

ICS 71.100.30
Y 88



中华人民共和国国家标准

GB/T 22781—2008

GB/T 22781—2008

烟花爆竹用钛粉关键指标的测定

Determination of essential parameters of titanium powder for use
in fireworks and firecrackers

中华人民共和国
国家标准
烟花爆竹用钛粉关键指标的测定
GB/T 22781—2008

*

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

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 0.75 字数 15 千字
2010年2月第一版 2010年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40048 定价 16.00 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 22781—2008

2008-12-30 发布

2009-09-01 实施

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

3.6.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.6.3.2 pH 计:精度为 0.1。

3.6.4 分析步骤

3.6.4.1 称取试样约 1 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 60 min。趁热用漏斗经滤纸过滤到 500 mL 容量瓶中,冷却后摇匀,定容。

3.6.4.2 取 25 mL±0.05 mL 试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加入 25 mL±0.05 mL EDTA 溶液,用氨水调溶液至 pH3.5,再加入 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠溶液,煮沸 5 min。待其冷却至室温后用氨水调溶液 pH6.0,加入 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-盐酸缓冲溶液和 4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴至橙红色即为终点。记下消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积数(V₁)。

3.6.4.3 另取 25 mL±0.05 mL 试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加入 10 mL 氟化铵溶液,摇匀,静置 5 min 后加入 25 mL EDTA 溶液,用氨水调溶液至 pH6.0,加入 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-盐酸缓冲溶液和 4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴至橙红色即为终点。记下消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积数(V₂)。

3.6.5 结果计算

铝含量以铝(Al)的质量分数 w₆ 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{c[(V_2 - V_1)/1\ 000]M}{(25/500)m} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

c——氯化锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V₂——加有氟化铵的试液所消耗氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₁——未加氟化铵的试液所消耗氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M——铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),(M=26.982);

m——试料的质量,单位为克(g);

25——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 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应不大于表 2 所列允许差。

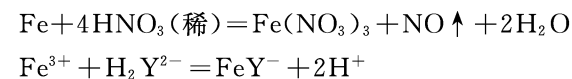
表 2 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差 以 % 表示

铝含量	允许差
≤1	0.1
>1	0.3

3.7 铁含量的测定

3.7.1 原理

试料溶解后,试液在 pH2.0 下以 1% 磺基水杨酸为指示液,用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定至米黄色,并保持 30 s。



3.7.2 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。

3.7.2.1 硝酸(1+5)。

3.7.2.2 盐酸(1+4)。

前 言

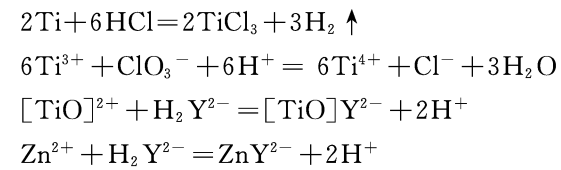
本标准由中国轻工业联合会提出。

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。

本标准主要起草人:肖焕新、吴俊逸、商杰、颜家坤。

后,在 pH6.0 下以二甲酚橙为指示液,用氯化锌标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,溶液变为橙红色即为终点;另一份先加入适量的氟化铵溶液掩蔽四价钛离子,之后再加入一定量的 EDTA 溶液络合,在 pH6.0 下以二甲酚橙为指示液,用氯化锌标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,溶液变为橙红色即为终点。根据两组试验所消耗的氯化锌标准滴定溶液可计算出钛的含量。



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+5)。

3.5.2.2 盐酸。

3.5.2.3 氨水(1+3)。

3.5.2.4 氟化铵溶液(10%)。

3.5.2.5 氯酸钾溶液(10%)。

3.5.2.6 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]:称取 4 g 氢氧化钠,精确到 0.1 g,溶于水中,冷却后,再用水稀释至 1 000 mL,混匀后装于塑料瓶中。

3.5.2.7 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液(pH6.0):取 400 mL 氢氧化钠溶液,加入约 11 g 的邻苯二甲酸氢钾,边加入边搅拌,同时测缓冲液的 pH 值,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.5.2.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液[$c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$]:称取 40.0 g EDTA,精确到 0.1 g,加 1 000 mL 水,加热溶解,冷却,摇匀。

3.5.2.9 氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$]:配制与标定按 GB/T 601 执行。

3.5.2.10 二甲酚橙指示液(0.5%)。

3.5.3 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

3.5.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.5.3.2 pH 计:精度为 0.1。

3.5.4 分析步骤

3.5.4.1 称取试样约 1 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 60 min。趁热用漏斗经滤纸过滤,用蒸馏水多次洗涤后滤渣连同滤纸一并放入 500 mL 烧杯中。

3.5.4.2 向烧杯中加 80 mL 盐酸,将烧杯放在电炉上微沸 90 min,在煮沸过程中不断加适量盐酸以保证溶液不被蒸干。待其稍冷却后用新滤纸过滤至 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水多次洗涤。

3.5.4.3 往容量瓶中加入适量氯酸钾溶液至溶液呈淡黄绿色,摇匀,定容。

3.5.4.4 从容量瓶中量取两份 25 mL \pm 0.05 mL 试液分别置于两个 300 mL 三角烧瓶中。

3.5.4.5 一份试液中加入 25 mL \pm 0.05 mL EDTA 溶液,充分摇匀,用氨水调溶液至 pH6.0,加 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液和 5 滴二甲酚橙指示剂,用氯化锌标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,滴至溶液由黄色突变为橙红色即为终点。记下突变时所耗氯化锌标准滴定溶液的体积数(V_1)。

3.5.4.6 另一份试液中先加入 10 mL 氟化铵溶液,摇匀后静置 5 min,再加入 25 mL \pm 0.05 mL EDTA 溶液,充分摇匀,用氨水调溶液至 pH6.0,加 30 mL 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液和 5 滴二甲酚橙指示剂,用氯化锌标准滴定溶液返滴过量的 EDTA,滴至溶液由黄色突变为橙红色即为终点,记下突变时所耗氯化锌标准滴定溶液的体积数(V_0)。

3.5.5 结果计算

纯度以钛(Ti)的质量百分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

烟花爆竹用钛粉关键指标的测定

1 范围

本标准规定了烟花爆竹用钛粉中盐酸不溶物含量、水分含量、粒度、纯度、铝含量和铁含量的测定方法。

本标准适用于烟花爆竹用钛粉中盐酸不溶物含量、水分含量、粒度、纯度、铝含量和铁含量的测定。

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 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 菲罗啉分光光度法(GB/T 3049—2006,ISO 6685:1982,IDT)

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 6003.1—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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

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 °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 盐酸不溶物含量的测定

3.2.1 原理

试料用盐酸溶解后过滤,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。

盐酸(1+1)。

3.2.3 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

3.2.3.1 电热鼓风干燥箱:可控温度 105 °C \pm 2 °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。坩埚试验前用盐酸浸泡 24 h,用水洗至中性后,在 105 °C 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。

3.2.3.5 干燥器。