



中华人民共和国国家标准

GB/T 21242—2019
代替 GB/T 21242—2007

烟花爆竹 禁限用物质定性检测方法

Fireworks—Test methods of qualitative determination of prohibitive and limitative substances

2019-08-30 发布

2020-03-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 21242—2007《烟花爆竹 禁限用药剂定性检测方法》，与 GB/T 21242—2007 相比主要技术变化如下：

——增加了锆粉的定性检测方法(见 5.10)；

——修改了苦味酸的定性检测方法(见 5.9,2007 年版第 13 章)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国烟花爆竹标准化技术委员会(SAC/TC 149)归口。

本标准起草单位：湖南省烟花炮竹产品安全质量监督检验醴陵授权站、湖南烟花爆竹产品安全质量监督检测中心、北京市烟花爆竹质量监督检验站、湖南省科富花炮实业有限公司、湖南省醴陵市天符出口花炮厂、湖南省醴陵市吉利鞭炮烟花有限公司、醴陵市南桥清水出口花炮总厂、醴陵市赖氏烟花有限公司。

本标准主要起草人：钟长虎、陈留云、陈桔香、邹海峰、李增义、唐炳祥、许文婷、梁杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 21242—2007。

烟花爆竹 禁限用物质定性检测方法

1 范围

本标准规定了烟花爆竹禁限用物质定性检测的试剂与溶液、试样准备和检测方法。

本标准适用于烟花爆竹中氯酸盐、铅化合物、砷化合物、汞化合物、磷、镁粉(铝镁合金粉、改良镁粉除外)、没食子酸、六氯代苯、苦味酸、锆粉的定性检测,烟火药中其他单一或混合材料可参照使用。

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 622	化学试剂	盐酸
GB/T 626	化学试剂	硝酸
GB/T 629	化学试剂	氢氧化钠
GB/T 638	化学试剂	二水合氯化亚锡(氯化亚锡)
GB/T 640	化学试剂	碳酸氢钠
GB/T 657	化学试剂	四水合钼酸铵(钼酸铵)
GB/T 661	化学试剂	六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)
GB/T 665	化学试剂	无水合硫酸铜(Ⅱ)(硫酸铜)
GB/T 678	化学试剂	乙醇(无水乙醇)
GB/T 690	化学试剂	苯
GB 1255	工作基准试剂	无水碳酸钠
GB/T 1272	化学试剂	碘化钾
GB/T 2304	化学试剂	无砷锌粒
GB/T 2961	化学试剂	苯胺
GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法	
GB 10631	烟花爆竹 安全与质量	
GB/T 15899	化学试剂	一水合硫酸锰(硫酸锰)
HG/T 2630	化学试剂	三水合乙酸铅(乙酸铅)
HG/T 3440	化学试剂	铬酸钾
HG/T 3472	化学试剂	无水亚硫酸钠
HG/T 3474	化学试剂	三氯化铁
JIS K8057	茜素红 S(试剂)[Alizarin red S (Reagent)]	

3 试剂与溶液

3.1 除非另有说明,在检测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。

3.2 盐酸(GB/T 622)36%。

3.3 盐酸苯胺:称取 4 g 盐酸苯胺溶于 50 mL 盐酸中,贮于棕色瓶中,此溶液 7 天内有效。

- 3.4 硫酸亚铁铵(GB/T 661)。
- 3.5 铬酸钾(HG/T 3440)20%。
- 3.6 氢氧化钠(GB/T 629)10%。
- 3.7 硝酸(GB/T 626)65%。
- 3.8 乙酸铅(HG/T 2630)5 g/L。
- 3.9 溴化汞(分析纯)。
- 3.10 乙醇(GB/T 678)。
- 3.11 碘化钾(GB/T 1272)。
- 3.12 氯化亚锡(GB/T 638)0.5%。
- 3.13 无砷锌(GB/T 2304)。
- 3.14 亚硫酸钠(HG/T 3472)20%。
- 3.15 硫酸铜(GB/T 665)5%。
- 3.16 钼酸铵(GB/T 657)10%。
- 3.17 硫酸锰(GB/T 15899)10%。
- 3.18 碳酸钠-碳酸氢钠缓冲溶液(pH 8~9):取0.2 mol/L 碳酸钠(GB 1255)25 mL 和0.2 mol/L 碳酸氢钠(GB/T 640)溶液75 mL 混合。
- 3.19 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)(HG/T 3474)10%。
- 3.20 苯(GB/T 690)。
- 3.21 苯胺(GB/T 2961):50 mL 苯胺溶于50 mL 乙醇中。
- 3.22 茜素红 S(JIS K8057)1%。

