

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.4—2011

### 烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第4部分：碱式碳酸铜

Determination of essential parameters of chemical raw materials  
for use in fireworks and firecrackers—Part 4: Basic cupric carbonate

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施



中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 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 4 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：吴俊逸、商杰、肖焕新。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。



# 烟花爆竹用化工原料关键指标的测定

## 第 4 部分：碱式碳酸铜

### 1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用碱式碳酸铜中铜含量的测定方法、铁含量的测定方法、盐酸不溶物含量的测定方法、硫酸盐含量的测定方法和水分含量的测定方法。

本部分适用于烟花爆竹用碱式碳酸铜中铜含量的测定、铁含量的测定、盐酸不溶物含量的测定、硫酸盐含量的测定和水分含量的测定。

### 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 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-菲罗琳分光光度法
- 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
- HG/T 3696.1~3696.3 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液、杂质标准溶液和制剂及制品的制备

### 3 测定

#### 3.1 试样的干燥

试样在 105℃±2℃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 盐酸不溶物含量的测定

##### 3.2.1 原理

试料用盐酸溶解后过滤，干燥不溶物，称其质量。

##### 3.2.2 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。盐酸(1+1)。

##### 3.2.3 仪器

- 3.2.3.1 电热鼓风干燥箱：可控温度 105℃±2℃。
- 3.2.3.2 分析天平：精度为 0.1 mg。



3.2.3.3 4号砂芯坩埚:容积为30 mL。试验前坩埚用盐酸浸泡24 h后,用水洗至中性后在105℃的条件下干燥3 h,取出,置于干燥器中,冷却至室温后待用。

3.2.3.4 抽滤装置。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 称取约5 g经干燥过的试样,精确到0.1 mg,于500 mL烧杯中。

3.2.4.2 向烧杯中加入20 mL水,缓慢滴加盐酸,待其剧烈反应消退时缓慢加入150 mL盐酸,加热煮沸,保持微沸60 min。

3.2.4.3 稍微冷却后用已干燥恒重的砂芯坩埚过滤,并用水洗涤至中性,将砂芯坩埚连同滤渣一并置于烘箱中,在105℃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。

3.2.4.4 平行测定两份试料,取其平均值。

3.2.5 结果计算

盐酸不溶物的质量分数以 $w_1$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

$m_1$ ——砂芯坩埚和盐酸不溶物质量的数值,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。

3.2.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于下表所列允许差见表1。

表1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

盐酸不溶物含量/%	允许差/%
≤1	0.05
>1	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。

3.3.3 分析步骤

3.3.3.1 称取约5 g试样,精确到0.1 mg,于干燥恒重的称量瓶中。



3.3.3.2 将称量瓶置于烘箱中,在 105℃ 的条件下干燥 3 h。取出称量瓶置于干燥器中,冷却至室温后称量。

3.3.3.3 平行测定两份试料,取其平均值。

### 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)。

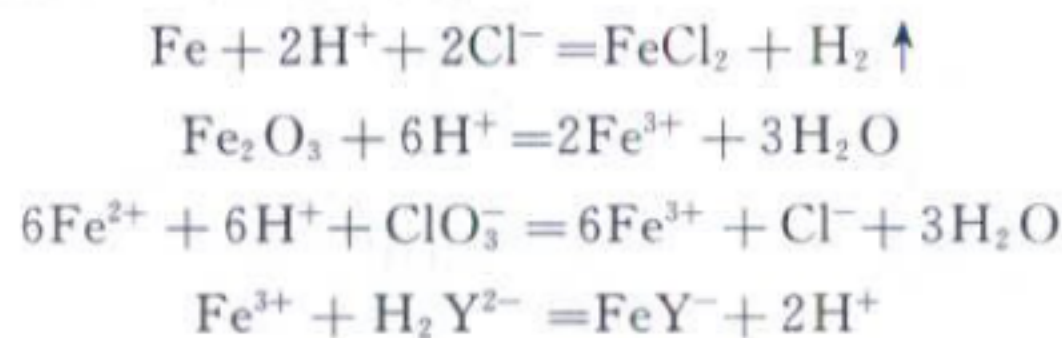
### 3.3.5 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.05%。

## 3.4 铁含量的测定

### 3.4.1 原理

试料溶解后用氯酸钾溶液把铁离子全部氧化成三价铁离子。在 pH2.0 时以 1% 磺基水杨酸为指示液用 EDTA 标准滴定溶液滴定至浅蓝色,并保持 30 s。



### 3.4.2 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。

3.4.2.1 盐酸(1+1)。

3.4.2.2 盐酸(1+5)。

3.4.2.3 氨水(1+1)。

3.4.2.4 氯酸钾溶液(10%)。

3.4.2.5 硫氰酸铵溶液(10%)。

3.4.2.6 盐酸缓冲溶液(pH2.0):量取 0.8 mL 浓盐酸,缓慢滴加入盛有 1 000 mL 水的烧杯中,边搅拌边用 pH 计测其 pH 值。

3.4.2.7 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 执行。

3.4.2.8 磺基水杨酸指示液(1%)。

### 3.4.3 仪器

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

3.4.3.2 pH 计:pH 精度为 0.1。

3.4.3.3 分析天平:精度为 0.1 mg。



3.4.4 分析步骤

- 3.4.4.1 称取经干燥过的试样约 5 g,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中,缓慢加入 150 mL 盐酸(3.4.2.1),加热煮沸,保持微沸 60 min。待其稍冷却后用滤纸过滤至 500 mL 容量瓶中,用水多次洗涤后加入 50 mL 氯酸钾溶液,摇匀后定容。
- 3.4.4.2 从容量瓶中量取 10 mL 试液于试管中,加入 10 滴硫氰酸铵溶液,充分振荡,若无血红色出现,则铁含量为零。
- 3.4.4.3 从容量瓶中量取 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(3.4.2.2)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溶液呈米黄色并保持 30 s 即为终点。记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.4.5 结果计算

