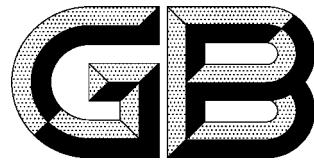


ICS 71.060.50
G 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 4553—2016
代替 GB/T 4553—2002

工业 硝 酸 钠

Sodium nitrate for industrial use

2016-12-13 发布

2017-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4553—2002《工业硝酸钠》，与 GB/T 4553—2002 相比，主要技术变化如下：

- 根据产品的不同用途，增加了产品的分类（见第 4 章）；
- 由于对产品进行了分型，因此对技术要求进行相应的调整（见 5.2, 2002 年版 3.2）；
- 氯化物含量的测定中增加了银量法（见 6.6.2, 2002 年版 4.3）；
- 铵含量的测定中增加了纳氏试剂比色法（见 6.10.2, 2002 年版 4.8）；
- 增加了硼酸含量的测定方法（见 6.12）；
- 增加了硼含量的测定方法（见 6.13）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本标准起草单位：浙江联大化工股份有限公司、杭州龙山化工有限公司、山东海化华龙硝铵有限公司、襄阳泽东化工集团有限公司、应城市新都化工有限责任公司、重庆新申世纪化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：余荣华、邓乐平、王金忠、邢锋、熊彰、申静、陆思伟、何肖廉、王莹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4553—1984、GB/T 4553—1993、GB/T 4553—2002。

工业硝酸钠

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 5 类第 5.1 项氧化性物质,操作时应小心谨慎。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。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业硝酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硝酸钠。该产品主要用于太阳能熔盐、搪瓷、玻璃、染料、冶金等行业。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 梅量法

GB/T 3600—2000 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法

GB/T 6678 化工产品采样总则

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 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 12684—2006 工业硼化物 分析方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:NaNO₃

相对分子质量:84.99(按 2013 年国际相对原子质量)。

4 分类

工业硝酸钠分为熔盐型和一般工业型,其主要用途如下:

——熔盐型产品主要用于太阳能熔盐制备；
 ——一般工业型产品主要用于搪瓷制造业的助溶剂、氧化剂、玻璃制造业的脱色剂、消泡剂，也可应用于染料、冶金等工业。

5 要求

5.1 外观：工业硝酸钠为白色结晶或细小结晶，允许带浅灰色、浅黄色或淡粉红色。

5.2 工业硝酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标											
	熔盐型			一般工业型								
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品						
硝酸钠(NaNO_3), $w/\%$ \geqslant	99.9	99.7	99.5	99.7	99.3	98.0						
水分, $w/\%$ \leqslant	0.2	0.5	0.7	0.5	1.5	2.0						
水不溶物, $w/\%$ \leqslant	0.004	0.02	0.03	0.02	0.03	—						
氯化物(以 NaCl 计), $w/\%$ \leqslant	0.01	0.04	0.05	0.03	0.30	—						
亚硝酸钠(NaNO_2), $w/\%$ \leqslant	—	—	—	0.01	0.02	0.10						
碳酸钠(Na_2CO_3), $w/\%$ \leqslant	0.01	0.03	0.06	0.05	0.05	0.10						
硝酸钙[$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$], $w/\%$ \leqslant	0.01	0.03	0.06	0.03	—	—						
硝酸镁[$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$], $w/\%$ \leqslant	0.01	0.03	0.06	0.03	—	—						
铁(Fe), $w/\%$ \leqslant	0.001	0.002	0.004	0.002	0.005	0.005						
硼酸(H_3BO_3), $w/\%$ \leqslant	—			0.1	0.2	—						
松散度, $w/\%$ \geqslant	90											
熔盐型产品中铵盐(以 NH_4 计)、硼(B)含量按本标准中规定的测定方法进行测定时不应检出。												
熔盐型产品不应加防结块剂。												
注 1：除水分、铁、松散度指标外，其他指标均以干基计。												
注 2：水分以出厂检验结果为准。												
注 3：硼酸指标为硼酸联产硝酸钠产品控制指标。												
注 4：一般工业型松散度指标为加防结块剂产品控制项。												

6 试验方法

6.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

大于 0.1%。

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 试剂

二苯胺-硫酸溶液:称取 1 g 二苯胺溶于 100 mL 硫酸中。

6.5.2 仪器、设备

6.5.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.5.2.2 玻璃砂坩埚: 滤板孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

