

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.9—2011

### 烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第 9 部分：碳酸氢钠

Determination of essential parameters of chemical raw materials for use  
in fireworks and firecrackers—Part 9: Sodium hydrogen carbonate

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



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 9 部分:碳酸氢钠

SN/T 3056.9—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 18 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 · 2-22924 定价 16.00 元

## 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 9 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 9 部分：碳酸氢钠

### 1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用碳酸氢钠中碳酸氢钠纯度的测定方法、碳酸钠含量的测定方法、氯化物含量的测定方法、铁含量的测定方法、水不溶物含量的测定方法、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碳酸氢钠中碳酸氢钠纯度的测定、碳酸钠含量的测定、氯化物含量的测定、铁含量的测定、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℃±2℃ 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 仪器

- 3.2.2.1 电热鼓风干燥箱：可控温度 105℃±2℃。
- 3.2.2.2 分析天平：精度为 0.1 mg。
- 3.2.2.3 4 号砂芯坩埚：容积 30 mL。用水充分抽吸洗净后，在 105℃ 下干燥 3 h，在干燥器中冷却。
- 3.2.2.4 抽滤装置一套。

##### 3.2.3 分析步骤

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

3.2.3.2 将已称量的砂芯坩埚装在抽滤装置上,将 3.2.3.1 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。

3.2.3.3 将砂芯坩埚在 105℃±2℃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。

3.2.4 结果计算

水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。

3.2.5 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 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 0.1mg。

3.3.2.3 称量瓶:φ60 mm×35 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℃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:

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

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

一定温度下用 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

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  $w_1$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

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

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 碳酸氢钠纯度的测定

3.7.1 原理

试料溶于水,以甲基橙作指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定其总碱量,减去碳酸钠含量相当的碱量即可计算碳酸氢钠纯度。

### 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 盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ]: 配制与标定按 GB/T 601 的规定执行。

3.7.2.2 甲基橙指示液(0.5%)。

### 3.7.3 分析步骤

3.7.3.1 称取 2 g 试样,精确至 0.1 mg,置于烧杯中,加入 100 mL 水并加热使其溶解,冷却,定容至 500 mL。

3.7.3.2 移取 25.00 mL  $\pm 0.05 \text{ mL}$  试液于 250 mL 三角烧瓶中,加入 10 滴甲基橙指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至由黄色变成红色为终点,记录所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积(V)。

### 3.7.4 结果计算

碳酸氢钠纯度以碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ )的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(V/1000)cM_1}{m \times 25/500} \times 100 - 2M_1w_8/M_2 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V —— 滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M_1$  —— 碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), ( $M_1=84.01$ );

$w_8$  —— 碳酸钠的质量分数, %;

$M_2$  —— 碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), ( $M_2=105.99$ );

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。

### 3.7.5 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%。

## 3.8 氯化物含量的测定

### 3.8.1 原理

在微酸性介质中,试验溶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±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:

$$w_{\text{Cl}} = \frac{[(V_1 - V_0)/1000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

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 pH2.0~pH2.5 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  $w_7$  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 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 碳酸钠含量的测定

### 3.10.1 原理

在室温下用氯化钠饱和溶液溶解试样中的碳酸钠,用甲酚红-百里香酚蓝为指示液,以盐酸标准滴定溶液进行滴定。

### 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 氯化钠饱和溶液。

3.10.2.2 盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ ]:配制与标定按 GB/T 601 的规定执行。

3.10.2.3 甲酚红-百里香酚蓝指示液:一份甲酚红指示液(1 g/L 乙醇溶液)和三份百里香酚蓝指示液(1 g/L 乙醇溶液)混合。

### 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 10 g 试样,精确到 0.1 mg,置于碘量瓶中,加 100 mL 饱和氯化钠溶液,充分摇动 10 min,用中速滤纸干过滤。用移液管移取 20 mL 滤液,置于 250 mL 三角烧瓶中,加 100 mL 水和 8 滴甲酚红-百里香酚蓝指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液从紫色变为黄色即为终点,记录所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积数(V)。

3.10.5 结果计算

碳酸钠含量以碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的质量分数  $w_8$  计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(V/1\,000)cM}{m \times 20/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

V——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),( $M=105.99$ );

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。

3.10.6 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%。



SN/T 3056.9-2011

书号:155066·2-22924  
定价: 16.00 元