



中华人民共和国国家标准

GB/T 2367—2016
代替 GB 2367—2006

工业亚硝酸钠

Sodium nitrite 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 2367—2006《工业亚硝酸钠》，与 GB 2367—2006 相比，主要技术变化如下：

——标准属性由强制性修改为推荐性；

——调整了一等品硝酸钠指标要求，取消了合格品硝酸钠指标要求（见 4.2，2006 年版 3.2）。

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、山东华研新材料有限公司、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、中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：余一茅、邓乐平、王强、王金忠、邢锋、熊彰、郭凤鑫、何肖廉、芮雪、王玉超。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 2367—1980、GB/T 2367—1990、GB 2367—2006。

工业亚硝酸钠

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 5 类 5.1 项氧化性物质及第 6 类 6.1 项毒性物质,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

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

本标准适用于工业亚硝酸钠。该产品主要用作制造硝基化合物、偶氮染料等的原料和织物染色的媒染剂、漂白剂,金属热处理剂、水泥早强剂和防冻剂等。

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 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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

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 15258 化学品安全标签编写规定

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 3696.3 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: NaNO_2

相对分子质量: 69.00(按 2013 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色或微带淡黄色结晶。

4.2 工业亚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		
	优等品	一等品	合格品
亚硝酸钠(NaNO ₂)(以干基计),w/%	≥99.0	98.5	98.0
硝酸钠(以干基计),w/%	≤0.8	1.3	—
氯化物(以 NaCl 计)(以干基计),w/%	≤0.10	0.17	—
水不溶物(以干基计),w/%	≤0.05	0.06	0.10
水分,w/%	≤1.4	2.0	2.5
松散度 ^a (以不结块物计),w/%	≥85		
^a 松散度指标为添加防结块剂产品控制的项目,在用户要求时进行检验。			

5 试验方法

5.1 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,试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.3 亚硝酸钠含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中,用高锰酸钾氧化亚硝酸钠。根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量计算出亚硝酸钠含量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 硫酸溶液:1+29。按比例配制出硫酸溶液后,加热至 70℃左右,滴加高锰酸钾标准滴定溶液至溶液呈浅粉色为止,冷却。

5.3.2.2 硫酸溶液:1+5。按比例配制出硫酸溶液后,加热至 70℃左右,滴加高锰酸钾标准滴定溶液至溶液呈浅粉色为止,冷却。

5.3.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.4 草酸钠标准滴定溶液: $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。保存时间不应超过 30 d。按下列方法进行配制、标定和计算:

- 配制:称取约 6.7 g 草酸钠,溶解于 300 mL 硫酸溶液(5.3.2.1)中,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。
- 标定:用移液管移取 30.00 mL~35.00 mL 草酸钠标准滴定溶液[$c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],加入 100 mL 硫酸溶液(8+92),用高锰酸钾标准滴定溶液滴定,近终点时加热至 65℃,继续滴定至溶液呈浅粉色保持 30 s。同时做空白试验。
- 计算:草酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值 c ,单位为摩尔每升(mol/L),按式(1)计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_2) c_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白试验时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——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);

V ——标定所移取草酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试验溶液的制备

称取 2.5 g~2.7 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解。全部移入 500 mL(V_3)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.3.2 测定

在 300 mL 锥形瓶中,用滴定管滴加约 38 mL~40 mL 高锰酸钾标准滴定溶液。用移液管加入 25 mL(V_4)试验溶液,加入 10 mL 硫酸溶液(5.3.2.2),加热至 40 ℃。用移液管加入 10 mL(V_2)草酸钠标准滴定溶液,不断摇动,使成为清亮溶液,再加热至 70 ℃~80 ℃,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色并保持 30 s 不消失为止。

5.3.4 结果计算

亚硝酸钠含量以亚硝酸钠(NaNO_2)的质量分数 w_1 计,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1 c_1 - V_2 c_2) / 1\,000] M}{m \times (V_4 / V_3) \times (1 - w_5)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——加入和滴定用去高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——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);

V_2 ——加入草酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——草酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

V_4 ——移取的试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——5.3.3.1 中配制试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

w_5 ——按 5.7 测定的水分的质量分数;

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)($M=34.50$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2%。

5.4 硝酸盐含量的测定

5.4.1 方法提要

于试液中加入甲醇,在硫酸作用下与亚硝酸根生成亚硝酸甲酯。蒸发将其除去。再加入过量的硫酸亚铁铵还原硝酸钠,用高锰酸钾标准滴定溶液返滴定。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 甲醇。

5.4.2.2 硫酸。

5.4.2.3 硫酸溶液:1+5。

5.4.2.4 氢氧化钠溶液:200 g/L。

5.4.2.5 氢氧化钠溶液:1 g/L。

5.4.2.6 硫酸亚铁铵溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2] \approx 0.2 \text{ mol/L}$ 。称取约 80 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于 300 mL 硫酸溶液(1+8)中,再加 700 mL 水,摇匀,贮存于棕色瓶中。