6.5.3 分析步骤

称取约 100 g 试样, 精确至 0.1 g。置于 400 mL 烧杯中, 加约 150 mL 水, 加热至沸, 使试样完全溶解。用预先于 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤, 用热水洗至残渣无硝酸根离子为止(以二苯胺-硫酸溶液检查时无蓝色)残渣连同玻璃砂坩埚于 105 °C ± 2 °C 下干燥至质量恒定。

6.5.4 结果计算

水不溶物含量的质量分数 w_3 , 按式(4)计算:

式中：

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数；

m_2 ——干燥至质量恒定后水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥至质量恒定后玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值熔盐型优等品应不大于0.0005%,熔盐型一等品、合格品和一般工业型优等品、一等品应不大于0.008%。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 汞量法(仲裁法)

6.6.1.1 方法提要

以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞溶液滴定试验溶液中的氯离子。

6.6.1.2 试剂

6.6.1.2.1 尿素。

6.6.1.2.2 其他同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

6.6.1.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.6.1.4 分析步骤

6.6.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 100 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中, 加约 150 mL 水, 加热至沸, 使试样完全溶

解,冷却至室温。全部移入 500 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试验溶液 A,用于氯化物、亚硝酸钠、硝酸钙、硝酸镁、碳酸钠、铵盐含量的测定。

6.6.1.4.2 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加 50 mL 水, 加 3 g 尿素, 加热溶解。在微沸下滴加硝酸(1+1)溶液至无细小气泡产生, 冷却加 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液, 用氢氧化钠(1 mol/L)溶液调至溶液呈蓝色, 再用硝酸(1 mol/L)溶液调至溶液由蓝色变黄色再过量 2 滴~6 滴。加入 1.0 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液, 以微量滴定管用浓度 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 为 0.05 mol/L 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。记录所用硝酸汞标准滴定溶液的体积。此溶液在使用前制备。

6.6.1.4.3 测定

用移液管移取 50 mL(V₂)试验溶液 A(6.6.1.4.1), 置于 250 mL 锥形瓶中。加 3 g 尿素, 加热溶解。在微沸下滴加硝酸(1+1)溶液至无细小气泡产生, 冷却。加 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液, 用氢氧化钠(1 mol/L)溶液调至溶液呈蓝色, 再用硝酸(1 mol/L)溶液调至溶液由蓝色变黄色再过量 2 滴~6 滴。加 1.0 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液, 用浓度 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 为 0.05 mol/L 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为与参比溶液相同的紫红色为终点。含汞废液的处理按 GB/T 3051—2000 附录 D 进行操作。

6.6.1.5 结果计算

氯化物以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_4 计,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m(1 - w_2)(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

V ——测定时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——制备参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.6.4.1.3 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值, 单位为克(g);

M — 氯化物(以 NaCl 计)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值熔盐型优等品应不大于0.002%,熔盐型一等品、合格品和一般工业型优等品应不大于0.005%,一般工业型一等品应不大于0.01%。

6.6.2 银量法

6.6.2.1 方法提要

在中性或微碱性条件下,以铬酸钾为指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定试验溶液中的氯离子。

6.6.2.2 试剂

6.6.2.2.1 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.6.2.2.2 铬酸钾溶液:100 g/L。

6.6.2.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.6.2.4 分析步骤

用移液管移取 50 mL(V₂)试验溶液 A(6.6.1.4.1), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加水至约 100 mL, 加 0.5 mL 铬酸钾溶液。用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液生成砖红色悬浮物不消失即为终点。同时做空白试验。

6.6.2.5 结果计算

氯化物以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_4 计,按式(6)计算:

式中：

V ——滴定试验溶液时间消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 —— 6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——6.6.2.4 中移取试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值, 单位为克(g);

M — 氯化物(以 NaCl 计)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)(*M*=58.44)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值熔盐型优等品应不大于0.002%,熔盐型一等品、合格品和一般工业型优等品应不大于0.005%,一般工业型一等品应不大于0.01%。

6.7 亚硝酸钠含量的测定

6.7.1 方法提要

用试验溶液滴定酸性高锰酸钾标准溶液,试料中的亚硝酸盐可使高锰酸钾还原,使其颜色消退。根据试验溶液消耗量计算亚硝酸钠含量。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 硫酸溶液:1+20。

