

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.8—2011

### 烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第 8 部分：氯酸钾

Determination of essential parameters of chemical raw materials  
for use in fireworks and firecrackers—  
Part 8: Potassium chlorate

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 8 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、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。



## 烟花爆竹用化工原料关键指标的测定

### 第8部分：氯酸钾

#### 1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用氯酸钾中氯酸钾纯度的测定方法、氯化物含量的测定方法、铁含量的测定方法、溴酸盐含量的测定、水不溶物含量的测定方法、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氯酸钾中氯酸钾纯度的测定、氯化物含量的测定、铁含量的测定、溴酸盐含量的测定、水不溶物含量的测定、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 水不溶物含量的测定

###### 3.2.1 原理

试料溶于水后过滤，干燥不溶物后称重。

###### 3.2.2 试剂

盐酸苯胺溶液：称取约 5 g 盐酸苯胺，溶于 50 mL 的盐酸中，储存在棕色瓶中。

###### 3.2.3 仪器

3.2.3.1 电热鼓风干燥箱：可控温度  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.2.3.2 分析天平：精度为 0.1 mg。

3.2.3.3 4 号砂芯坩埚：容积 30 mL。用水充分抽吸洗净后，在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥 3 h，冷却备用。

3.2.3.4 抽滤装置一套。



### 3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 称取试样约 10 g, 精确到 0.1 mg, 溶入 300 mL 水中, 加热至溶解。

3.2.4.2 将已称量的砂芯坩埚装在抽滤装置上, 将 3.2.4.1 所得试液倒入砂芯坩埚中进行抽滤。烧杯壁附着物质用水洗下, 再用温水洗净, 每次用 2 mL 盐酸苯胺溶液检验 1 mL 滤液直至不显蓝色为止。

3.2.4.3 将砂芯坩埚在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下烘干 3 h。取出并置于干燥器中, 冷却至室温后称量。平行测定两份试料, 取其平均值。

### 3.2.5 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:

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

式中:

$m_1$ ——砂芯坩埚和不溶物的质量的数值, 单位为克(g);

$m_2$ ——砂芯坩埚的质量的数值, 单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值, 单位为克(g)。

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的允许差为 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  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.2.2 分析天平: 精度为 0.1 mg。

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

### 3.3.3 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。

### 3.3.4 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)。



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。

### 3.3.5 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%。

## 3.4 pH 值的测定

### 3.4.1 原理

规定温度下用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

### 3.4.2 仪器

3.4.2.1 pH 计:精度为 0.1。

3.4.2.2 天平:精度为 0.1 g。

### 3.4.3 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。

### 3.4.4 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。

## 3.5 吸湿率的测定

### 3.5.1 原理

在规定温度下和规定湿度下测定试料的吸湿量。

### 3.5.2 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。

### 3.5.3 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 24 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  $w_3$  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:

$m_0$ ——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。

3.5.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.1%。

3.6 细度的测定(粉状氯酸钾)

3.6.1 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,以通过筛网的部分试料的质量分数表示细度。

3.6.2 仪器

3.6.2.1 天平:精度为 0.01 g。

3.6.2.2 振筛机:振动次数(150±10)次/min,最大振幅 3 mm。

3.6.2.3 试验筛:符合 GB/T 6003.1 的要求。

3.6.3 分析步骤

3.6.3.1 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。

3.6.3.2 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。

3.6.3.3 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。

3.6.4 结果计算

细度以通过筛网的部分试料的质量分数  $w_4$  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)。

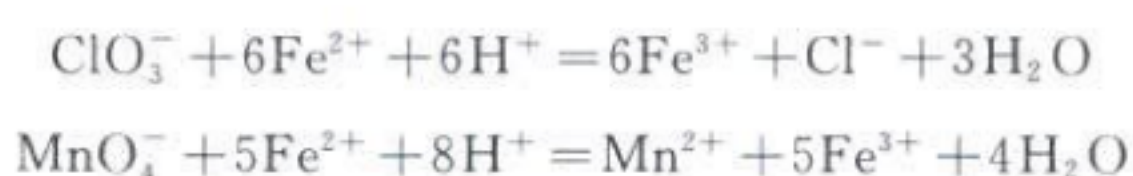
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,若两次结果绝对误差大于 0.5%时(若筛下物小于 95%时可放至 1.0%),应再做一次试验,取两次相近结果的算术平均值作为最终结果,按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第一位小数。

