

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.6—2011

烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第6部分：硫酸锶

Determination of essential parameters of chemical raw materials for
use in fireworks and firecrackers—Part 6: Strontium sulphate

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 6 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6部分:硫酸锶

1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用硫酸锶中锶含量的测定方法、硫酸可溶物的测定方法、水分的测定方法、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硫酸锶中锶含量的测定、硫酸可溶物的测定、水分的测定、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 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:

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

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 硫酸可溶物含量的测定

3.3.1 原理

称取一定量的试料用硫酸浸泡后过滤,滤渣在 105 ℃ 的条件下烘干,称其质量,减少的部分即为硫酸可溶物的质量。

3.3.2 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。

- 3.3.2.1 硫酸(1+15)。
- 3.3.2.2 氯化钡溶液(1%)。

3.3.3 仪器

- 3.3.3.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 105 ℃ ± 2 ℃。
- 3.3.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 3.3.3.3 4 号砂芯坩埚:容积为 30 mL。在试验前将坩埚用硫酸浸泡 24 h,用水洗至中性后在 105 ℃ ± 2 ℃ 的条件下干燥 3 h,取出,置于干燥器中,冷却至室温后待用。
- 3.3.3.4 抽滤装置。

3.3.4 分析步骤

- 3.3.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 250 mL 烧杯中。
- 3.3.4.2 向烧杯中加入 150 mL 硫酸,加热至微沸,保持 10 min。
- 3.3.4.3 稍微冷却后用已干燥恒重的砂芯坩埚过滤,用水洗涤滤渣直至取 5 mL 洗液加入氯化钡溶液中无明显沉淀。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

硫酸可溶物的质量分数以 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

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

式中：
m₁——砂芯坩埚和硫酸不溶物质量的数值，单位为克(g)；
m₂——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 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

硫酸可溶物含量/%	允许差/%
≤1	0.05
>1	0.1

3.4 细度的测定

3.4.1 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。

3.4.2 仪器

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

3.4.3 分析步骤

- 3.4.3.1 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。
- 3.4.3.2 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。
- 3.4.3.3 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。

3.4.4 结果计算

细度以通过筛网的部分试料的质量分数 w₃ 计，数值以％表示，按式(3)计算：

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

式中：
m₁——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。

3.5 吸湿率的测定

3.5.1 原理

在规定温度下,将烘干的试料于盛有硝酸钾饱和溶液的干燥器中放置120 h,称重。两次称量之差即为吸湿量。

3.5.2 试剂

硝酸钾饱和溶液:称取440 g硝酸钾,精确到0.01 g,溶于500 mL水中,放置24 h后将此溶液转移至普通干燥器内。

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120 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表示,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

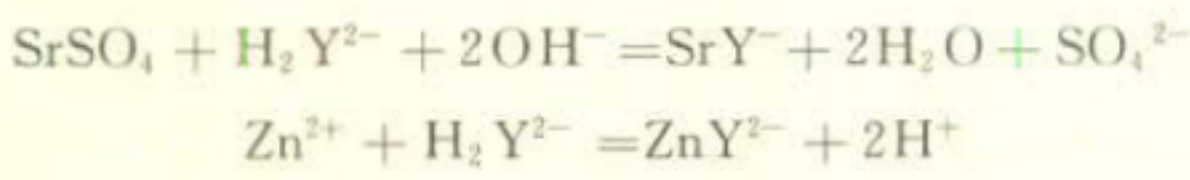
m_0 ——吸湿前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);
 m_1 ——吸湿后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);
 m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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。

3.6 锶含量的测定

3.6.1 原理

在强碱性条件下,用EDTA溶液将试样溶解,在pH10条件下,返滴定过量的EDTA,计算出锶含量。



3.6.2 试剂

3.6.2.1 氢氧化钠溶液:4 mol/L。

3.6.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(pH10.0):取氯化铵 5.4 g,加水 20 mL 溶解后,加浓氨水 35 mL,再加水稀释至 100 mL。

3.6.2.3 EDTA 溶液:约 0.24 mol/L。配置:称取 EDTA 二钠盐 11 g,加入水 100 mL,搅拌溶解。

3.6.2.4 氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$]:配制与标定按 GB/T 601 执行。

3.6.2.5 铬黑 T 指示液。配置:称取 0.5 g 铬黑 T 和 4.5 g 盐酸羟胺,用 100 mL 无水乙醇溶解。

3.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL NaOH 溶液,50 mL EDTA 溶液,加热至沸,并不断补充水保持溶液体积不少于 60 mL,煮沸 30 min 后,冷却。一并移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去初始滤液。移取 50 mL 滤液,加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,3 滴铬黑 T 指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至红色。同时做空白实验。

3.6.4 结果计算

锶含量以硫酸锶(SrSO_4)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{[(V_1 - V_0)cM]/1.000}{(50/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

50 ——所量取试液的体积的数值,单位为毫升(mL);

500 ——试液定容的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——硫酸锶的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=183.68$)。

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。

3.6.5 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%。

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 6 部分:硫酸锶
SN/T 3056.6—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 12 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:155066·2-22898 定价 16.00 元



SN/T 3056.6-2011