



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1732.10—2014
代替 SN/T 1732.10—2006

烟花爆竹用烟火药剂 第 10 部分：硫含量的测定

Pyrotechnic composition used for fireworks and firecracker—
Part 10: Determination of sulphur content

2014-04-09 发布

2014-11-01 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 1732《烟花爆竹用烟火药剂》共分为 13 部分：

- 第 1 部分：钡含量的测定；
- 第 2 部分：重铬酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：锌含量的测定；
- 第 4 部分：铜含量的测定；
- 第 5 部分：钛含量的测定；
- 第 6 部分：锶含量的测定；
- 第 7 部分：铅含量的测定；
- 第 8 部分：钠含量的测定；
- 第 9 部分：镁含量的测定；
- 第 10 部分：硫含量的测定；
- 第 11 部分：钾含量的测定；
- 第 12 部分：红磷含量的测定；
- 第 13 部分：硼酸含量的测定。

本部分为 SN/T 1732 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替了 SN/T 1732.10—2006，除了编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准中“试料量”由“约 5 g”修改为“约 2 g~5 g”；
- “适用范围”中增加适用于不低于 1% 单质硫含量的测定，低于此含量建议仪器法测定。

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：广西出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：李湧、肖焕新、李一明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1732.8—2006。

烟花爆竹用烟火药剂

第 10 部分：硫含量的测定

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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律规定的条件。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℃。

1 范围

SN/T 1732 的本部分规定了烟花爆竹用烟火药剂中硫含量测定的方法。
本部分适用于烟花爆竹用烟火药剂中不低于 1% 单质硫含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

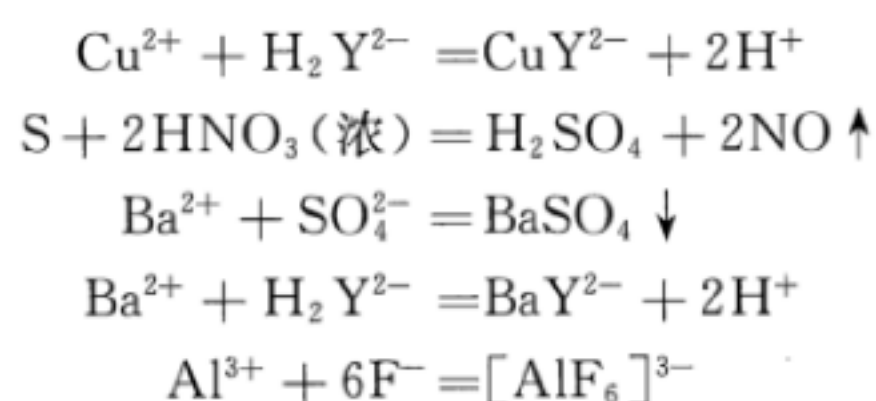
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15813—1995 烟花爆竹成型药剂 样品分离和粉碎

3 原理

试料经适当预处理后，用稀盐酸充分溶解、过滤，用浓硝酸将滤渣中的硫氧化成硫酸，再加入过量的氯化钡溶液，最后用 EDTA 络合滴定法测定溶液中过量的钡离子，从而可计算出硫的含量。

