



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3056.3—2011

烟花爆竹用化工原材料关键指标的测定 第 3 部分：红丹

Determination of essential parameters of chemical raw materials for use
in fireworks and firecracker—Part 3: Lead tetraoxide powder

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 3 部分:红丹

SN/T 3056.3—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 17 千字

2012 年 2 月第一版 2012 年 2 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-22926

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 3 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3部分:红丹

1 范围

SN/T 3056 的本部分规定了烟花爆竹用红丹中铅含量的测定方法,氧化铅含量的测定方法,二氧化铅含量的测定方法,硝酸不溶物含量的测定方法,铁含量的测定方法,水分含量的测定方法和粒度的测定方法。

本部分适用于烟花爆竹用红丹中铅含量的测定,氧化铅含量的测定,二氧化铅含量的测定,硝酸不溶物含量的测定,铁含量的测定,水分含量的测定和粒度的测定。

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-菲啰琳分光光度法

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997,ISO 3310-1:1990,NEQ)

GB/T 6003.2 金属穿孔板试验筛(GB/T 6003.2—1997,ISO 3310-2:1990,NEQ)

GB/T 6003.3 电成型薄板试验筛(GB/T 6003.3—1999,ISO 3310-3:1990,NEQ)

GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板、电成型薄板 筛孔的基本尺寸(GB/T 6005—1997,ISO 565:1990,NEQ)

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 测定

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。干燥后的试样供水分以外的项目检测使用。

3.2 硝酸不溶物含量的测定

3.2.1 原理

试料用硝酸和过氧化氢溶解后过滤,干燥不溶物,称其质量。

3.2.2 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。

3.2.2.1 硝酸(1+2)。

3.2.2.2 过氧化氢(30%)。

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:容积为 30 mL 。试验前坩埚用硝酸浸泡 24 h 后,用水洗至中性后在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下干燥 3 h ,取出,置于干燥器中,冷却至室温后待用。

3.2.3.4 抽滤装置。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 称取约 3 g 经干燥过的试样,精确到 0.1 mg ,于 500 mL 烧杯中。

3.2.4.2 向烧杯中加入 20 mL 水,缓慢滴加硝酸,待其剧烈反应消退时缓慢加入 150 mL 硝酸和 3 mL 过氧化氢溶液,加热煮沸,保持微沸 30 min 。

3.2.4.3 稍微冷却后用已干燥恒重的砂芯坩埚过滤,并用水洗涤至中性,将砂芯坩埚连同滤渣一并置于烘箱中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下干燥 3 h 。取出,置于干燥器中,冷却至室温后取出称量。

3.2.4.4 平行测定两份试料,取其平均值。

3.2.5 结果计算

硝酸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 ——砂芯坩埚和硝酸不溶物质量的数值,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。

3.2.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于下表所列允许差见表 1。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

硝酸不溶物含量/%	允许差/%
≤ 1	0.05
> 1	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。

3.3.3 分析步骤

3.3.3.1 称取约 3 g 试样,精确到 0.1 mg,于干燥恒重的称量瓶中。

3.3.3.2 将称量瓶置于烘箱中,在 105 ℃ 的条件下干燥 3 h,冷却至室温后称量。

3.3.3.3 平行测定两份试料,取其平均值。

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)。

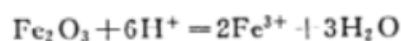
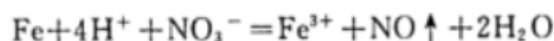
3.3.5 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.05%。

3.4 铁含量的测定

3.4.1 原理

试料溶解后在 pH2.0 时以 1% 磺基水杨酸指示液用 EDTA 标准滴定溶液滴定至米黄色,并保持 30 s。



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 硝酸(1+3)。

3.4.2.2 氨水(1+1)。

3.4.2.3 硫氰酸铵溶液(10%)。

3.4.2.4 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。

3.4.2.5 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。

3.4.2.6 磺基水杨酸指示液(1%)。

3.4.3 仪器

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

3.4.3.2 pH 计:pH 精度为 0.1。

3.4.3.3 分析天平：精度为 0.1 mg。

3.4.4 分析步骤

3.4.4.1 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 硝酸，加热煮沸，保持微沸 30 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，摇匀后定容。

3.4.4.2 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。

3.4.4.3 从容量瓶中量取 50 mL±0.05 mL 的试液置于 300 mL 三角烧瓶中，加水 30 mL，充分振荡后用氨水和硝酸调节溶液 pH2.0~pH2.5，加 30 mL 盐酸缓冲溶液，在恒温水浴锅中加热至 60℃~70℃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)。

3.4.5 结果计算

铁的含量以单质铁(Fe)的质量分数 w 计，数值以 % 表示，按式(3)计算：

$$w = \frac{(V/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

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。

3.4.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于下表所列允许差见表 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

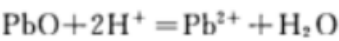
3.4.7 其他方法

铁含量的测定亦可按照 GB/T 3049 执行。

3.5 氧化铅含量的测定

3.5.1 原理

试料用稀硝酸溶解后在 pH5.5 时以二甲酚橙指示液用 EDTA 标准滴定溶液滴定至黄色，并保持 30 s。



3.5.2 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。

3.5.2.1 硝酸(1+3)。

3.5.2.2 氨水。

3.5.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):100 g 乙酸钠溶于适量水中,加入 15 mL 冰醋酸,稀释至 500 mL。

3.5.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[$c(EDTA) = 0.1\text{ mol/L}$]:配制与标定按 GB/T 601 执行。

3.5.2.5 二甲酚橙指示剂溶液:0.5%水溶液。

3.5.3 仪器

3.5.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.5.3.2 pH 计:pH 精度为 0.1。

3.5.4 分析步骤

3.5.4.1 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 硝酸,加热煮沸,保持微沸 30 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,摇匀后定容。

