



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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 6003.3—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 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℃ 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

试样用盐酸溶解后过滤，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℃ ± 2℃。

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℃ 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。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 500 mL 烧杯中。

3.2.4.2 向烧杯中加入 20 mL 水,缓慢滴加盐酸,待其剧烈反应消退时缓慢加入 150 mL 盐酸,加热煮沸,保持微沸 60 min。

3.2.4.3 冷却后用已称量的砂芯坩埚过滤,并用水洗涤至中性,将砂芯坩埚连同滤渣一并在 105 °C 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 平行测定两份试样,取其平均值。

3.2.5 结果计算

盐酸不溶物的质量分数以 w_1 计,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 ——砂芯坩埚和盐酸不溶物的质量,单位为克(g);

m_2 ——砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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。

3.2.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

以 % 表示

盐酸不溶物含量	允许差
≤1	0.05
>1	0.1

3.3 水分含量的测定

3.3.1 原理

试样干燥后,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 °C ± 2 °C。

3.3.2.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.3.2.3 称量瓶。

3.3.2.4 干燥器。

3.3.3 分析步骤

3.3.3.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于已称量的称量瓶中。

3.3.3.2 将称量瓶置于干燥箱中,在 105 °C 下干燥 3 h。

3.3.3.3 打开干燥箱,立即将称量瓶盖好。取出,置于干燥器中,冷却至室温后取出称量。

3.3.3.4 平行测定两份试样,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 ——干燥前试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料和称量瓶的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,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 粒度的测定

3.4.1 原理

将一定量的试料置于标准筛上,借助于振动,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。

3.4.2 仪器

3.4.2.1 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。

3.4.2.2 振筛机:为偏心振动式振筛机(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。

3.4.2.3 天平:最大称量 500 g,精度 0.01 g。

3.4.2.4 秒表。

3.4.3 分析步骤

3.4.3.1 称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于清洁的规定试验筛上。

3.4.3.2 将试料(3.4.3.1)置于最上层筛网上,然后加盖,并将系列筛网紧固在振筛机上,振动 30 min。

3.4.3.3 取下系列筛网,分别称量每个筛网上的钛粉的质量(m_{i+}),并计算出每个筛网下的钛粉的质量(m_{i-})。

3.4.3.4 任一筛网上的钛粉小于 0.3% 时视为全部通过。

3.4.3.5 筛分损耗量不允许大于 1.0%,大于 1.0% 时应重新测定。

3.4.4 结果计算

3.4.4.1 按式(3)分别计算每个筛网上的钛粉的质量分数 $w_1(s_{i+})$,数值以%表示:

$$w_1(s_{i+}) = \frac{m_{i+}}{m} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

$w_1(s_{i+})$ ——第 i 个筛网上钛粉的质量分数,%;

m_{i+} ——第 i 个筛网上钛粉的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

3.4.4.2 按式(4)分别计算每个筛网下的钛粉的质量分数 $w_2(s_{i-})$,数值以%表示:

$$w_2(s_{i-}) = \frac{m_{i-}}{m} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中:

$w_2(s_{i-})$ ——第 i 个筛网下钛粉的质量分数,%;

m_{i-} ——第 i 个筛网下钛粉的质量,单位为克(g);

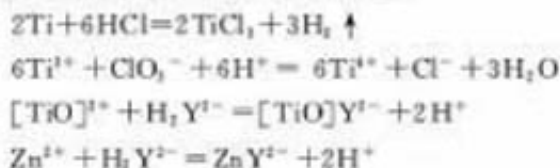
m ——试料的质量,单位为克(g)。

3.5 纯度的测定

3.5.1 原理

试料溶解后把钛离子全部氧化成四价钛离子,分别取两份试液,一份用一定量的 EDTA 溶液络合

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氯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 氯化铵溶液(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 $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 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 $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 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 氯化铵溶液,摇匀后静置 5 min,再加入 $25 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 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_2)。

3.5.5 结果计算

纯度以钛(Ti)的质量百分数 w_{Ti} 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_{\text{Al}} = \frac{c[(V_0 - V_1)/1\,000]M}{(25/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_0 ——加有氯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);
 V_1 ——未加氯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),($M=47.867$);
 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)。

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。

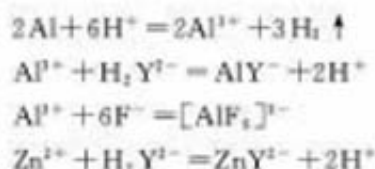
3.5.6 允许差

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 铝含量的测定

3.6.1 原理

试料溶解后分别取两份试液,一份用一定量的 EDTA 溶液络合后,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氯化铵溶液掩蔽铝离子,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铝的含量。



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 盐酸。

3.6.2.2 硝酸(1+5)。

3.6.2.3 氨水(1+2)。

3.6.2.4 氯化铵溶液(20%)。

3.6.2.5 氯酸钾溶液(10%)。

3.6.2.6 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$]:称取 4.0 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。

3.6.2.7 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(3.6.2.6),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。

3.6.2.8 邻苯二甲酸氢钾-盐酸缓冲溶液(pH3.5):称取约 11 g 邻苯二甲酸氢钾,溶于适量水中,加入约 1 mL 盐酸(3.6.2.1),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。

3.6.2.9 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。

3.6.2.10 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。

3.6.2.11 二甲酚橙指示液:0.5%水溶液。

3.6.3 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

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 \pm 0.05 mL 试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加入 25 mL \pm 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(V_1)。

3.6.4.3 另取 25 mL \pm 0.05 mL 试液置于 300 mL 三角烧瓶中,加入 10 mL 氯化铵溶液,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(V_2)。

3.6.5 结果计算

铝含量以铝(Al)的质量分数 w_{Al} 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_{\text{Al}} = \frac{c[(V_2 - V_1)/1\,000]M}{(25/500)m} \times 100 \quad \text{.....(6)}$$

式中:

c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——加有氯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);

V_1 ——未加氯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)。

3.7.2.3 氨水(1+4)。

3.7.2.4 硫氰酸钾溶液(15%)。

3.7.2.5 盐酸缓冲溶液(pH2.0):量取0.8 mL浓盐酸,缓慢加入烧杯中,边稀释边用pH计测其pH值,加水稀释至1 000 mL,混匀。

3.7.2.6 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。

3.7.2.7 磺基水杨酸指示液(1%)。

3.7.3 仪器

实验室常用仪器和以下装置:

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

3.7.3.2 pH计:精度为0.1。

3.7.3.3 分析天平:精度为0.1 mg。

3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 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。

3.7.4.2 从容量瓶中量取10 mL试液于试管中,加入10滴硫氰酸钾溶液,振荡,若无血红色出现,则铁含量为零。如有,则进行3.7.4.3。

3.7.4.3 从容量瓶中量取50 mL ± 0.05 mL试液置于300 mL三角烧瓶中,加水20 mL,充分振荡后用氨水和盐酸调节溶液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)。

3.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{(V/1\,000)cM}{(50/500)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V——试液所消耗EDTA标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——EDTA标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),($M=55.845$);

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)。

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。

3.7.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值应不大于表3所列允许差。

表3 重复性条件下所得两个单次分析值的允许差

以%表示

铁含量	允许差
≤ 1	0.1
> 1	0.3

3.7.7 其他

铁含量的测定亦可按GB/T 3049的有关规定执行。