



中华人民共和国国家标准

GB 26754—2011

工业叠氮化钠

Sodium azide for industrial use

2011 07 20 发布

2012 05 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

本标准的 7.1、7.2、7.3、7.5、7.6 和第 8 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)的技术性差异和结构性差异参见附录 A 和附录 B。

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会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、安徽省郎溪县联科实业有限公司、天津出入境检验检疫局、巩义市质量技术监督检验测试中心。

本标准主要起草人:夏俊玲、贾玉梁、刘绍从、刘幽若、王晓峰。

工业叠氮化钠

1 范围

本标准规定了工业叠氮化钠的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于主要作为汽车安全气囊气体发生剂、起爆药、照相药剂、合成树脂发泡剂、生产农药和医药中间体原料等的工业叠氮化钠。

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-菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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—2005 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

TG/HY 206—2009 铁路危险货物品名表

3 分子式和相对分子质量

分子式: NaN_3

相对分子质量: 65.01(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:本品为白色结晶或掺有微带浅黄色粉末的混合物,不应有目视可见杂质。

4.2 工业叠氮化钠的技术指标应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

指标项目		指标, w		
		优等品	一等品	合格品
叠氮化钠(以 NaN_3 计)	$\geq$	99.0	98.5	98.0
氢氧化钠(NaOH)	$\leq$	0.15	0.3	0.5
碳酸钠(Na_2CO_3)	$\leq$	0.35	0.5	—
碳酸钠(Na_2CO_3)	$\leq$	0.35	0.5	—
水不溶物	$\leq$	0.1	0.2	—
氯化物(以 Cl 计)	$\leq$	0.01	—	—
硫酸盐(以 SO_4 计)	$\leq$	0.1	—	—
硝酸盐(以 NO_3 计)	$\leq$	0.05	—	—
铁(Fe)	$\leq$	0.05	—	—
水分	$\leq$	0.15	0.5	1.0
重金属(以 Pb 计)	$\leq$	0.001	—	—

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

本标准所有指标项目的测定均应在通风橱中进行。试验剩余的叠氮化钠或其溶液应及时进行处理,处理方法参见附录 C。

5.2 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—2008 中规定的三级水或质量相当的水。试验中所需标准溶液、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。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 叠氮化钠含量的测定

5.4.1 硫酸亚铁铵氧化还原滴定法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

叠氮化钠与硝酸铈铵反应,将四价铈还原为三价铈;用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸铈铵溶液,根据硫酸亚铁铵溶液的消耗量返算出叠氮化钠的含量。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.2.2 硝酸铈铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

将 170 g 硝酸铈铵溶于含 185 mL 浓硝酸和 125 mL 水的溶液中,搅匀。加入 300 mL 含有 12.5 mL 浓硝酸的水溶液,搅拌。在不断搅拌下,将此溶液稀释至 2 500 mL。此溶液应贮存于棕色瓶中。

5.4.1.2.3 邻菲罗啉指示液: 5 g/L;

将 0.5 g 硫酸亚铁溶于 50 mL 水中,加 2 滴浓硫酸。称取 0.5 g 邻菲罗啉溶于此溶液中,加水稀释至 100 mL。

5.4.1.3 分析步骤

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 400 mL 烧杯中,用 200 mL 水溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 20 mL 试验溶液置于 400 mL 烧杯中,用滴定管慢慢加入 40.0 mL 硝酸铈铵标准滴定溶液,反应进行时应在水中冷却。反应完成后,用水调整溶液体积约为 150 mL,慢慢加入 5 mL 浓硫酸,加 2 滴邻菲罗啉指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由淡绿色变为黄红色。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作与试验溶液同样进行。

5.4.1.4 结果计算

叠氮化钠含量以叠氮化钠(NaN_3)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_1 - V_2) \times M \times \frac{1}{1\,000}}{m \times \frac{20}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白试验消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样溶液消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——叠氮化钠(NaN_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=65.01$);

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.4.2 碘量法

5.4.2.1 方法提要

在酸性条件下,试样与高锰酸钾溶液反应,再加入碘化钾与过量的高锰酸钾反应,析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,用淀粉指示剂指示终点。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 硫酸溶液: 1+5。