6.7.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 100 mL 按 HG/T 3696.1 制备的高锰酸钾标准滴定溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

6.7.3 分析步骤

在 250 mL 锥形瓶中加入约 50 mL 硫酸溶液, 加热至 40 ℃~50 ℃。用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至淡粉色后再准确加入 1.00 mL(V)。用试验溶液 A(6.6.1.4.1)滴定锥形瓶中的高锰酸钾标准滴定溶液至淡粉色为止, 记录消耗试验溶液 A(6.6.1.4.1)的体积数值(V_2)。

6.7.4 结果计算

亚硝酸钠含量以亚硝酸钠(NaNO_2)的质量分数 w_5 计,按式(7)计算:

式中.

V ——准确加入高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 —— 6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 —— 6.7.3 中滴定时消耗试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 —— 6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试剂的质量的数值, 单位为克(g);

M —— 亚硝酸钠($1/2\text{NaNO}_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=34.49$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值一般工业型优等品、一等品应不大于0.003%,一般工业型合格品应不大于0.02%。

6.8 碳酸钠含量的测定

6.8.1 方法提要

以溴甲酚绿-甲基红为指示剂,用硫酸标准滴定溶液滴定。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.8.2.2 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

6.8.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL(V₂)试验溶液 A(6.6.1.4.1), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 3 滴~4 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸 2 min, 迅速冷却, 继续用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液呈暗红色为止。

6.8.4 结果计算

碳酸钠含量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w_6 计,按式(8)计算:

式中：

V ——滴定时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 —— 6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——6.8.3 中所移取试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c —— 硫酸标准滴定溶液浓度的准确

$w_2 = 6.4$ 中测得的水分的质量分数:

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值, 单位为克(g);

M — 碳酸钠($1/2 \text{NaCO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 52.99$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值熔盐型优等品、一等品应不大于0.002%,熔盐型合格品和一般工业型优等品、一等品应不大于0.005%,一般工业型合格品应不大于0.02%。

6.9 硝酸钙、硝酸镁含量的测定

6.9.1 方法提要

调节溶液 $\text{pH} \geq 12.5$, 以钙试剂羧酸钠盐为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定硝酸钙。再以铬黑 T 为指示剂, 在 $\text{pH} \approx 10$ 时用同浓度的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定硝酸钙和硝酸镁总量。以两次滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积之差计算硝酸镁含量。

6.9.2 试剂

- 6.9.2.1 盐酸溶液:1+1。
 - 6.9.2.2 氢氧化钠溶液:80 g/L。
 - 6.9.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH} \approx 10$)。
 - 6.9.2.4 三乙醇胺溶液:1+2。
 - 6.9.2.5 硫化钠溶液:100 g/L。
 - 6.9.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.005 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 100 mL 按 HG/T 3696.1 制备的 $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。
 - 6.9.2.7 钙试剂羧酸钠盐指示剂。
 - 6.9.2.8 铬黑 T 指示剂。

6.9.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL(V₂)试验溶液 A(6.6.1.4.1), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 1 滴~2 滴盐酸溶液, 加 2 mL 三乙醇胺溶液、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、约 50 mg 铬黑 T 指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积 V, 用于计算硝酸镁含量。

另用移液管移取 50 mL(V_2)试验溶液 A(6.6.1.4.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加 1 滴～2 滴盐酸溶液，2 mL 三乙醇胺和 2 mL 硫化钠溶液，加入 5 mL 氢氧化钠溶液，加约 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积 V_0 ，用于计算硝酸钙含量。

6.9.4 结果计算

硝酸钙含量以硝酸钙 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2]$ 的质量分数 w_7 计,按式(9)计算:

$$w_7 = \frac{V_0 \times c \times M \times 10^{-3}}{m \times (1 - w_2) (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

式中：

V_0 ——滴定硝酸钙时消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 —— 6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——6.9.3 中所移取试验溶液 A 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——硝酸钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=164.1$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%。

硝酸镁含量以硝酸镁[Mg(NO₃)₂]的质量分数 w_8 计,按式(10)计算:

$$w_8 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m \times (1 - w_2)(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (10)$$

式中:

V ——滴定硝酸钙、硝酸镁含量时消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定硝酸钙时消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.9.3 中所移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=148.3$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%。

