

中华人民共和国国家标准

工业硝酸钠

Sodium nitrate for industrial use

GB/T 4553—93

代替 GB 4553—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业硝酸钠的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存以及安全要求。

本标准适用于工业硝酸钠。该产品主要用于化学、玻璃、炸药、染料、冶金、机械、搪瓷等工业。

分子式： NaNO_3

相对分子质量：84.99(按1989年国际相对原子质量)

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法邻菲罗啉分光光度法
- 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 3600 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法
- GB 6003 试验筛
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 8946 塑料编织袋

3 产品分类

工业硝酸钠按用途分以下二类：

I类：用作一般工业玻璃的澄清剂，冶金、机械工业的热处理剂，矿山炸药等。

II类：用于光学玻璃、浮法玻璃、显像管玻壳的制造以及金属焊接等。

4 技术要求

- 4.1 外观：白色细小结晶，允许带浅灰色或浅黄色。
- 4.2 工业硝酸钠应符合表1要求。

表 1

%

项 目		指 标			
		I 类			II 类
		优等品	一等品	合格品	优等品
硝酸钠(NaNO ₃)含量(以干基计)	≥	99.5	99.3	98.5	99.7
水分	≤	1.5	1.8	2.0	0.5
水不溶物含量	≤	0.03	0.06	—	0.03
氯化物(以 Cl 计)含量(以干基计)	≤	0.15	0.24	—	0.09
亚硝酸钠(NaNO ₂)含量(以干基计)	≤	0.01	0.02	0.15	0.01
碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量(以干基计)	≤	0.05	0.10	—	0.05
铁(Fe)含量	≤	0.005		—	0.005
松散度(筛分试验,粒径小于 4.75 mm)	≥	90			

注: ① 水分以出厂检验为准。

② 松散度指标为加防结块剂产品的控制项目。

5 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 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

5.1 水分的测定

5.1.1 仪器、设备

5.1.1.1 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

5.1.2 分析步骤

用预先于 105~110℃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。

5.1.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X₁)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m₁——干燥前试料和称量瓶的质量,g;

m₂——干燥后试料和称量瓶的质量,g;

m——试料质量,g。

5.1.4 允许差

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不大于 0.1%。

5.2 水不溶物含量的测定

5.2.1 试剂和材料

5.2.1.1 二苯胺(GB 681)-硫酸(GB 625)溶液:称取 0.01 g 二苯胺溶于 100 mL 硫酸中。

5.2.2 仪器、设备

5.2.2.1 坩埚式过滤器:滤板孔径 5~15 μm 。

5.2.3 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 105~110°C 干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤至无亚硝酸根离子为止(以二苯胺-硫酸溶液检查时无蓝色)。于 105~110°C 下干燥至恒重。

滤液冷至室温,全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,为溶液 A,用于有关杂质的测定。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——水不溶物和坩埚式过滤器的质量, g;

m_2 ——坩埚式过滤器的质量, g;

m ——试料质量, g。

5.2.5 允许差

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不大于 0.01%。

5.3 氯化物含量的测定

5.3.1 方法提要

同 GB 3051 第 2 条。

5.3.2 试剂和材料

同 GB 3051 第 4 条。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加入 50 mL 水和 2 滴溴酚蓝指示液,滴加(1+15)硝酸溶液至溶液由蓝变黄再过量 2 滴。加入 1 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。此溶液在使用前配制。

5.3.4.2 测定

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g)置于 250 mL 锥形瓶中。加入 50 mL 水溶解,加入 2 滴溴酚蓝指示液。滴加(1+15)硝酸溶液至溶液由蓝变黄再过量 2 滴,加 1 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变为与参比溶液相同的紫红色为终点。

将滴定后的含汞废液收集于瓶中,按 GB 3051 附录 D 规定的方法进行处理。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V - V_0) \times 0.03545}{m \times \frac{(100 - X_1)}{100}} \times 100$$

$$= \frac{354.5 \times (V - V_0) \cdot c}{m \times (100 - X_1)} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定试验溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——参比溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

X_1 ——按 5.1 条测得的水分, %;

0.03545——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, 以克表示的氯的质量。

5.3.6 允许差

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不大于 0.01%。

5.4 钙、镁含量的测定

5.4.1 方法提要

调节溶液 pH 大于 12, 以钙指示剂为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙, 以铬黑 T 为指示剂, 在 pH10 时用同浓度的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙镁总量。以两次滴定消耗标准滴定溶液之差计算镁含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氢氧化钠(GB 629)溶液: 80 g/L。

5.4.2.2 氨(GB 631)-氯化铵(GB 658)缓冲溶液甲: pH \approx 10。

5.4.2.3 三乙醇胺溶液: 1+2 溶液。

5.4.2.4 硫化钠(HG 3-905)溶液: 100 g/L。

5.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

5.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.005 mol/L。

用移液管移取 100 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.4.2.5), 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.4.2.7 钙羧酸指示剂: 称取 1.0 g 钙羧酸(或钙羧酸钠), 与 100 g 干燥的氯化钠(GB 1266)混合、研细。