5.4.2.2.2 硫酸锰溶液: 151 g/L。

5.4.2.2.3 高锰酸钾溶液: 3.5 g/L。

5.4.2.2.4 碘化钾溶液: 300 g/L(避光保存)。

5.4.2.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.2.6 淀粉指示剂: 10 g/L。

5.4.2.3 分析步骤

5.4.2.3.1 称取约 0.65 g 试样,精确至 0.000 2 g,于 100 mL 容量瓶中,加入约 70 mL 水,摇动使试样

溶解,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

5.4.2.3.2 向 250 mL 碘量瓶中,分别加入 5 mL 硫酸锰溶液、10 mL 硫酸溶液、用移液管加入 25 mL 高锰酸钾溶液,然后用移液管移入 20 mL 试样溶液,轻轻摇动 10 min,盖上盖子,室温放置 5 h 左右(或 45 °C 左右放置 2.5 h~3 h),其间需要多加摇动以促进反应。

5.4.2.3.3 待反应完全不再产生气泡后,加入 10 mL 碘化钾溶液,盖上盖子,轻轻摇动,水封,置于暗处 20 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,当碘量瓶中溶液颜色略带黄色时,加入 1 mL 淀粉指示剂,摇动至颜色变为深灰色,继续滴加,颜色慢慢变浅,用水冲洗瓶口及瓶壁,摇动,小心滴定至最后溶液颜色变为无色澄清为终点,记下消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积。

同时同样处理空白试验溶液,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.4.2.4 结果计算

叠氮化钠含量以叠氮化钠(NaN_3)的质量分数 w_1 计,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_2 - V_1) \times M \times \frac{1}{1\,000}}{m \times \frac{20}{100}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

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

V_2 ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——叠氮化钠(NaN_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=65.01$);

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5.5 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

5.5.1 方法提要

以酚酞为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定叠氮化钠溶液,根据盐酸的消耗量,确定溶液的氢氧化钠和碳酸钠的含量。在试验溶液中加入过量的氢氧化钠标准滴定溶液和氯化钡溶液,返滴定测得碳酸钠含量。将含量减去碳酸钠含量得氢氧化钠含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氯化钡溶液:100 g/L。

使用前以酚酞(5.5.2.4)为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液调至微红色。

5.5.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.3 分析步骤

优等品、一等品称取约 10 g 试样、合格品称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 锥形瓶中,用约 100 mL 无二氧化碳的水溶解。加 2 滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液快速滴定至终点。记下滴定消耗盐酸的毫升数 V_1 。用移液管移入 10 mL 氢氧化钠标准滴定溶液,加入约 10 mL 氯化钡溶液。放置约 5 min,再次用盐酸标准滴定溶液滴定至终点。记下消耗盐酸标准滴定溶液的毫升数 V_2 。

5.5.4 结果计算

氢氧化钠含量以氢氧化钠(NaOH)的质量分数 w_2 计,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[c_1 V_1 - (10c_2 - c_1 V_2)] \frac{M_1}{1\,000}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

碳酸钠含量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w_3 计,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(10c_2 - c_1 V_2) \frac{M_2}{1\,000}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——第一次滴定消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——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);

V_2 ——第二次滴定消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M_1 ——氢氧化钠(NaOH)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1 = 40.00$);

M_2 ——碳酸钠(Na_2CO_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_2 = 105.99$);

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 方法提要

试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥后称量。

5.6.2 试剂

三氯化铁溶液:100 g/L。

5.6.3 仪器、设备

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

5.6.3.2 电热恒温干燥箱:控制温度 $105\,^\circ\text{C} \pm 2\,^\circ\text{C}$ 。

5.6.4 分析步骤

称量约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,在室温下加 200 mL 水溶解,用预先于 $105\,^\circ\text{C} \pm 2\,^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,并于室温下用热水充分洗涤沉淀,直到滤液中加入三氯化铁溶液不再呈红色为止。将玻璃砂坩埚置于 $105\,^\circ\text{C} \pm 2\,^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.6.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,按式(5)计算:

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

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埇和水不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埇质量的数值,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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.7 氯化物含量的测定

5.7.1 方法提要

在酸性介质中,加入硝酸银溶液与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,以目视比浊法与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸溶液:1+4。

5.7.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.7.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存,有效期一个月。

5.7.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样,置于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解。缓慢滴加 6 mL 硝酸溶液,溶液 pH 值约为 1,煮沸约 5 min,用少量水冲洗杯壁,再煮沸 3 min~5 min,冷却。将其移入 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,与标准比浊溶液进行比对,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:移取 1.0 mL 氯化物标准溶液于 50 mL 比色管中,加入约 30 mL 水及 2 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min 与试样进行比对。