6.10 铵盐含量的测定

6.10.1 甲醛法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

同 GB/T 3600—2000 第 3 章。

6.10.1.2 试剂

同 GB/T 3600—2000 中 4.1。

6.10.1.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL(V_2)试验溶液 A(6.6.1.4.1),置于 250 mL 锥形瓶中。以下操作按 GB/T 3600—2000 的 4.3 从“再加 1 滴甲基红指示液……”开始进行操作,同时做空白试验。

6.10.1.4 结果计算

铵盐含量以硝酸铵(NH₄NO₃)的质量分数 w_9 计,按式(11)计算:

$$w_9 = \frac{(V - V_0)c \times M \times 10^{-3}}{m \times (1 - w_2)(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (11)$$

式中:

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.10.3 中所移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=80.04$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于0.02%。

6.10.2 纳氏试剂比色法

6.10.2.1 方法提要

在碱性溶液中,游离氨或结合铵与纳氏试剂反应,产生淡黄色到棕色的难溶化合物,铵含量较高时,生成物为红褐色沉淀,铵含量较低时,则形成稳定的悬浮液,可用于铵盐的目视比色法测定。

6.10.2.2 试剂

6.10.2.2.1 氢氧化钠溶液:320 g/L。

6.10.2.2.2 纳氏试剂。

6.10.2.2.3 铵标准溶液:1 mL溶液含铵(NH₄)5 μg。用移液管移取5 mL铵杂质标准贮备溶液置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.2.3 测定方法

称取5 g±0.01 g试样,置于150 mL烧杯中,加75 mL水溶解,全部移入100 mL比色管中,加3 mL氢氧化钠溶液及2 mL纳氏试剂,摇匀。所呈黄色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液是取1.00 mL铵标准溶液,移入100 mL比色管中,加水至约75 mL,与同体积的试验溶液同时同样处理。

6.11 硫酸盐含量的测定

6.11.1 重量法(仲裁法)

6.11.1.1 方法提要

用盐酸将硝酸钠转化为氯化钠,在酸性介质中用氯化钡将硫酸根离子沉淀为硫酸钡,称量生成的硫酸钡的质量。

6.11.1.2 试剂

6.11.1.2.1 盐酸。

6.11.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.11.1.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。

6.11.1.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

6.11.1.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.01 g。置于100 mL烧杯中,用少量水润湿,加10 mL盐酸,置于沸水浴上蒸发至干。再加10 mL盐酸再蒸干,重复蒸干3次。加50 mL水溶解残渣,加4 mL盐酸溶液酸化。用中速滤纸过滤,用水洗涤沉淀,至溶液体积约250 mL,煮沸,在不断搅拌下滴加10 mL氯化钡溶液(约90 s滴加完毕)。在不断搅拌下继续煮沸2 min,放置过夜或于沸水浴上放置2 h。用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至无氯离子为止(取5 mL滤液,加1 mL硝酸银溶液混匀,5 min后无沉淀出现)。将滤纸连同沉淀一起移入预先在800 °C±25 °C下灼烧至恒重的瓷坩埚内,在电炉上灰化后置于高温炉中,在800 °C±25 °C下灼烧至质量恒定。

6.11.1.4 结果计算

硫酸盐含量以硫酸钠(Na₂SO₄)的质量分数 w_{10} 计,按式(12)计算:

式中：

m_2 ——灼烧至恒重后瓷坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 — 灼烧至质量恒定后瓷坩埚的质量的数值, 单位为克(g);

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数;

M ——将硫酸钡换算为硫酸钠的系数($M=0.6086$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于0.01%。

6.11.2 目视比浊法

6.11.2.1 方法提要

在微酸性介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准悬浮液进行比较。

6.11.2.2 试剂

6.11.2.2.1 盐酸。

6.11.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.11.2.2.3 硫酸钾乙醇溶液:0.2 g/L。

6.11.2.2.4 氯化钡溶液:250 g/L。

6.11.2.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.1 mg。用移液管移取 10 mL 硫酸盐杂质标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.11.2.3 分析步骤

在数支 50 mL 比色管中各加入 1.0 mL 盐酸溶液、1.0 mL 硫酸钾乙醇溶液、5 mL 氯化钡溶液。

称取一定量(含 SO_4 约 0.2 mg)的试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加少量水润湿, 加 5 mL~10 mL 盐酸, 蒸发至干。再加 5 mL 盐酸再蒸干, 加少量水溶解残渣。