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 中规定的至少 3 级的水。

5.1 无水乙醇。

5.2 丙酮。

5.3 盐酸。

- 5.4 硝酸。
- 5.5 氨水。
- 5.6 盐酸溶液(1+1)。
- 5.7 盐酸溶液(1+20)。
- 5.8 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=6 \text{ mol/L}$]:称取约 240 g 氢氧化钠,精确至 1 g,溶于水中,冷却后用水稀释至 1 000 mL,混匀后装于塑料瓶中。
- 5.9 氯化钡溶液[$c(\text{BaCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$]:称取约 25 g 氯化钡,精确至 1 g,溶于水中,再用水稀释至 1 000 mL,转入 1 L 试剂瓶中。
- 5.10 氟化铵溶液(10%)。
- 5.11 氯化铵-氨水缓冲溶液(pH 10.0):称取 54 g 氯化铵,精确至 0.1 g,溶于水中,加入约 300 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.12 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。
- 5.13 硫酸铜标准滴定溶液[$c(\text{CuSO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]。
- 5.13.1 配制:称量约 25 g 硫酸铜,精确至 1 g,置于 1 000 mL 烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀后用 1 L 试剂瓶中盛装。
- 5.13.2 标定:量取 $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液于 300 mL 三角烧瓶中,用氨水调节 pH 10.0,加入 30 mL 氯化铵-氨水缓冲溶液,加水使溶液体积约为 150 mL,再加 3 滴 PAN 指示液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定,溶液由黄色突变为蓝色并保持 30 s,记录所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积数(V),同时做空白试验。
- 5.13.3 按式(1)计算硫酸铜标准滴定溶液的浓度:

$$c = \frac{c_0 V}{(V_1 - V_2)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——硫酸铜标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c_0 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——量取乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试验溶液所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

- 5.14 PAN 指示液(0.5%乙醇溶液)。

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 分析天平:精度为 0.01 mg。
- 6.3 pH 计:pH 精度为 0.1。
- 6.4 球形回流冷凝装置。

7 试样的制备

- 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 称取约 2 g~5 g 试样(精确到 0.1 mg)于干燥的 300 mL 烧杯中,用约 100 mL 无水乙醇和 100 mL

丙酮分多次洗涤,充分搅拌后用快速滤纸过滤(过滤时应尽量将试料留在烧杯里),静置使滤纸和烧杯中的无水乙醇和丙酮基本挥发后,把滤纸转移到烧杯中。

8.2 向 8.1 烧杯中缓慢滴加盐酸(5.6),待其反应不是很剧烈时,再加 100 mL 盐酸(5.6),将烧杯置于电炉上保持微沸 30 min。静置 10 min,待其冷却至室温再用滤纸过滤(过滤时应将盐酸不溶物全部转移到滤纸上),用水多次洗涤。

8.3 将 8.2 中的滤纸及滤渣转移到 300 mL 磨口三角烧瓶中。分别加入 100 mL 硝酸、50 mL 盐酸(5.3)后装上回流冷凝管,在沸水浴中加热回流 4 h,冷却到室温后,加入适量的氢氧化钠溶液中和过量的酸,冷却到室温后用快速滤纸过滤到 500 mL 的容量瓶中,定容。

8.4 从 8.3 的容量瓶中量取 20 mL±0.05 mL 的试验溶液置于 300 mL 烧杯中,加入 25 mL±0.05 mL 的氯化钡溶液,用氨水调节至 pH 7.0,摇匀后静置 30 min,用滤纸过滤,并用盐酸(5.7)和水充分洗涤,洗液和滤液一并转移到 500 mL 三角烧瓶中。

8.5 向 8.4 三角烧瓶中加入 20 mL 氟化铵溶液,充分摇匀,静置 3 min 后再加入 50 mL±0.05 mL 的 EDTA 标准滴定溶液,用氨水调溶液 pH 10.0,加入 30 mL 氯化氨-氨水缓冲溶液,充分摇匀后静置 10 min,加 5 滴 PAN 指示液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色,保持 30 s 不变,记录所消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积数(V_1)。同时做空白试验,并记录所耗硫酸铜标准滴定溶液体积数(V_0)。

9 结果计算

硫含量以硫的质量百分数 w 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\,000]M}{(20/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫酸铜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酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=32.064$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

20 ——所量取的试验溶液体积的数值,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。

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	0.5
1~10	0.1

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

烟花爆竹用烟火药剂

第 10 部分:硫含量的测定

SN/T 1732.10—2014

*

中国标准出版社出版

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)

总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字

2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

印数 1—1 300

*

书号:155066·2-27874 定价 14.00 元



SN/T 1732.10-2014