

# 中华人民共和国国家标准

GB 2367—90

## 工业亚硝酸钠

代替 GB 2367—80

Sodium nitrite for industrial use

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业亚硝酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硝酸生产过程中由氧化氮气体制得的工业亚硝酸钠。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。

分子式： $\text{NaNO}_2$

相对分子质量：69.00(按 1987 年国际原子量)

### 2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB 6678 化工产品采样总则

### 3 技术要求

3.1 外观：白色或微带淡黄色结晶。

3.2 工业亚硝酸钠应符合下表要求：

指 标 项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ )含量(以干基计),% $\geq$	99.0	98.5	98.0
硝酸钠( $\text{NaNO}_3$ )含量(以干基计),% $\leq$	0.80	1.00	1.90
氯化物(以 NaCl 计)含量(以干基计),% $\leq$	0.10	0.17	—
水不溶物含量(以干基计),% $\leq$	0.05	0.06	0.10
水分,% $\leq$	1.8	2.0	2.5

### 4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时均按 GB 601、GB 603 之规定配制。

#### 4.1 亚硝酸钠含量的测定

GB 2367—90

4.1.1 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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸(GB 625):1+29 溶液。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微红色为止。冷却,备用;

4.1.2.2 硫酸(GB 625):1+5 溶液。配制方法同 4.1.2.1 条;

4.1.2.3 高锰酸钾(GB 643): $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液;

4.1.2.4 草酸钠(GB 1289): $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液;

称取约 6.7 g 草酸钠,溶解于 300 mL 硫酸溶液(4.2.2.1)中,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液标定。

4.1.3 分析步骤

称取 2.5~2.7 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 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在 300 mL 锥形瓶中,用滴定管滴加约 40 mL 高锰酸钾标准滴定溶液。用移液管加入 25 mL 试验溶液,加入 10 mL 硫酸溶液(4.1.2.2),加热至 40℃。用移液管加入 10 mL 草酸钠标准滴定溶液,加热至 70~80℃,继续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。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ )含量( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 \equiv \frac{(V_1c_1 - V_2c_2) \times 0.034\ 50}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{(100 - X_5)}{100}} \times 100 \equiv \frac{6\ 900(V_1c_1 - V_2c_2)}{m(100 - X_5)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c_1$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——加入和滴定用去高锰酸钾标准滴定溶液的总体积, mL;

$c_2$ ——草酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_2$ ——加入草酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$X_5$ ——按 4.5 条测得的水分, %;

$m$ ——试样质量, g;

0.034 50——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000$  mol/L] 相当的以克表示的亚硝酸钠的质量。

所得结果应表示至一位小数。

4.1.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%。取其算术平均值为测定结果。

4.2 硝酸盐含量的测定

4.2.1 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。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 甲醇(GB 683);

4.2.2.2 硫酸(GB 625);

4.2.2.3 硫酸(GB 625):1+5 溶液;

4.2.2.4 氢氧化钠(GB 629):200 g/L 溶液;

GB 2367—90

4.2.2.5 氢氧化钠(GB 629):1 g/L 溶液;

4.2.2.6 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB 661); $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]$ 约 0.2 mol/L 溶液;

称取 80 g 硫酸亚铁铵,溶于 300 mL 1+8 硫酸(GB 625)溶液中,再加 700 mL 水,摇匀。

4.2.2.7 高锰酸钾(GB 643); $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液;

4.2.2.8 酚酞(HGB 3039):10 g/L 溶液。

4.2.3 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(4.2.2.3),控制硫酸加入速度,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(4.2.2.4)中和至呈粉红色为止〔近终点时,用氢氧化钠溶液(4.2.2.5)中和〕。煮沸下使溶液蒸发至 10~15 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(4.2.2.2)。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 250~300 mL 水,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色并保持 30 s 不消失为止。

同时做空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸钠( $\text{NaNO}_3$ )含量( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1)c \times 0.0283}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{283(V_0 - V_1)c}{m(100 - X_5)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_0$ ——空白试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$V_1$ ——测定中消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$X_5$ ——按 4.5 条测得的水分, %;