3.7 氯酸钾纯度的测定

3.7.1 原理

氯酸盐用亚铁盐还原,过量的亚铁盐用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。





### 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 磷酸。

#### 3.7.2.2 硫酸。

#### 3.7.2.3 硫酸亚铁溶液:5%。

#### 3.7.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ]: 配制与标定按 GB/T 601 的规定执行。

### 3.7.3 仪器

分析天平:精度为 0.1 mg。

### 3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 称取约 2 g 试样,精确至 0.1 mg,置于一 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,加热至完全溶解。过滤,转移至 500 mL 容量瓶中,定容。

3.7.4.2 量取 50 mL  $\pm 0.05$  mL 的试液置于 500 mL 三角烧瓶中,加入 50 mL 硫酸亚铁溶液,在电炉上缓慢煮沸 5 min,冷却至室温。先加入 3 mL 磷酸,再用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色保持 30 s 不褪色即为终点,记录所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积数( $V_1$ ),同时做空白试验,并记录所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积数( $V_0$ )。

### 3.7.5 结果计算

纯度以氯酸钾( $\text{KClO}_3$ )的质量分数  $w_5$  计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_0 - V_1)/1\,000]cM_1}{(50/1\,000)m} \times 100 - \frac{M_2}{M_3}w_8 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$V_1$  ——试液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M_1$  ——氯酸钾(以  $1/6\text{KClO}_3$  计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_1 = 20.425$ );

$M_2$  ——氯酸钾(以  $\text{KClO}_3$  计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_2 = 122.55$ );

$M_3$  ——溴酸钾(以  $\text{KBrO}_3$  计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_3 = 167.01$ );

$w_8$  ——溴酸盐的质量分数, %;

$m$  ——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三位小数。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 0.5%。



3.8 氯化物含量的测定

3.8.1 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。

3.8.2 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。

3.8.2.1 硝酸(1+2)。

3.8.2.2 硝酸银溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}]$ :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。

3.8.2.3 硫氰酸铵标准滴定溶液 $[c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05\text{ mol/L}]$ :配制与标定按 GB/T 601 的规定执行。

3.8.2.4 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

3.8.3 仪器

3.8.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.8.3.2 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

3.8.4 分析步骤

3.8.4.1 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。

3.8.4.2 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保持 30 s 不褪,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( $V_0$ )。

3.8.5 结果计算

氯化物含量以氯离子( $\text{Cl}^-$ )的质量分数  $w_{\text{Cl}}$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_{\text{Cl}} = \frac{[(V_1 - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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三位小数。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

3.8.6 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%。



### 3.9 铁含量的测定

#### 3.9.1 络合滴定法

##### 3.9.1.1 原理

试料溶解后,试液在 pH 2.0~pH 2.5 下用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定。



##### 3.9.1.2 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。

###### 3.9.1.2.1 盐酸(1+4)。

###### 3.9.1.2.2 氨水(1+4)。

###### 3.9.1.2.3 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。

###### 3.9.1.2.4 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 的规定执行。

###### 3.9.1.2.5 磺基水杨酸指示液(1%)。

##### 3.9.1.3 仪器

###### 3.9.1.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

###### 3.9.1.3.2 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

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

###### 3.9.1.3.4 pH 计:精度为 0.1。

##### 3.9.1.4 分析步骤

###### 3.9.1.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 300 mL 烧杯中,加水溶解。

###### 3.9.1.4.2 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)。

##### 3.9.1.5 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(7)计算:

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

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。

3.9.1.6 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%。

3.9.2 分光光度法

按 GB/T 3049 的有关规定执行。

3.10 溴酸盐含量的测定

3.10.1 原理

在酸性介质中,试料中的溴酸盐与碘化钾反应释放出碘,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定释放出来的碘,得到溴酸盐含量。

3.10.2 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。

3.10.2.1 盐酸(1+10)。

3.10.2.2 碘化钾。

3.10.2.3 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。

3.10.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}]$ :用移液管移取 3.10.2.3 中标准滴定溶液 50 mL,置于 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.10.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

3.10.3 仪器

3.10.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.10.3.2 碘量瓶,500 mL。

3.10.3.3 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

3.10.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于碘量瓶中,加 200 mL 水溶解,加 1 g 碘化钾和 10 mL 盐酸溶液,置于暗处 30 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点(淡黄色)时加 5 mL 淀粉指示液,继续滴定至无色即为终点,记录所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数(V)。同时做空白试验。

3.10.5 结果计算

溴酸盐含量以溴酸盐( $\text{BrO}_3^-$ )的质量分数  $w_8$  计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

V——滴定试验溶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);

$V_0$ ——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);

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);



$M$ ——溴酸盐( $1/6\text{BrO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ ),( $M=21.317$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克( $\text{g}$ )。

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。

### 3.10.6 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 8 部分：氯酸钾  
SN/T 3056.8—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 1 字数 19 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：155066·2-22900 定价 18.00 元



SN/T 3056.8—2011