5.4.2.8 铬黑 T 指示剂。

5.4.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL 溶液 A(5.2.3), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 2 mL 三乙醇胺、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(5.4.2.6)滴定至纯蓝色为终点。

另用移液管移取 50 mL 溶液 A(5.2.3), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 5 mL 氢氧化钠溶液、2 mL 三乙醇胺和 2 mL 硫化钠溶液, 加约 0.1 g 钙羧酸指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.4.2.6)滴定至纯蓝色为终点。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{c \cdot V_2 \times 0.04008}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{4\,008 \cdot c \cdot V_2}{m(100 - X_1)} \dots\dots\dots(4)$$

式中： V_2 ——滴定钙含量所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——溶液 A(5.2.3)中的试料质量，g；

X_1 ——按 5.1 条测得的水分，%；

0.040 08——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的，以克表示的钙的质量。

以质量百分数表示的镁(Mg)含量(X_5)按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.024\,31}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{2\,431 \cdot c \cdot (V_1 - V_2)}{m(100 - X_1)} \dots\dots\dots(5)$$

式中： V_1 ——滴定钙镁总量所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定钙含量所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——溶液 A(5.2.3)中的试料质量，g；

X_1 ——按 5.1 条测得的水分，%；

0.024 31——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的，以克表示的镁的质量。

5.4.5 允许差

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不大于 0.01%。

5.5 硫酸盐含量的测定

5.5.1 重量法——仲裁法

5.5.1.1 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。

5.5.1.2 试剂和材料

5.5.1.2.1 盐酸(GB 622)。

5.5.1.2.2 盐酸(GB 622)溶液：1+1 溶液。

5.5.1.2.3 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(GB 652)溶液：100 g/L。

5.5.1.2.4 硝酸银(GB 670)溶液：5 g/L。

5.5.1.3 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(5.5.1.2.1)，置于水浴上蒸发至干。再加 10 mL 盐酸再蒸干，重复蒸干三次。加 50 mL 水溶解残渣，加 4 mL 盐酸溶液(5.5.1.2.2)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，不断搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液(约 90 s 加完)。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 硝酸银溶液混合，5 min 后无沉淀出现)。

将滤纸连同沉淀一起移入预先在 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重的瓷坩埚内，在 110°C 烘干，然后灰化，在

800±25℃下灼烧至恒重。

5.5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO₄ 计)含量(X₆)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{4.116 \cdot (m_1 - m_2)}{m(100 - X_1)} \dots\dots\dots(6)$$

式中: m₁——坩埚和沉淀的质量,g;
 m₂——坩埚的质量,g;
 m——试料质量,g;
 X₁——按 5.1 条测得的水分,%;
 0.4116——硫酸钡换算为 SO₄ 的系数。

5.5.1.5 允许差

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不大于 0.1%。

5.5.2 比浊法

5.5.2.1 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。

5.5.2.2 试剂和材料

- 5.5.2.2.1 盐酸(GB 622)。
- 5.5.2.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+1 溶液。
- 5.5.2.2.3 硫酸钾(HG 3-920)-乙醇(GB 679)溶液:0.2 g/L。
- 5.5.2.2.4 氯化钡(BaCl₂·2H₂O)(GB 652)溶液:250 g/L。
- 5.5.2.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.1 mg SO₄。

5.5.2.3 分析步骤

在数支 50 mL 比色管中各加入 1 mL 盐酸溶液(5.5.2.2.2)、1 mL 硫酸钾乙醇溶液、5 mL 氯化钡溶液。

称取一定量(含 SO₄²⁻ 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 5~10 mL 盐酸(5.5.2.2.1),在水浴上蒸发至干。再加 5 mL 盐酸再蒸干,加少量水溶解残渣。

同时,取 1.0,1.5,2.0,2.5,3.0 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。

将处理过的试料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,摇匀,在 50℃水浴中放置 20 min 后用目视法比较试料管与标准管溶液的浊度。

5.5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO₄ 计)含量(X₆)按式(7)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{m_1}{10 m} \dots\dots\dots(7)$$

式中: m₁——与试料管相当的标准管中硫酸盐(SO₄)的质量,mg;

m ——试料质量, g。

5.5.2.5 允许差

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不大于 0.01%。

5.6 亚硝酸钠含量的测定

5.6.1 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,使其颜色消失。根据试验溶液消耗量计算亚硝酸盐含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硫酸(GB 625)溶液:1+20 溶液。

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

5.6.2.3 高锰酸钾(GB 643)标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.01 mol/L。

用移液管移取 100 mL 高锰酸钾标准滴定溶液(5.6.2.2),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3 分析步骤

于 250 mL 锥形瓶中加入约 50 mL 硫酸溶液。加热至 40~50 C。用高锰酸钾标准滴定溶液(5.6.2.3)滴定至微红色后再准确加入 1.00 mL。将溶液 A(5.2.3)注入 50 mL 滴定管中,滴定锥形瓶中之高锰酸钾标准滴定溶液至红色刚刚消失为止。

