



### 3.4.4 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。

### 3.4.5 结果计算

吸湿率以吸湿量的质量分数  $w_2$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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,按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数。

### 3.4.6 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%。

## 3.5 细度的测定(粉状氟硅酸钠)

### 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,以通过筛网的部分占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。

3.5.3.2 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占试料质量的质量分数  $w_3$  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:

$m_1$ ——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。

3.6 氟硅酸钠纯度的测定

3.6.1 原理

在沸水中使氟硅酸钠溶解,生成氢氟酸。以酚酞作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,测得氟硅酸钠的含量。



3.6.2 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 级的水且不含二氧化碳。

3.6.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ ]: 配制与标定按 GB/T 601 规定的方法执行。

3.6.2.2 酚酞指示液: 1g/L 乙醇溶液。

3.6.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.1 mg,置于 500 mL 三角烧瓶中,加入 200 mL 水。加热到约 80 °C 时溶解试样,冷却至室温后加入 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。

3.6.4 结果计算

纯度以氟硅酸钠( $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ )的质量分数  $w_4$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V_2/1\,000) \times M_1}{m} \times 100 - \frac{M_2 w_7}{M_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$V$  ——试液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M_1$  ——氟硅酸钠(以  $\frac{1}{4}\text{Na}_2\text{SiF}_6$  计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_1=47.015$ );

$w_7$  ——游离酸的质量分数;

$M_2$  ——游离酸(以 HCl 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_2=36.460\,9$ );

$m$  ——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 氯化物含量的测定

3.7.1 原理

在微酸性介质中,试液中加入过量的硝酸银溶液生成难溶的氯化银,以硫酸铁铵为指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的银。



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 硝酸(1+2)。

3.7.2.2 硝酸银溶液:称取 17.5 g 硝酸银,精确至 0.1 g,溶于 1 000 mL 水中,溶解后贮于棕色瓶中。

3.7.2.3 硫氰酸铵标准滴定溶液[ $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1\text{ mol/L}$ ]:配制与标定按 GB/T 601 规定的方法执行。

3.7.2.4 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

3.7.3 仪器

3.7.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.7.3.2 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 称取约 20 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 250 mL 三角烧瓶中,加入 80 mL 水溶解,加入 5 mL 硝酸,摇匀。

3.7.4.2 向试液中用移液管移入 20 mL $\pm$ 0.05 mL 硝酸银溶液,加 3 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液呈浅红棕色,记录所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积( $V_1$ ),同时作空白试验,记录所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积( $V_0$ )。

3.7.5 结果计算

氯化物含量以氯离子( $\text{Cl}^-$ )的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_1 - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$V_1$ ——试液所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——氯离子的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=35.453$ );

$m$ ——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

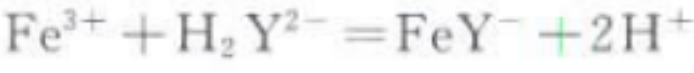
在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.05%。

3.8 铁含量的测定

3.8.1 络合滴定法

3.8.1.1 原理

试料溶解后,试液在 pH2.0~pH2.5 下用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定。





3.8.1.2 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 级水。

3.8.1.2.1 氢氟酸。

3.8.1.2.2 硫酸。

3.8.1.2.3 盐酸(1+4)。

3.8.1.2.4 氨水(1+4)。

3.8.1.2.5 盐酸缓冲溶液(pH2.0):量取 0.8 mL 浓盐酸,缓慢加入烧杯中,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

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

3.8.1.2.7 磺基水杨酸指示液(1%)。

3.8.1.3 仪器

3.8.1.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.8.1.3.2 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

3.8.1.3.3 恒温水浴锅:精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

3.8.1.3.4 pH 计:精度为 0.1。

3.8.1.4 分析步骤

3.8.1.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 300 mL 烧杯中,加氢氟酸和硫酸溶解,煮沸。

3.8.1.4.2 过滤至 500 mL 三角烧瓶中,加水 20 mL,充分振荡后用氨水和盐酸调节溶液至 pH2.0~pH2.5,加 30 mL 盐酸缓冲溶液,在恒温水浴锅中加热至  $60^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$  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溶液呈米黄色并保持 30 s,记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.8.1.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_{\text{Fe}}$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

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)。

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。

3.8.1.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.05%。

3.8.2 分光光度法

按 GB/T 3049 的有关规定执行。



### 3.9 游离酸含量的测定

#### 3.9.1 原理

在有氯化钾存在和 0℃ 条件下,以溴百里香酚蓝作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,测得游离酸含量。

#### 3.9.2 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 级的水且不含二氧化碳。

##### 3.9.2.1 氯化钾。

3.9.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]: 配制与标定按 GB/T 601 规定的方法执行。

3.9.2.3 溴百里香酚蓝指示液: 1 g/L 乙醇溶液。

#### 3.9.3 仪器

3.9.3.1 冰箱。

3.9.3.2 分析天平: 精度为 0.1 mg。

3.9.3.3 微量滴定管: 分度值 0.02 mL。

#### 3.9.4 分析步骤

3.9.4.1 在 150 mL 三角烧瓶中加入 25 mL 水和 7 g 氯化钾,摇匀,放入冰箱中冷却至 0℃ (约 30 min)。

3.9.4.2 取出三角烧瓶,称取约 5 g 试样,精确至 0.1 mg,置于三角烧瓶中,再加入 4 滴溴百里香酚蓝指示液,搅拌后迅速用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色且 30 s 不褪即为终点,记录所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V)。

#### 3.9.5 结果计算

游离酸含量以盐酸(HCl)的质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V —— 试液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

M —— HCl 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), ( $M = 36.460\,9$ );

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。

#### 3.9.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.05%。



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 2 部分:氟硅酸钠  
SN/T 3056.2—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 15 千字  
2012 年 2 月第一版 2012 年 2 月第一次印刷  
印数 1—1 600



SN/T 3056.2-2011

书号: 155066 · 2-22891 定价 16.00 元