



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分： 氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —
Part 7: Chlorates content by chemical titration analysis

(ISO 22863-7:2021)

草案版次选择

本稿完成时间：2024-03-20

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 安全要求	1
6 试剂	1
7 仪器及设备	2
8 准备工作	2
9 分析	错误！未定义书签。
10 试验报告	错误！未定义书签。

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用国际标准《烟花 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法》（ISO 22863.7-2021）。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省烟花爆竹产品安全质量检验中心

本文件主要起草人：张姜

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第3部分：铅和铅化合物含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分：粒度小于40 μm 铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第10部分：硝化纤维素中氮含量的测定 硫酸亚铁滴定法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第11部分：磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第12部分：苦味酸含量的测定 高效液相色谱法

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法

1 范围

本文件规定了通过化学滴定分析测定烟火药成分中氯酸盐含量的定性和定量分析方法，最低检测限 ClO_3^- 为 1000 mg/kg 。

本文件适用于烟花爆竹烟火药中氯酸盐含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 XXXXX 烟花-特定化学物质的检测方法-第1部分：总则

3 术语和定义

GB/T XXXXX.1给出的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

4.1 定性分析

如果有，将样品中的氯酸盐溶解在水中，然后在强酸性条件下通过盐酸苯胺的特殊显色反应检测氯酸盐的存在。

4.2 定量分析

用乙醇提取样品后，氯酸盐溶解在热水中，并与过量的硫酸亚铁铵溶液完全反应。然后用重铬酸钾标准溶液滴定试样溶液中硫酸亚铁铵的剩余含量。根据（1）样品溶液滴定中消耗的重铬酸钾标准溶液体积和（2）空白滴定中消耗的重铬酸钾体积之间的差值，计算样品试验溶液中氯酸盐的初始含量，空白滴定中的溶液含有与添加到样品试验溶液中相同数量的硫酸亚铁铵。

5 安全要求

实验室操作应符合适当的安全要求：特别是对于易燃、易爆、剧毒和其他危险材料和样品，以及强酸、强碱和其他腐蚀性材料，操作人员应穿戴适当的防护设备，并遵守适当的安全规则。

应对突发事件或无法控制的反应采取特殊措施。

6 试剂

除特殊规定外，应使用分析纯试剂、蒸馏水或去离子水或同等纯度的水。

- 6.1 盐酸： $\rho = 1.19 \text{ g/ml}$ 。
- 6.2 盐酸苯胺溶液：5克盐酸苯胺溶解在50毫升盐酸（6.1）中
- 6.3 乙醇溶液（1份乙醇+1份水）
- 6.4 氯化钡溶液（15克氯化钡+3克氢氧化钾溶于100毫升水中）
- 6.5 硫酸： $\rho = 1.84 \text{ g/ml}$
- 6.6 磷酸： $\rho = 1.87 \text{ g/ml}$
- 6.7 硫酸亚铁铵溶液（39.2 g/l）
- 6.8 硫酸（6.5）和5 ml 磷酸（6.6）的混合酸（20 ml）（缓慢加入50 ml 水中，使用前冷却）
- 6.9 二苯胺磺酸钠溶液0.5 %（0.5g 二苯胺磺酸钠溶解于100 ml 水中，加入1滴硫酸（6.5））
- 6.10 重铬酸钾：一级纯（一级标准试剂质量）
- 6.11 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/l}$ ，制备如下：

将4.9035 g重铬酸钾放入250 ml烧杯中，加入适量水直至完全溶解，然后将所有重铬酸钾放入1000 ml容量瓶中，加水至刻度，搅拌均匀。

7 仪器及设备

- 7.1 分析天平：精度0.1 mg
- 7.2 滤纸
- 7.3 烧杯：200 毫升
- 7.4 电热板：能达到300° C
- 7.5 砂芯坩埚：过滤器：孔径 $3\mu\text{m} \sim 4\mu\text{m}$
- 7.6 吸滤瓶：500 毫升
- 7.7 容量瓶：250 毫升
- 7.8 刻度吸管：50 毫升
- 7.9 锥形瓶：300 毫升
- 7.10 酸性滴定管：50 毫升