标准比浊溶液与试验溶液同时处理。

5.8 硫酸盐含量的测定

5.8.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸盐与氯化钡生成硫酸钡沉淀,与标准比浊溶液比对,从而确定硫酸盐的含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.8.2.2 氯化钡溶液:20 g/L。

5.8.2.3 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 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.8.2.4 淀粉指示液:5 g/L。

5.8.3 分析步骤

称量 $0.10\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样,置于 50 mL 比色管中,加入 25 mL 水,用盐酸溶液中和至蓝色石蕊试纸变红,并过量 1 mL。然后加 5 mL 淀粉指示液及 5 mL 氯化钡溶液,摇匀。20 min 后与标准比浊溶液比对,其浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:在 50 mL 比色管中,加 20 mL 水,用移液管移入 1 mL 硫酸盐标准溶液,加 1 mL 盐酸溶液,5 mL 淀粉指示液及 5 mL 氯化钡溶液,摇匀。20 min 后即可用于比对。

5.9 硝酸盐含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性条件下(pH 为 1~2)叠氮化钠被分解。除去 N_3^- 及微量 NO_2^- , 在浓硫酸介质中, 靛蓝二磺酸钠被试样中的 NO_3^- 氧化而退色, 与标准溶液进行限量目视比色。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 硫酸。

5.9.2.2 硫酸溶液: 1+9。

5.9.2.3 氯化钠溶液: 100 g/L。

5.9.2.4 靛蓝二磺酸钠溶液: $c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2) = 0.001 \text{ mol/L}$ (使用期为 10 d)。

5.9.2.5 硝酸盐标准溶液: 1 mL 含硝酸盐(NO_3^-) 0.05 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硝酸盐标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.9.3 分析步骤

5.9.3.1 分析

称取 $0.10 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 试样, 于 100 mL 烧杯中, 加 20 mL 水溶解, 滴加 5 mL 硫酸溶液, 加热煮沸约 5 min, 用水冲洗杯壁, 继续蒸至体积约 8 mL~10 mL, 冷却, 加入 1 mL 氯化钠溶液, 再用移液管加入 1 mL 靛蓝二磺酸钠, 在不断摇动下, 快速(10 s~15 s)加入 10 mL 硫酸(5.9.2.1), 放置 10 min, 移入 25 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 与标准比色溶液比对, 所呈蓝色不得浅于标准比色溶液。

5.9.3.2 标准比色溶液的制备

用移液管移取 1 mL 硝酸盐标准溶液于 100 mL 烧杯中, 加水约 10 mL, 按操作步骤 5.9.3.1 从“加入 1 mL 氯化钠溶液……”开始, 与试样同时同样处理。

注意: 试样分解后, 应进行煮沸浓缩除尽 N_3^- 及 NO_2^- , 以消除干扰, 但应防止 NO_3^- 被破坏。

5.10 铁含量的测定

5.10.1 方法提要

试样经处理后, 配成试验溶液。用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 值为 2~9 时, Fe^{2+} 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物, 在分光光度计最大波长(510 nm)处测定其吸光度。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 亚硝酸钠;

5.10.2.2 盐酸;

5.10.2.3 过氧化氢溶液: 1+9;

5.10.2.4 其他按 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

5.10.3 仪器

分光光度计: 带有光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 规定,选用厚度为 4 cm 或 5 cm 比色皿及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

5.10.4.2 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于盛有 3.0 g 亚硝酸钠的 200 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解。过滤并用水洗涤过滤器和残渣。向滤液中小心加入 10 mL 盐酸,当反应完全后,将试验溶液蒸干。用约 10 mL 盐酸和 1 mL 过氧化氢溶液将残渣溶解,并再次蒸干,用约 200 mL 水溶解残渣,移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.10.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液的制备方法相同。

5.10.4.4 测定

用移液管分别移取 15 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.3.2,从“用水稀释至约 60 mL……”开始进行操作。

从工作曲线上查出相应的铁的质量。

5.10.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times \frac{1}{1\,000}}{m \times \frac{15}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,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不大于 0.005%。