铁的含量以单质铁(Fe)的质量分数  $w_3$  计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

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。

3.4.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于下表所列允许差见表 2。

表 2 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

铁含量/%	允许差/%
≤1	0.1
>1	0.3

3.4.7 其他方法

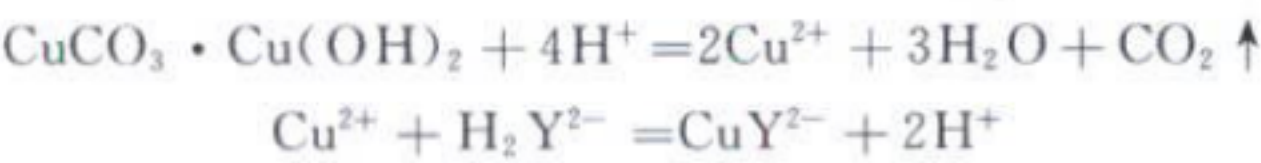
铁含量的测定亦可按照 GB/T 3049 执行。

3.5 铜含量的测定

3.5.1 原理

试料溶解后通过 EDTA 络合滴定法在 pH10.0 的条件下以 PAN 为指示液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定试液由黄色至蓝色即为终点,测得试液中铜离子和铁离子含量的总和后减去铁的量可得铜的量。





3.5.2 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。

- 3.5.2.1 盐酸(1+2)。
- 3.5.2.2 氨水。
- 3.5.2.3 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。
- 3.5.2.4 硫酸铜标准滴定溶液 $[c(\text{CuSO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}]$ 。配制与标定按 HG/T 3696.1~3696.3 执行。
- 3.5.2.5 PAN 指示液:0.2%乙醇溶液。

3.5.3 仪器

- 3.5.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 3.5.3.2 pH 计:精度为 0.1。

3.5.4 分析步骤

- 3.5.4.1 称取经干燥过的试样约 2 g,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中,缓慢加入 100 mL 盐酸,加热煮沸,保持微沸 15 min。待其稍冷却后用滤纸过滤至 500 mL 的容量瓶中,用蒸馏水多次洗涤,定容。
- 3.5.4.2 从容量瓶中量取  $20 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$  试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加  $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$  EDTA 标准滴定溶液,用氨水调溶液的 pH10.0,加 5 滴 PAN 指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液进行返滴定过量的 EDTA。滴定至溶液呈纯蓝色即为终点,记下所消耗  $\text{CuSO}_4$  标准滴定溶液的体积数(V)。

3.5.5 结果计算

铜含量以碱式碳酸铜 $[\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2]$ 的质量分数  $w_4$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{M_2[25c_1 - c_2V - mw_1/(500M_1/20)]/1\,000}{(20/500)m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $c_1$  ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $c_2$  ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V$  ——试液所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $M_1$  ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=55.845$ );
- $M_2$  ——碱式碳酸铜的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=221.11$ );
- $m$  ——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);
- 25 ——所量取的 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,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。

3.5.6 允许差

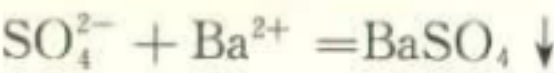
在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.5%。



3.6 硫酸盐含量的测定

3.6.1 原理

试料用水溶解,过滤,向滤液加入氯化钡溶液,静置后用砂芯坩埚抽滤,干燥后称重。



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。  
氯化钡溶液(20%)。

3.6.3 仪器

- 3.6.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 3.6.3.2 4 号砂芯坩埚:容积为 30 mL。使用前坩埚用盐酸浸泡 24 h 后,用水洗净后在 105 ℃ 的条件下干燥 3 h,取出,置于干燥器中,冷却至室温后待用。
- 3.6.3.3 抽滤装置。
- 3.6.3.4 电热鼓风干燥箱:可控温度 105 ℃ ± 2 ℃。

3.6.4 分析步骤

- 3.6.4.1 称取经干燥过的试样约 5 g,精确到 0.1 mg,于 300 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,煮沸 1 min,待其稍冷却后用滤纸过滤至另一 500 mL 烧杯中。
- 3.6.4.2 往 3.6.4.1 中的 500 mL 烧杯中加入 100 mL 氯化钡溶液,静置 60 min 后用已称准的砂芯坩埚抽滤,将砂芯坩埚连同滤渣一并置于烘箱中,在 105 ℃ 干燥 3 h。取出,置于干燥器中,冷却至室温后取出称量。
- 3.6.4.3 平行测定两份试料,取其平均值。

3.6.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)的质量分数 w<sub>5</sub> 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 0.4116 \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m<sub>1</sub> ——砂芯坩埚和硫酸钡沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m<sub>2</sub> ——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);
- 0.4116 ——硫酸根与硫酸钡的换算系数。

3.6.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于下表所列允许差见表 3。

表 3 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

硫酸盐含量/%	允许差/%
≤1	0.1
>1	0.3



3.7 细度的测定

3.7.1 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。

3.7.2 仪器

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

3.7.3 分析步骤

- 3.7.3.1 称取约 50 g 试样,精确至 0.1 mg,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。
- 3.7.3.2 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。
- 3.7.3.3 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。

3.7.4 结果计算

细度以质量分数  $w_6$  计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

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。

\_\_\_\_\_



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 4 部分:碱式碳酸铜

SN/T 3056.4—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 16 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:155066·2-22896 定价 16.00 元



SN/T 3056.4-2011