

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.7—2011

烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第7部分：硫酸铜

Determination of essential parameters of chemical raw materials
for use in fireworks and firecrackers—
Part 7: Cupric sulphate

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 7 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、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7部分:硫酸铜

1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用硫酸铜中铜含量的测定方法、铁含量的测定方法、水不溶物含量的测定方法和 pH 值的测定方法。

本部分适用于烟花爆竹用硫酸铜中铜含量的测定、铁含量的测定、水不溶物含量的测定和 pH 值的测定。

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 水不溶物含量的测定

3.1.1 原理

称取一定量的试料用水溶解后过滤,滤渣在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下烘干,称其质量即为试料中水不溶物的质量。

3.1.2 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 级的水。
氨水。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 电热鼓风干燥箱烘箱:精度为 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.1.3.2 分析天平:精度为 0.01 mg。

3.1.3.3 4 号砂芯坩埚,30 mL。

3.1.4 分析步骤

3.1.4.1 称取试料约 10 g,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中。

- 3.1.4.2 向烧杯中加入 200 mL 蒸馏水,加热煮沸,保持微沸 5 min。
- 3.1.4.3 稍微冷却后用已干燥称准的砂芯坩埚过滤,并用热水多次洗涤至洗液无色并用氨水检查无铜离子反应为止,取滤渣。
- 3.1.4.4 将砂芯坩埚连同滤渣一并置于烘箱中,在 105℃±2℃的条件下烘干 3 h。取出,置于干燥器中,冷却至室温后取出称量。
- 3.1.4.5 平行测定两份试料,取其平均值。

3.1.5 结果计算

水不溶物的质量分数以 w_1 表示,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。

3.1.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值允许差见表 1。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

水不溶物含量/%	允许差/%
≤1	0.05
>1	0.1

3.2 pH 值的测定

3.2.1 原理

用 pH 计在 20℃时测定试验溶液的 pH 值。

3.2.2 仪器

- 3.2.2.1 pH 计:pH 精度为 0.1。
- 3.2.2.2 分析天平:精度为 0.1 g。

3.2.3 分析步骤

- 3.2.3.1 称取约 5 g 试样,精确至 0.1 g,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热煮沸 10 min,冷却至 20℃后用 pH 计测定试液的 pH 值。
- 3.2.3.2 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。

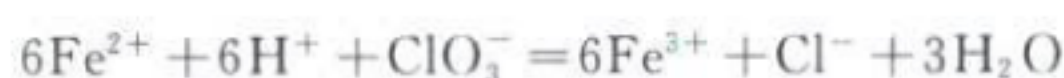
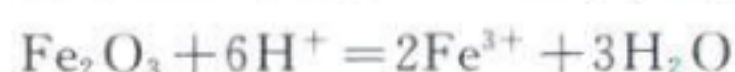
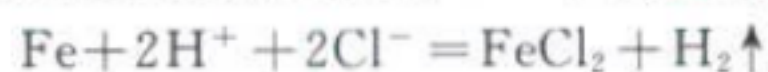
3.2.4 允许差

重复测定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。

3.3 铁含量的测定

3.3.1 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% 磺基水杨酸指示液用 EDTA 标准滴定溶液滴定溶液至浅蓝色保持 30 s, 即为终点。



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 盐酸(1+1)。

3.3.2.2 盐酸(1+5)。

3.3.2.3 氨水(1+1)。

3.3.2.4 氯酸钾溶液(10%)。

3.3.2.5 硫氰酸铵溶液(10%)。

3.3.2.6 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。

3.3.2.7 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。

3.3.2.8 磺基水杨酸指示液(1%)。

3.3.3 仪器

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

3.3.3.2 pH 计: pH 精度为 0.1。

3.3.3.3 分析天平: 精度为 0.1 mg。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 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(3.3.2.1), 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。

3.3.4.2 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。

3.3.4.3 从容量瓶中量取 50 mL $\pm 0.05 \text{ mL}$ 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(3.3.2.2)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 $60^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$ 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)。

3.3.5 结果计算

铁的含量以单质铁(Fe)的质量分数 w_2 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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。

3.3.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值允许差见表 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

3.3.7 其他方法

铁含量的测定亦可按照 GB/T 3049 执行。

3.4 硫酸铜含量的测定

3.4.1 原理

试料用稀硫酸充分溶解后,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。测得试液中二价铜离子和三价铁离子含量的总和后减去三价铁的量可得铜的量。



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 硫酸(1+5)。

3.4.2.2 氨水。

3.4.2.3 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。

3.4.2.4 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。

3.4.2.5 PAN 指示液:0.2%乙醇溶液。

3.4.3 仪器

3.4.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.4.3.2 pH 计:精度为 0.1。

3.4.4 分析步骤

3.4.4.1 称取试样约 4 g, 精确到 0.1 mg, 置于 500 mL 烧杯中, 缓慢加入 50 mL 硫酸, 加热煮沸, 保持微沸 10 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。

3.4.4.2 从容量瓶中量取 20 mL \pm 0.05 mL 试液置于 300 mL 三角烧瓶中, 加 25 mL \pm 0.05 mL EDTA 标准滴定溶液, 用氨水调溶液的 pH=10, 加 5 滴 PAN 指示剂, 用硫酸铜标准滴定溶液返滴定过量的 EDTA, 滴定至溶液呈纯蓝色即为终点, 记下所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积数(V)。

3.4.5 结果计算

铜含量以五水合硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 w_3 计, 数值以 % 表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\left[25c_1 - c_2V - \frac{m w_2}{M_1} \frac{500}{20} \right] M_2}{(20/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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 —— $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=249.68$);
- 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);
- w_2 —— 铁的质量分数的数值。

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的允许差为 0.5%。

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 0.1 mg。

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 0.1 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。

3.5.3.2 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。

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 7 部分:硫酸铜

SN/T 3056.7—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 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 · 2-22899 定价 16.00 元



SN/T 3056.7-2011