5.4.2.7 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加 10 mL 水溶解。加 10 mL 甲醇,在不断摇动下滴加 15 mL 硫酸溶液,控制硫酸溶液加入速度,勿使亚硝酸甲酯生成过于激烈。用水洗涤锥形瓶内壁,加热煮沸 2 min。冷却后,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液(5.4.2.4)中和至呈浅粉色为止[近终点时,用氢氧化钠溶液(5.4.2.5)中和]。煮沸下使溶液蒸发至 10 mL~15 mL。冷却,以少量水洗涤瓶内壁。用移液管加入 25 mL 硫酸亚铁铵溶液,在不断摇动下,沿瓶壁徐徐加入 25 mL 硫酸。加热,煮沸至溶液由褐色转变为亮黄色为止。取下锥形瓶迅速冷却至室温。加入 250 mL~300 mL 水,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色并保持 30 s 不消失为止。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

5.4.4 结果计算

硝酸钠含量以硝酸钠(NaNO_3)的质量分数 w_2 计,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[(V_0 - V_1) / 1\,000] c \times M}{m \times (1 - w_5)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试验中消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,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);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

w_5 ——按 5.7 测定的水分的质量分数;

M ——硝酸钠($1/3\text{NaNO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=28.33$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性溶液中,加入尿素将亚硝酸钠分解。在微酸性水溶液中,用硝酸汞将氯离子转化成弱电离的氯化汞。用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的汞离子生成紫红色络合物来判断终点。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 尿素。

5.5.2.2 其他试剂同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

5.5.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL。

5.5.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 水溶解。加 3 g 尿素,待其溶解后,加热。于微沸下滴加硝酸溶液(1+1)至亚硝酸钠分解完全为止(无细小气泡产生)。冷至室温。加入 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液呈蓝色,再滴加硝酸溶液(1+15)至恰呈黄色,并过量 2 滴~6 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色即为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

试验中的含汞废液按 GB/T 3051—2000 中附录 D 规定的方法处理。

5.5.5 结果计算

氯化物含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_3 计,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{[(V - V_0) / 1\,000] c \times M}{m \times (1 - w_5)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V —— 试验中所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 —— 空白试验中所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,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);

m —— 试样质量的数值,单位为克(g);

w_5 —— 按 5.7 测定的水分的质量分数;

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

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

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 试剂

5.6.1.1 盐酸。

5.6.1.2 淀粉-碘化钾试纸。

5.6.2 仪器、设备

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

5.6.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.1 g,置于 500 mL 烧杯中,加 150 mL 水,加热溶解。用预先于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤。用热水洗至无亚硝酸根离子为止(取约 20 mL 洗涤液,加 2 滴盐酸,用淀粉-碘化钾试纸检查)。在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_4 ,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m \times (1 - w_5)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_5 ——按 5.7 测定的水分的质量分数。

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

5.7 水分的测定

5.7.1 仪器

称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.7.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于预先于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定的称量瓶中,于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定。

5.7.3 结果计算

水分的质量分数 w_5 ,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1%。

5.8 松散度的测定

5.8.1 方法提要

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

5.8.2 仪器、设备

5.8.2.1 试验筛:带有长约 950 mm、宽约 600 mm、高约 120 mm 的矩形木框,筛网孔径 4.75 mm。

5.8.2.2 秒表。

5.8.2.3 台秤:10 kg,分度值 0.1 kg。

5.8.3 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,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。

5.8.4 结果计算

松散度以不结块物的质量分数 w_6 计,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{m - m_i}{m} \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——过筛前袋内试样质量的数值,单位为千克(kg);

m_i ——过筛后筛上试样质量的数值,单位为千克(kg);

n ——试验所用试样的袋数。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定:

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,正常情况下每个月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:

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

b) 要求中规定的亚硝酸钠含量、硝酸钠含量、氯化物含量和水分 4 项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 每批产品不超过 100 t。

6.3 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四分之三处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,立即分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或塑料袋)中,密封,瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6.6 正常贮存时,在包装完好的情况下,添加防结块剂产品的松散度指标的保证期为 3 个月。

7 标志、标签

7.1 工业亚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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 所规定的“氧化性物质”标志、“毒性物质”标志、GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕晒”标志、“怕雨”标志以及符合 GB 15258 的安全标签。工业亚硝酸钠不应以“工业盐”作为产品名称。

7.2 每批出厂的工业亚硝酸钠都应附有安全技术说明书及质量证明书。质量证明书内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明、本标准编号、危险品生产许可证标识。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业亚硝酸钠采用双层包装,内包装为聚乙烯塑料袋,外包装为塑料编织袋。如需特殊包装,供需双方另行协商,其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

8.2 工业亚硝酸钠的包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳两层分别扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口,缝线整齐,针距均匀,无漏缝或跳线现象。

8.3 工业亚硝酸钠在运输过程中应装在铁路棚车或其他帘篷带盖的交通工具内运输。不应与强氧化剂、强还原剂、易燃易爆品、食品、饲料及其添加剂混运。

8.4 工业亚硝酸钠应贮存于阴凉、干燥处,防止受潮、受热和阳光暴晒。不应与强氧化剂、强还原剂、易燃易爆品混贮。