同时用移液管移取 1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 硫酸盐标准溶液, 分别置于 100 mL 烧杯中, 用上述同样方法处理。

将处理过的试样及硫酸盐标准溶液分别过滤于前述 50 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 摆匀。在 50 °C 水浴中放置 20 min 后, 用目视法比较试样溶液与标准比浊溶液的浊度, 选择浊度相同或相近的标准比浊溶液, 记录其所含硫酸盐的质量。

6.11.2.4 结果计算

硫酸盐含量以硫酸钠(Na_2SO_4)的质量分数 w_{10} 计,按式(13)计算:

式中：

m_1 ——与试料管相当的标准管中硫酸盐(SO_4)的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——6.4 中测得的水分的质量分数；

M ——将硫酸根换算为硫酸钠的系数($M=1.479$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于0.01%。

6.12 硼酸含量的测定

6.12.1 方法提要

同 GB/T 12684—2006 中 4.1.1。

6.12.2 试剂

同 GB/T 12684—2006 中 4.1.2。

6.12.3 分析步骤

称取约 15 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 250 mL 锥形瓶中。加约 60 mL 水, 加热溶解(避免沸腾)。将试验溶液冷却至室温, 加入 3 g 甘露醇, 3 滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至试验溶液所呈红色与等体积标准颜色对照液相同。同时做空白试验。

6.12.4 结果计算

硼酸含量以硼酸(H_3BO_3)的质量分数 w_{11} 计, 按式(14)计算:

式中：

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 —— 6.4 中测得的水分的质量分数;

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——硼酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=61.83$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于0.02%。

6.13 硼含量的测定

6.13.1 方法提要

含微量硼的试验溶液在酸性条件下,与姜黄素共同蒸发生生成玫瑰花箐昔络合物,该络合物可溶于乙醇中,在 540 nm 处有最大吸收峰,其颜色深度与硼含量成正比。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 盐酸。

6.13.2.2 乙醇:95%。

6.13.2.3 姜黃素-草酸溶液:称取 0.040 g 姜黃素和 5.0 g 草酸,溶于 80 mL 乙醇中,加入 4.2 mL 盐酸,如有不溶物,可用滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,并用乙醇稀释至刻度。此溶液用时配制,也可贮存在 4 ℃ 冷藏箱中,保存时间不应超过一周。

6.13.2.4 硼标准溶液: 1 mL 溶液含硼(B)1 μg 。用移液管移取 1 mL 硼杂质标准贮备溶液置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

6.13.3 仪器、设备

6.13.3.1 分光光度计: 带 2 cm 比色皿。

6.13.3.2 恒温水浴:温度能控制在 55 °C ± 3 °C。

6.13.3.3 蒸发皿:150 mL~200 mL,瓷、铂或无硼材质,若选用瓷质蒸发皿,其釉面应光泽良好。

6.13.4 分析步骤

6.13.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中, 加 75 mL 水溶解, 全部转移至 250 mL(V) 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。必要时干过滤。

6.13.4.2 试验空白溶液的制备

除不加试样外,与试验溶液制备同时同样处理。

6.13.4.3 工作曲线的绘制

在一系列的蒸发皿中分别加入 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 硼标准溶液, 分别加水至 1.00 mL。加入 4.0 mL 姜黄素-草酸溶液, 轻轻转动蒸发皿使其混合均匀。将蒸发皿置于 55 °C ± 3 °C 的恒温水浴上蒸发至干, 继续在水浴上保留 15 min, 取下蒸发皿, 冷却至室温, 加少量乙醇使红色化合物完全溶解后, 转移至 25 mL 容量瓶中, 用乙醇稀释至刻度, 摆匀。选用 2 cm 比色皿, 于波长 540 nm 处, 以水参比, 测量吸光度。绘制工作曲线或求出回归方程。

6.13.4.4 测定

用移液管移取 1.00 mL(V_1)试验溶液和相同量的试验空白溶液, 分别加入蒸发皿中, 以下按 6.13.4.3 中从“加入 4.0 mL 姜黄素-草酸溶液, ……测量吸光度。”为止, 进行操作。用测得的试验溶液的吸光度减去试验空白溶液的吸光度, 在工作曲线上查出相应的硼的质量。