$m$ ——试料质量, g;

0.0283——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5 \text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的硝酸钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.05 %。取其算术平均值为测定结果。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂和材料

GB 3051 第 4 条规定的试剂和材料以及下列材料。

4.3.2.1 尿素(GB 696);

4.3.2.2 参比溶液:于 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液,滴加 1+15 硝酸溶液至由蓝变黄并过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。记录所用体积。此溶液在使用前配制。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 微量滴定管:分度值为 0.01 或 0.02 mL。

4.3.4 分析步骤

GB 2367—90

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 1+1 硝酸溶液至亚硝酸钠分解完全为止(无细小气泡产生)。冷至室温。加入 2~3 滴溴酚蓝指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液呈蓝色,再滴加 1+15 硝酸溶液至恰呈黄色,并过量 2~6 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄变为与参比溶液相同的紫红色。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 NaCl 计)含量( $X_3$ )按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V - V_0)c \times 0.0585}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{585 \times (V - V_0)c}{m(100 - X_5)} \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $c$  —— 硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V$  —— 滴定所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$  —— 配制参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

$X_5$  —— 按 4.5 条测得的水分, %;

$m$  —— 试料质量, g;

0.0585 —— 与 1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液 [ $c(1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氯化钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.01%。取其算术平均值为测定结果。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 盐酸(GB 622);

4.4.1.2 淀粉(HGB 3095)-碘化钾(GB 1272)试纸。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 坩埚式过滤器:滤板孔径 5~15  $\mu\text{m}$ 。

4.4.3 分析步骤

称取约 100 g 试样,精确至 0.1 g,置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 水,加热溶解。用预先于 105~110°C 下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤。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 105~110°C 下干燥至恒重。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量( $X_4$ )按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^4}{m(100 - X_5)} \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m_1$  —— 坩埚式过滤器的质量, g;

$m_2$  —— 水不溶物和坩埚式过滤器的质量, g;

$X_5$  —— 按 4.5 条测得的水分, %;

$m$  —— 试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

4.4.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.01%。取其算术平均值为测定结果。

GB 2367—90

4.5 水分的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 称量瓶：φ 50×30 mm。

4.5.2 分析步骤

用预先于 105~110℃ 下干燥至恒重的称量瓶称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g。于 105~110℃ 下干燥至恒重。

4.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分( $X_5$ )按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中： $m_1$  ——干燥后试料质量，g；

$m$  ——试料质量，g。

所得结果应表示至一位小数。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.1%。取其算术平均值为测定结果。

5 检验规则

5.1 工业亚硝酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业亚硝酸钠都符合本标准的要求。每批出厂的工业亚硝酸钠都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业亚硝酸钠进行验收。

5.3 每批产品的重量不超过 60 t。

5.4 按 GB 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，立即装入两个干燥、清洁的广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存一个月备查。

5.5 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取样核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时，按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装袋上要有牢固清晰的黑色标志，内容包括：生产厂名称、产品名称、商标、等级、批号或生产日期、净重、本标准编号和 GB 190 所规定的《图 9 氧化剂标志》、《图 11 有毒品标志》以及 GB 191 所规定的《图 4 怕热标志》、《图 6 怕湿标志》。并应在包装袋背面中间涂刷一道 10 cm 宽的黑色条带。

6.2 工业亚硝酸钠用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋包装。每袋净重 25 或 50 kg。如需特殊包装，供需双方另行协商。

6.3 工业亚硝酸钠应装在铁路棚车或其他帘篷带盖的交通工具内运输。不得与强还原剂、易燃易爆品、食品、饲料及其添加剂混贮混运。

6.4 工业亚硝酸钠应贮存于阴凉、干燥处，防止受热和阳光曝晒。

**GB 2367—90**

---

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由吉林化学工业公司化肥厂和化学工业部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人杨安群、黄家棚、王琪、高宏。

本标准参照采用 ГOCT 19906—74(1985 年修改)《工业亚硝酸钠》。