8 准备工作

按GB/T XXXXX.1制备样品。

9 程序

9.1 概述

分析程序可从步骤9.2开始。如果定性分析中的测试结果为阴性(-)，则得出样品中不含氯酸盐的结论。否则，继续进行定量分析程序的步骤9.3，以确定氯酸盐的含量。在适当的情况下，定性分析的步骤9.2也可以省略，定量分析直接从步骤9.3开始。

9.2 定性分析

9.2.1 样本量

使用分析天平（7.1）取0.1g样品。

9.2.2 消解过程

将样品（9.2.1）放置在滤纸（7.2）的中心，在其上添加1滴水，等待水在样品中扩散。

在湿润样品的中心添加1滴盐酸苯胺溶液（6.2），使其在样品中扩散到滤纸的侧面。如果滤纸上没有带紫色环的蓝色，则可以断定不存在氯酸盐，结果为负（-）；否则，结果为阳性（+），然后根据步骤9.3测定样品中氯酸盐的含量。

9.3 定量分析

9.3.1 样本量

使用分析天平（7.1）取一个1.0 g样品复制样品。

9.3.2 一般要求

应立即逐个对两个样品进行分析。

9.3.3 试验程序

将样品（9.2.1）放入烧杯（7.3）中，用少量乙醇溶液（6.3）湿润，加入10mL氯化钡溶液（6.4），加入20mL水，在电热板（7.4）上加热至沸腾2分钟~3分钟。从电热板中取出溶液，等待40分钟。

将溶液转移到砂芯坩埚（7.5）中，让其过滤。用水连续冲洗残渣5~6次，在烧杯（7.1）中获得总共100毫升的洗涤水。将洗涤水过滤到吸滤瓶（7.6）中。将吸入过滤器瓶中的内容物倒入容量瓶（7.7）。

清洗烧杯和吸滤瓶，并将用过的洗涤水倒入与之前相同体积的瓶子中。冷却，加水至250毫升刻度，然后混合。

用刻度吸管（7.8）从上一步中提取50毫升溶液，将其放入锥形瓶（7.9）中，添加50毫升硫酸亚铁铵溶液（6.7），添加40毫升混合酸（6.8），混合，等待10分钟，加入2毫升二苯胺磺酸钠（6.9），然后加入重铬酸钾标准溶液（6.10），直到溶液变成紫色，作为滴定过程的终点。

空白试验应与不含氯酸盐的空白溶液平行进行，空白溶液由来自与上述洗涤过程用水相同来源的水制成，并添加硫酸亚铁铵溶液（6.7）、混合酸（6.8）和二苯胺磺酸钠（6.9），比例与样品试验溶液相同。

9.3.4 计算

使用公式（1）计算两个样品的氯酸盐含量（以 $\text{ClO}_3^{-1}\%$ 计）：

$$W = \frac{(V - V_0) \cdot c \cdot M}{6m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W ——样品的氯酸盐含量，%；

c ——铬酸钾标准溶液的准确值，单位为摩尔/升（mol/l）；

V_0 ——空白试验中重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（ml）；

V ——试样试验中重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（ml）；

M ——氯酸根的摩尔质量（ $M=83.45 \text{ g/mol}$ ）

m ——样品的质量，单位为克（g）。

测试结果取平均值，用两位小数表示。

9.3.5 准确性

应计算两个结果的绝对差值，并符合表1的规定。

表1 平行结果的绝对差异

氯酸盐质量分数 (%)	平行结果的绝对差异 (%)
<20	≤0.20
20~50	≤0.30
>50	≤0.50

10 检测报告

检测报告应至少包括以下信息：

- 检测实验室的名称和地址；
 - 报告日期；
 - 参考本文件，即GB/T XXXXX-7-XXXX；
 - 根据GB/T XXXX.1对样品信息及其样本准备方式的必要描述；
 - 定性分析和定量分析的识别；
 - 分析结果；
 - 执行检测时发生的任何异常。
-