5.11 水分的测定

5.11.1 方法提要

将试样在 105 °C ± 2 °C 下干燥至恒重,根据试样干燥前后的减量确定水分。

5.11.2 仪器、设备

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

5.11.2.2 电热恒温干燥箱:控制温度 105 °C ± 2 °C。

5.11.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已在 105 °C ± 2 °C 条件下干燥至质量恒定的称量瓶中,置于电热恒温干燥箱内,于 105 °C ± 2 °C 下干燥。取出后放入干燥器中冷却 30 min,称量。如此操作,直

至质量恒定。

5.11.4 结果计算

水分以质量分数 w_6 计,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——称量瓶和试料干燥前质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶和试料干燥后质量的数值,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不大于 0.05%。

5.12 重金属含量的测定

5.12.1 方法提要

在弱酸性(pH 为 3~4)条件下,试样中的重金属离子与硫作用,生成棕褐色,与同法处理的铅标准溶液比对。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 硫化钠溶液:125 g/L。

5.12.2.2 乙酸盐缓冲液:pH≈3.5。

5.12.2.3 铅标准溶液 I :1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.12.2.4 铅标准溶液 II :1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 铅标准溶液 I ,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.12.3 仪器

比色管:50 mL。

5.12.4 分析步骤

5.12.4.1 试样溶液的配制

称取约 5.00 g±0.01 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水溶解,移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液置于 50 mL 比色管中,加入约 5 mL 乙酸盐缓冲液,混匀,备用。

5.12.4.2 标准比色溶液的配制

用移液管移取 1 mL 铅标准溶液 II 于 50 mL 比色管中,加入约 5 mL 乙酸盐缓冲液,用水稀释至 25 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

5.12.4.3 测定

向试样溶液和标准比色溶液的比色管中分别加入 2 滴硫化钠溶液,加水至 50 mL 刻度,摇匀,盖紧

盖子,放置 5 min。置于白色背景下,从侧上方观察,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

6 检验规则

6.1 本标准规定了型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

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,每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,应进行型式检验:

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

6.1.2 出厂检验

要求中规定的叠氮化钠、氢氧化钠、碳酸钠、氯化物、硝酸盐、铁、水分作为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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叠氮化钠产品为一批,每批产品不超过 5 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。每一桶为一包装单元。按 GB/T 6679 的要求进行采样,采样时用合适材质的采样器自包装袋的上方斜插至料层的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业的要求确定。鉴于叠氮化钠产品的性质,也可在生产线上进行采样。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时应自两倍量的包装中重新采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

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

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 工业叠氮化钠包装桶上应有牢固清晰的标志,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、标志、本标准编号,以及 GB 190—2009 中规定的“毒性物质”标签和 GB/T 191—2008 规定的“怕晒”、“怕雨”和“禁止翻滚”标志。

7.2 每批出厂的工业叠氮化钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

7.3 工业叠氮化钠采用纸板桶包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm。外包装采用纸板桶,厚度为不小于 4 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。包装时内包装塑料袋用捆扎绳分层对折扎口,外包装桶用卡紧圈卡紧,插好插销。

7.4 每桶包装净含量为 25 kg、50 kg。

7.5 工业叠氮化钠在公路运输过程中执行 GB 12463—2009 中的相关规定,应使用具有危险品运输资质的车辆,按一定的路线运输;在铁路运输时执行 TG/HY 206—2009 中的相关规定。防止日晒、雨淋、受潮。严禁明火,防止撞击和破损。不应与食品和饲料一起运输。

7.6 工业叠氮化钠应贮存在毒性物质专用仓库,防止雨淋、受潮;防止日晒、受热。不应与酸类、食品、饲料、金属(尤其是铅及其化合物)等禁忌物混存。贮存温度不超过 35 ℃、相对湿度不大于 65%。

8 安全

8.1 工业叠氮化钠遇高热、剧烈震动、撞击或与重金属如铅、银、汞或铜等接触能发生强烈爆炸；与酸接触能释放出极毒的叠氮化氢气体。

8.2 根据 GB 12268—2005 中的分类，工业叠氮化钠属危险货物分类中 6.1 类毒性物质，包装分类为 II 类，CN 号为 61033。生产人员在生产过程中应避免直接接触叠氮化钠或其粉尘；生产叠氮化钠的车间应通风良好。