4 试样

4.1 试样制备

4.1.1 解剖

4.1.1.1 根据产品标称单个(发)药量大小,随机抽取单个(发)样品进行解剖,药量 $\leqslant 2\text{ g}$ 的取10个(发)、 $2\text{ g} < \text{药量} \leqslant 25\text{ g}$ 的取5个(发)、药量 $> 25\text{ g}$ 的取3个(发)。

4.1.1.2 剔除引火线、点火头或摩擦头等,分别解剖分离出粉状、粒状或块状烟火药;引火线、点火头或摩擦头的药物解剖分离后,分开备用。

4.1.1.3 砂炮、拉炮等除去外面的纸、塑料筒等惰性材料,取出含烟火药部分,备用。

4.1.2 粉碎

4.1.2.1 粉状烟火药不进行研磨,使用孔径 $250\text{ }\mu\text{m}$ 铜质标准筛直接过筛。

4.1.2.2 粒状或块状烟火药应先剔除大块的纸屑、稻壳等非药物的成分,在铜钵内碾碎、研磨后,使用孔径 $250\text{ }\mu\text{m}$ 铜质标准筛过筛。

4.1.2.3 过筛时,如有不能碾碎的铝渣、钛粉等硬质颗粒药物,应将硬质颗粒药物一同放入过筛后的药物中混合均匀。

4.1.3 混合

将从产品中取出的粉状烟火药和粉碎后的粒状、块状烟火药经 $250\text{ }\mu\text{m}$ 铜质标准筛过筛后分3次混合均匀,备用。

4.1.4 取样

按四分法根据测试方法称取所需烟火药样品。

4.2 禁限用物质确认

根据 GB 10631 规定的烟花爆竹类别,其产品可能含有的禁限用物质参见附录 A。

4.3 试样处理

称取 1.0 g 试样置于 250 mL 烧杯中,加少量水湿润后,加 10 mL 盐酸(3.2),搅拌加热溶解,冷却后定容至 100 mL,过滤,收集滤液备用。

5 检测方法

5.1 氯酸盐

5.1.1 称取 0.1 g 试样置于滤纸中心,加滴蒸馏水 2 滴,待蒸馏水扩散开后,加滴 3~5 滴盐酸苯胺(3.3),若纸上出现紫色环,再加几粒硫酸亚铁胺(3.4),若紫色不消失,表示有氯酸盐,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.1.2 移取 1 mL 4.3 备用滤液于试管中,加 1 mL 盐酸苯胺(3.3)摇动试管,若溶液立即出现粉红色,后变为紫色,扩散后变为深蓝色,表示有氯酸盐,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.2 铅化合物

移取 1 mL 4.3 备用滤液于试管中,加 2 滴铬酸钾(3.5),若有黄色沉淀且能溶于过量的氢氧化钠(3.6)或硝酸(3.7)则表示有铅化合物,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.3 砷化合物