3.5.4.2 从容量瓶中量取 $25\text{ mL} \pm 0.05\text{ mL}$ 的试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加水 100 mL,充分振荡后用氨水调节溶液 pH5.5,加 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,再滴加 4 滴二甲酚橙指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液出现黄色突变并保持 30 s,记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.5.5 结果计算

氧化铅的含量以氧化铅(PbO)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{\left[\left(cV - \frac{m w_3}{M_1 \frac{500}{25}} \right) / 1,000 \right] M_2}{(25/500)m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- c ——EDTA 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 EDTA 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 ——氧化铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=223.20$);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- 25 ——所量取的试液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 500 ——试液定容的体积的数值,单位为毫升(mL);
- w_3 ——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。

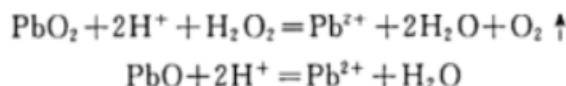
3.5.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.5%。

3.6 铅含量的测定

3.6.1 原理

试料用稀硝酸和过氧化氢溶解后在 pH5.5 时以二甲酚橙指示液用 EDTA 标准滴定溶液滴定至黄色,并保持 30 s。



3.6.2 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。

3.6.2.1 硝酸(1+3)。

3.6.2.2 过氧化氢(30%)。

3.6.2.3 氨水。

3.6.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):100 g 乙酸钠溶于适量水中,加入 15 mL 冰醋酸,稀释至 500 mL。

3.6.2.5 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。

3.6.2.6 二甲酚橙指示剂溶液:0.5%水溶液。

3.6.3 仪器

3.6.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.6.3.2 pH 计:pH 精度为 0.1。

3.6.4 分析步骤

3.6.4.1 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 硝酸和 5 mL 过氧化氢,加热煮沸,保持微沸 30 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,摇匀后定容。

3.6.4.2 从容量瓶中量取 25 mL \pm 0.05 mL 的试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加水 100 mL,充分振荡后用氨水调节溶液 pH5.5,加 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,再滴加 4 滴二甲酚橙指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定溶液出现黄色突变并保持 30 s,记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.6.5 结果计算

铅的含量以单质铅(Pb)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{\left[\left(cV - \frac{mw_3}{M_1 \frac{500}{25}} \right) / 1\,000 \right] M_2}{(25/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c ——EDTA 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 EDTA 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 ——铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=207.2$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

25 ——所量取的试液的体积的数值,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。

3.6.6 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%。

3.7 二氧化铅含量的测定

3.7.1 原理

根据铅含量和氧化铅含量计算出二氧化铅的含量。

3.7.2 结果计算

二氧化铅的含量以二氧化铅(PbO_2)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \left(w_5 - w_4 \times \frac{207.2}{223.2} \right) \times \frac{239.2}{207.2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

207.2——铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

223.2——氧化铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

239.2——二氧化铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

w_4 ——氧化铅的质量分数的数值;

w_5 ——铅的质量分数的数值。

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。

3.7.3 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 粒度的测定

3.8.1 原理

将一定量的试料置于标准筛上,借助于震动,通过一系列不同孔径筛网,依次筛分称量,即可计算各种粒度的组成。

3.8.2 仪器

3.8.2.1 试验筛:试验筛应符合 GB/T 6003.1 的要求。筛框尺寸为 $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$,筛网的筛孔尺寸应符合 GB/T 6005 的要求,分别为:1 600 μm 、1 000 μm 、850 μm 、800 μm 、700 μm 、630 μm 、500 μm 、450 μm 、400 μm 、315 μm 、250 μm 、200 μm 、180 μm 、160 μm 、154 μm 、140 μm 、100 μm 、80 μm 、76 μm 、71 μm 、60 μm 。GB/T 6005 中没有规定的筛孔尺寸由供需双方协商确定。经供需双方协商,也可采用 GB/T 6003.2 或 GB/T 6003.3 中规定的试验筛。

3.8.2.2 震筛机:为偏心振动式震筛机(即在振筛过程中,能使试验筛按圆周摇动和上下振动)。摇动频率为 290 次/min,并振击 145 次。

3.8.2.3 天平:最大称量 500 g,精度 0.01 g。

3.8.2.4 秒表。

3.8.3 分析步骤

3.8.3.1 称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于清洁的规定孔径的试验筛上。

3.8.3.2 将试料(3.7.3.1)置于最上层筛网上,然后加盖,并将系列筛网紧固在震筛机上,振动 30 min。

3.8.3.3 取下系列筛网,分别称量每个筛网上的红丹的质量(m_{i+}),并计算出每个筛网下的红丹的质量(m_{i-})。

3.8.3.4 任一筛网上的红丹小于 0.3%时视为全部通过。

3.8.3.5 筛分损耗量不允许大于 1.0%。大于 1.0%时须重新测定。

3.8.4 结果计算

3.8.4.1 按式(7)分别计算每个筛网上的红丹的质量分数 $w_7(s_{i+})$,数值以%表示:

$$w_7(s_{i+}) = \frac{m_{i+}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$w_7(s_{i+})$ ——第 i 个筛网上的红丹的质量分数,%;

m_{i+} ——第 i 个筛网上的红丹质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

3.8.4.2 按式(8)分别计算每个筛网下的红丹的质量分数 $w_8(s_{i-})$,数值以%表示:

$$w_8(s_{i-}) = \frac{m_{i-}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$w_8(s_{i-})$ ——第 i 个筛网下的红丹的质量分数,%;

m_{i-} ——第 i 个筛网下的红丹质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。



www.bzxz.net

免费标准下载网