8.3 一旦误食叠氮化钠，应及时就医。若中毒者神志清醒可让其在饮足量温水及牛奶的同时，将手指放入喉咙内强制呕吐，并及时就医。不应让神志昏迷的中毒者食用任何东西，一旦中毒者神志昏迷或发生痉挛，应立即送医院抢救并不要自做任何处理。

对于吸入叠氮化钠的人员，将中毒者迅速脱离现场转移至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。若呼吸困难，立即输氧；若呼吸停止，立即进行人工呼吸。就医。

叠氮化钠溅入皮肤上，需立即脱去被污染的衣服，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤，然后就医；叠氮化钠溅入眼睛，用流动清水或生理盐水冲洗 15 min 以上，然后就医。

8.4 泄漏应急处理：隔离污染防护区，限制出入，切断火源。建议应急处理人员应戴自给正压式呼吸器，穿防护服，不应直接接触泄漏物。小量泄漏：小心扫起，避免扬尘，置于袋中转移至安全场所。大量泄漏：用塑料布、帆布覆盖，减少飞散。然后收集、回收或运至废物处理场所处置。

附录 A

(资料性附录)

本标准与美国军标 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)
的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)
的技术性差异及其原因一览表

本标准的 章条编号	技术性差异	原 因
4	美国军标分为两级,本标准设置了三个等级。	根据使用要求。
5.4	叠氮化钠含量的测定方法:美国军标使用硫酸亚铁铵氧化还原滴定法,本标准除使用硫酸亚铁铵氧化还原滴定法,还增加了碘量法,硫酸亚铁铵氧化还原滴定法为仲裁法。	碘量法使用的都是比较常用的试剂,是实验室常规的检测方法,也是国外叠氮化钠通用的检测方法,同时又符合国外客商的要求。
5.4.1.2.1	硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定	采用 HG/T 3696.1《无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备》的标定方法。 MIL-S-20552B 中的标准方法使用了有毒有害的试剂,而 HG/T 3696.1 中的试剂是常用的无毒害试剂。
5.5	本标准将美国军标中的碱度分为碳酸钠和氢氧化钠两项指标。	国标的表示方法更加清晰。
5.7	氯化物含量的测定美国军用标准采用目视比浊法,本标准采用限量目视比浊法。	因为此项指标进行了调整。
5.8	硫酸盐含量的测定美国军用标准采用重量法,本标准采用比浊法。	比浊法操作简便、快捷,适用于日常的产品检验。
5.9	硝酸盐含量的测定美国军用标准采用二苯胺比色法,本标准采用靛蓝二磺酸钠比浊法。	二苯胺对操作人员的健康有影响。
5.10	铁含量的测定美国军用标准采用硫氰酸铵比色法;本标准采用 GB/T 3049—2006《无机化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法》。	GB/T 3049 的方法是国际通用方法,经典、可靠,操作简便。
5.12	增加了重金属指标。	根据用户要求。

附 录 B
(资料性附录)

本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)
的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)结构性差异。

表 B.1 本标准与美国军用标准 MIL-S-20552B:1983(1995)《工业叠氮化钠》(英文版)
的结构性差异一览表

本 标 准		MIL-S-20552B	
章 节	内 容	章 节	内 容
前言	前言	—	—
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件	2	有关文件
4	要求	3	技术要求
3	分子式和相对分子量	—	—
5	试验方法	4	质量保证条款
7	标志、包装、运输和贮存	5	包装
—	—	6	注意事项
6	检验规则	—	—
8	安全	—	—

附 录 C

(资料性附录)

叠氮化钠废样的处理方法

试验结束后,将剩余的叠氮化钠试样溶于水,与剩余的试验溶液合并,加入适量的亚硝酸钠或硫代硫酸钠,再加入适量的 150 g/L~200 g/L 的硝酸溶液,使叠氮化物分解。反应需在通风橱中进行。

销毁后,用 100 g/L 的三氯化铁溶液检查 N_3^- 离子(三氯化铁与 N_3^- 离子反应产生鲜明的血红色,此反应非常灵敏)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 叠 氮 化 钠
GB 26754—2011

*

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

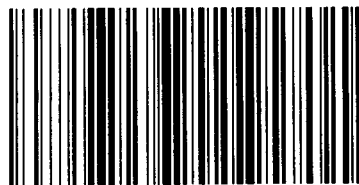
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2011年10月第一版 2011年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43613 定价 21.00 元



GB 26754-2011