6.13.5 结果计算

硼含量以硼(B)的质量分数 w_{12} 计, 按式(15)计算:

式中：

m_1 ——测得的试验溶液的吸光度减去试验空白溶液的吸光度后在工作曲线上查出的硼的质量的数值,单位为微克(μg);

V_1 ——6.13.4.4 中所移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——6.13.4.1中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%。

6.14 铁含量的测定

6.14.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.14.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.14.3 仪器、设备

分光光度计;带有厚度为 4 cm 的比色皿。

6.14.4 分析步骤

6.14.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 150 mL 烧杯中。加 20 mL 水和 4 mL 盐酸溶液, 加热至沸并完全溶解(必要时过滤), 继续煮沸 2 min, 冷却。用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 约为 2(以精密 pH 试纸检验), 全部转移到 100 mL 容量瓶中。

6.14.4.2 空白试验溶液的制备

在 150 mL 烧杯中加 20 mL 水和 4 mL 盐酸溶液, 加热煮沸 2 min, 冷却。用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 约为 2(以精密 pH 试纸检验), 全部转移到 100 mL 容量瓶中。

6.14.4.3 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 6.3 的规定, 使用 4 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液, 分别绘制工作曲线。

6.14.4.4 测定

将试验溶液和空白试验溶液按 GB/T 3049—2006 6.4 的规定,从“必要时,加水至 60 mL,……”开始进行操作。

6.14.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_{13} 计,按式(16)计算:

式中：

m_1 ——测得的试验溶液吸光度减去空白试验溶液的吸光度后从工作曲线上查出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.000 5%。

6.15 松散度的测定

6.15.1 方法提要

将堆放一定时间的袋装试样,从1 m高度自由降落于坚硬的平面上,过筛后称量留在筛上的试样质量。

6.15.2 仪器

6.15.2.1 试验筛:长 950 mm、宽 600 mm,带有高约 120 mm 的木框,筛网孔径 4.75 mm。

6.15.2.2 秒表。

6.15.2.3 台秤:10 kg,分度值 0.1 kg。

6.15.3 分析步骤

从仓库内堆码垛的袋装产品中,由上而下选取第七层袋作为试验用样品。

将试验袋称量,利用机械或人工使其从1 m高度自由平落到平整、坚硬的平面上。将袋翻转,然后将袋内试样倒在筛子内,以1次/s的频率进行筛分。筛分行程为400 mm,筛分时间1 min,筛完后称量筛余物的质量。试验袋数不应少于3袋。

6.15.4 结果计算

松散度以粒径小于 4.75 mm 的试样的质量分数 w_{14} 计, 按式(17)计算:

式中：

m_1 ——过筛后筛上试样质量,单位为千克(kg);

m ——过筛前袋内试样质量, 单位为千克(kg);

n ——试验所用试样的袋数。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验,型式检验和出厂检验项目如下:

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下,每 30 d 至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 更新关键生产工艺；
 - 主要原料有变化；
 - 停产又恢复生产；
 - 与上次型式检验有较大差异；
 - 合同规定。

b) 要求中硝酸钠、水分、水不溶物、氯化物、亚硝酸钠、碳酸钠、硼酸含量为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一规格的工业硝酸钠为一批。每批产品不超过 100 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一个指标仍不符合本标准要求时,则该产品为不合格品。

有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

2. 拼音

8.1 工业硝酸钠包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190—2009 第 3 章中规定的“氧化性物质”标志及 GB/T 101—2008 第 3 章中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业硝酸钠都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业硝酸钠采用内衬聚乙烯塑料袋,外套塑料编织袋包装;或采用覆膜塑料编织袋包装。内袋热合或扎口,外袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg、50 kg。用户对包装规格有特殊要求时,可供协商,其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的要求,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。

9.2 工业硝酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止包装损坏,防止雨淋、受潮。

9.3 工业硝酸钠应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。

9.4 工业硝酸钠应贮存于通风、干燥的库房内。应防止雨淋、受潮,同时避免阳光直射。应避免与酸类、金属粉末、木屑、纱布、纸张、硫磺及其他有机易燃物、还原物质共运、共贮。

9.5 工业硝酸钠在搬运和码垛时,应轻拿轻放,防止摩擦、撞击,垛与垛、垛与墙之间应保持 0.7 m~0.8 m 的间距。
