



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20614—2006

---

## 烟花爆竹 烟火药中高氯酸盐含量的测定

Fireworks and firecrackers—  
Determination of perchlorates content in pyrotechnic composition

2006-09-18 发布

2007-02-01 实施

数码防伪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

**GB/T 20614—2006**

## **前 言**

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归口。

本标准起草单位：广西出入境检验检疫局烟花爆竹检测中心、国家轻工业烟花爆竹安全质量监督检测中心。

本标准主要起草人：肖焕新、黄茶香、商杰、吴俊逸、李一明。

# 烟花爆竹 烟火药中高氯酸盐含量的测定

**警告:**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采用适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了烟花爆竹烟火药中高氯酸盐含量测定的方法。

本标准适用于烟花爆竹烟火药中高氯酸盐含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 15813—1995 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

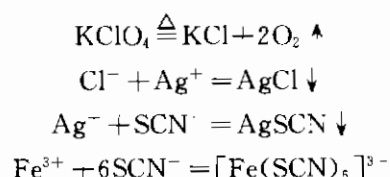
GB/T 19468—2004 烟火药剂中氯酸盐含量的测定

SN 0545—1996 出口烟花爆竹烟火药剂安全检验规程

## 3 原理

试料经适当预处理后,用热水溶解并过滤,将滤液蒸发后在高温下灼烧,其剩余物用水溶解,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液呈淡红棕色,同时做空白试验。根据两次滴定所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液体积之差计算试料中高氯酸盐的含量。

## 4 反应式



## 5 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—1992 中规定的至少 3 级的水。

5.1 无水乙醇。

5.2 丙酮。

5.3 乙醚。

5.4 过氧化氢(30%)。

5.5 硫酸。

## GB/T 20614—2006

5.6 硝酸(1+2)。

5.7 硝酸钡溶液(10%)。

5.8 硝酸银溶液[ $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ ]:称取约 17 g 硝酸银,精确至 0.1 g,溶于 200 mL 水中,稀释至 1 000 mL,贮于棕色瓶中。

5.9 硫氰酸铵标准滴定溶液[ $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05\text{ mol/L}$ ]:配制和标定按 GB/T 601—2002 执行。

5.10 硫酸铁铵指示液:称量约 100 g 硫酸铁铵,精确至 1 g,溶于 200 mL 水中,加入 100 mL 硝酸,稀释至 500 mL,贮于细口瓶中。

## 6 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

6.1 隔水式防爆烘箱:精度为 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

6.2 高温炉:精度为 $\pm 20^\circ\text{C}$ 。

6.3 分析天平:精度为 0.01 mg。

6.4 4 号砂芯坩埚,30 mL;

6.5 蒸发皿:700 mL。

## 7 试样的制备

安全须知:本标准涉及的烟火药剂是一种易燃易爆的危险品,以下是最主要的安全技术规定:

a) 试样的制备应在有安全防护措施条件下进行;

b) 试样的制备和存放量不能超过安全防护允许的条件;

c) 试样干燥应在安全防爆干燥箱中进行,其干燥温度不超过  $55^\circ\text{C}$ 。

7.1 按照 GB/T 15813—1995 中的第 3 章和第 4 章规定制备试样。

7.2 试样在 6.1 中规定的隔水式防爆烘箱中于  $50^\circ\text{C}\sim 55^\circ\text{C}$  干燥 4 h 后,置于干燥器内冷却至室温。

## 8 分析步骤

8.1 按 SN 0545—1996 中的附录 A 规定的方法进行氯酸盐定性分析,如试料中有氯酸盐,按 GB/T 19468—2004 规定的方法测定氯酸盐的质量分数(A)。试料中氯化物的质量分数(B)按 GB/T 3051—2000 规定的方法测定。

8.2 称取约 2 g 试样(精确至 0.1 g)置于 100 mL 烧杯中,用 50 mL 无水乙醇多次浸泡,过滤,再用 50 mL 丙酮分多次洗涤滤渣,静置让乙醇和丙酮基本挥发;然后用水溶解(可适当加热)滤渣,过滤,将滤液收集到 50 mL 烧杯中,量取 2 mL 滤液于试管中,加 2 mL 硫酸酸化,冷却后加入 0.5 mL 乙醚和 3 滴过氧化氢,如乙醚层显蓝色,则进行步骤 8.5;如乙醚层不显蓝色,则不进行步骤 8.5。

8.3 称取约 5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于干燥的 4 号砂芯坩埚中,用 100 mL 无水乙醇分多次加入到砂芯坩埚中浸泡,抽滤,再用 100 mL 丙酮分多次洗涤滤渣,静置使砂芯坩埚中的乙醇和丙酮基本挥发。

8.4 用 8.3 中的抽滤装置,换上另一抽滤瓶,用约 200 mL 热水分多次浸泡滤渣,并多次洗涤,将洗液和滤液一并转移至 500 mL 烧杯中。

8.5 向 8.4 烧杯中加入 20 mL 硝酸钡溶液,充分搅拌后静置 10 min,用滤纸过滤并用水多次洗涤滤渣,洗液和滤液转移至 500 mL 烧杯中。

8.6 将 8.4 或 8.5 的烧杯中溶液转移至 700 mL 蒸发皿中,再将蒸发皿放在电炉上加热蒸发,然后在  $700^\circ\text{C}$  下灼烧 2 h,冷却后用水溶解蒸发皿中剩余物,转移至 500 mL 容量瓶中,摇匀并定容。

8.7 量取  $50\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$  的试液于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,再加入  $15\text{ mL}\pm 0.05\text{ mL}$  的硝酸银溶液,然后在电炉上保持微沸 3 min,冷却后过滤,用硝酸多次洗涤,滤液和洗液一并转移至 500 mL 三角烧瓶中。

8.8 向 8.7 的三角烧瓶中加入 5 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液成淡红棕色,记录所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数( $V_1$ ),同时作空白试验,并记录所消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数( $V_0$ )。

9 结果计算

高氯酸盐含量以高氯酸根离子的质量分数  $w$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{[(V_0 - V_1)/1\,000] \cdot c \cdot M_1}{(50/500) \cdot m} \times 100 - (M_1/M_2) \cdot A - (M_1/M_3) \cdot B$$

.....( 1 )

式中:

- $V_0$ ——空白试验所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$ ——试液所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $c$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M_1$ ——高氯酸盐(以高氯酸根离子计)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),( $M_1 = 99.450\,3$ );
- $M_2$ ——氯酸盐(以氯酸根离子计)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),( $M_2 = 83.450\,9$ );
- $M_3$ ——氯化物(以氯离子计)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),( $M_3 = 35.453$ );
- $A$ ——试料中氯酸盐的质量分数, %;
- $B$ ——试料中氯化物的质量分数, %;
- $m$ ——试料的质量,单位为克(g);
- 50——所量取试液的体积,单位为毫升(mL);
- 500——试液定容的体积,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。

10 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差见表 1。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差 %

含量范围	允许差
>10	0.4
1~10	0.1
<1	0.05

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
烟花爆竹 烟火药中高氯酸盐含量的测定  
GB/T 20614—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
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  
各地新华书店经销

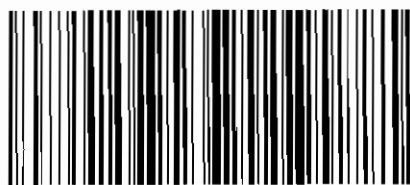
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2007 年 2 月第一版 2007 年 2 月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-28889 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 20614—2006