5.3.1 取脱脂棉花用乙酸铅(3.8)湿透后,凉干,保存于密闭的瓶中。

5.3.2 称取 1.25 g 溴化汞(3.9)溶于 25 mL 乙醇(3.10),将无灰滤纸放入该溶液中浸泡 1 h 取出,于暗处凉干,保存于密闭的棕色瓶中。

5.3.3 移取 1 mL 4.3 备用滤液于试管中,加 6 mL 盐酸(3.2),摇匀放置 10 min,加 1 g 碘化钾(3.11)以及 0.2 mL 氯化亚锡(3.12),加 2.5 g 无砷锌(3.13),将乙酸铅棉花(5.3.1)塞入试管,立即用溴化汞试纸(5.3.2)覆盖试管口,若试纸有黄色斑点,则表示有砷化合物,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.4 汞化合物

5.4.1 将碘化钾(20%)和亚硫酸钠(3.14)按 1:1 体积混合,用时现配。

5.4.2 移取 1 mL 4.3 备用滤液于试管中,加 1 mL 碘化钾和亚硫酸钠混合液(5.4.1),加 2 滴硫酸铜(3.15),若有橙红色沉淀生成,则表示有汞化合物,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.5 磷

称取 0.1 g 试样置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.7),加热溶解,过滤,取 1 mL 滤液于试管中,加 5 滴硝酸(3.7)以及 0.5 mL 钼酸铵(3.16),摇匀,静置 10 min,若产生黄色沉淀,则表示有磷,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.6 镁粉

称取 1.0 g 试样,用水快速洗涤,残渣置于试管中,加 0.5 mL 硫酸锰(3.17),用碳酸钠-碳酸氢钠缓冲溶液(3.18)调至 pH 为 8~9,静置 30 min,若有气泡产生和棕色沉淀出现,则表示有镁粉,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.7 没食子酸

称取 0.1 g 试样置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 蒸馏水,煮沸 1 min,趁热过滤,滤液备用,取 3 滴氯化铁(3.19)于试管中,逐滴加入氢氧化钠(3.6)至有棕红色沉淀产生,取 2 mL 滤液沿试管壁缓慢加入,若有黑色沉淀产生,则表示有没食子酸,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.8 六氯代苯

称取 0.1 g 试样置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 氢氧化钠(3.6)煮沸 30 min,趁热过滤,用热水洗涤滤渣 3 次,然后把滤渣和滤纸一起转入原烧杯中,干燥,加入 10 mL 苯(3.20)萃取 5 min,过滤于干燥的烧杯中,晾干,若有环形针状或松针状结晶出现则表示有六氯代苯,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.9 苦味酸

移取 1 mL 4.3 备用滤液滴于试管中,加入 5 滴苯胺(3.21),若出现黄色,则表示有苦味酸,微量杂质检出限量为 0.1%。

5.10 锆粉

取 3 滴 4.3 备用滤液滴于滴定板上,加 1 滴 1% 茜素红 S(3.22),再加 1 滴盐酸(3.2),若出现红色,则表示有锆粉,微量杂质检出限量为 0.1%。

附录 A
(资料性附录)
产品类别和禁限用物质参照表

产品类别和禁限用物质对照参见表 A.1。

表 A.1 产品类别和禁限用物质参照表

序号	产品类别	可能含有的禁限用物质
1	爆竹类	氯酸盐、砷化合物、汞化合物
2	喷花类	氯酸盐、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、锆粉、铅化合物
3	旋转类	氯酸盐、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、锆粉、铅化合物
4	升空类	氯酸盐、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、镁粉、锆粉、铅化合物
5	吐珠类	氯酸盐、砷化合物、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、镁粉、锆粉、铅化合物
6	玩具类	氯酸盐、汞化合物、氯酸盐、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、锆粉、铅化合物、砷化合物、镁粉
7	礼花类/小礼花类	氯酸盐、铅化合物、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、镁粉、锆粉
8	组合烟花类	氯酸盐、铅化合物、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、镁粉、锆粉
9	架子烟花	氯酸盐、没食子酸、苦味酸、六氯代苯、锆粉、铅化合物、砷化合物、镁粉

中华人民共和国
国家标准

烟花爆竹 禁限用物质定性检测方法

GB/T 21242—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2019年7月第一版

*

书号:155066·1-63093

版权专有 侵权必究



GB/T 21242-2019