5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硝酸钠(NaNO_2)含量(X_7)按式(8)计算:

$$X_7 = \frac{c \times 1.00 \times 0.03450}{m \times \frac{V}{500} \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{172.500 \times c}{m \cdot V(100 - X_1)} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定中消耗试验溶液的体积, mL;

m ——溶液 A(5.2.3)中的试料质量, g;

X_1 ——按 5.1 条测得的水分, %;

0.034 50——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_5)=1.000$ mol/L] 相当的,以克表示的亚硝酸钠的质量。

5.6.5 允许差

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不大于:优等品、一等品为 0.003%,合格品为 0.01%。

5.7 碳酸钠含量的测定

5.7.1 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。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硫酸(GB 625)标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.1 mol/L。

5.7.2.2 溴甲酚绿(HG 3-1220)-甲基红(HG 3-958)混合指示液。

5.7.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 溶液 A(5.2.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 3~4 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。

5.7.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钠(Na₂CO₃)含量(X₈)按式(9)计算:

$$X_8 = \frac{c \cdot V \times 0.0530}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{10\,600 \times c \cdot V}{m \cdot (100 - X_1)} \dots\dots\dots(9)$$

式中: V——滴定中消耗硫酸标准滴定溶液的体积, mL;

c——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m——溶液 A(5.2.3)中的试料质量, g;

X₁——按 5.1 条测得的水分, %;

0.053 0——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 [c(1/2H₂SO₄)=1.000 mol/L] 相当的, 以克表示的碳酸钠的质量。

5.7.5 允许差

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不大于 0.01%。

5.8 铵盐含量的测定

用 10 g/L 试验溶液, 加入纳氏试剂鉴定。当有氨(NH₄)反应时, 用本方法测定。

5.8.1 方法提要

同 GB 3600 第 2 章。

5.8.2 试剂和材料

同 GB 3600 第 3 章。

5.8.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL 溶液 A(5.2.3), 置于 250 mL 锥形瓶中。以下操作按 GB 3600 第 4 章, 从“加 1 滴甲基红指示液……。”开始进行。

同时按照上述手续进行空白试验。

5.8.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的铵盐(以 NH₄NO₃ 计)含量(X₉)按式(10)计算:

$$X_9 = \frac{c \cdot (V_0 - V_1) \times 0.080\,04}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{100 - X_1}{100}} \times 100$$

$$= \frac{8\,004 \cdot c \cdot (V_0 - V_1)}{m \cdot (100 - X_1)} \dots\dots\dots(10)$$

式中: V₁——滴定试验溶液时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V₀——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m——溶液 A(5.2.3)的试料质量, g;

X₁——按 5.1 条测得的水分, %;

0.080 04——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=1.000 mol/L] 相当的, 以克表示的硝酸铵的质量。

5.8.5 允许差

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不大于 0.02%。

5.9 硝酸钠含量的测定 计算法

5.9.1 方法提要

从 100 中减去杂质总量即为硝酸钠含量。

5.9.2 杂质总量的计算

根据第 5.3 条测得的氯化物含量(以 Cl 计)、第 5.4 条测得的钙、镁含量、第 5.5 条测得的硫酸盐含量(以 SO_4 计),按表 2 所注顺序号,依次计算各化合物的百分含量。

表 2

阳离子 \ 阴离子	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Na^+
SO_4^{2-}	(1) $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	(2) $\text{MgSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	(3) Na_2SO_4
Cl	(4) $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	(5) $\text{MgCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	(6)NaCl
NO_3^-	(7) $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	(8) $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	

依上述顺序号计算时,当某种化合物因阳离子或阴离子不存在而不能形成时,则依次计算下一个顺序号的化合物。

依表 2 计算出的各化合物的百分含量与水不溶物含量(X_2)、亚硝酸钠含量(X_7)、碳酸钠含量(X_8)、硝酸铵含量(X_9)之和即为杂质总百分含量($X_{\text{总}}$)。

5.9.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸钠(NaNO_3)含量(X_{10})按式(11)计算:

$$X_{10} = 100 - X_{\text{总}} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中: $X_{\text{总}}$ ——按 5.9.2 条计算出的杂质总量, %。

5.10 铁含量的测定

5.10.1 方法提要

同 GB 3049 第 2 章。

5.10.2 试剂和材料

同 GB 3049 第 3 章。

5.10.3 仪器、设备

同 GB 3049 第 4 章。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

按 GB 3049 第 5.3.1 条的规定,使用 3 cm 的吸收池绘制工作曲线。

5.10.4.2 测定

称取 2~5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加入 20 mL 水溶解,再加入 4 mL (1+3) 盐酸溶液,加热煮沸 2 min,必要时过滤。用氨水或盐酸调整 pH 约为 2(以精密 pH 试纸检验)。将溶液全部转移到 100 mL 容量瓶中,加水至约 60 mL。以下操作按 GB 3049 第 5.4.1 条规定,从“加 2.5 mL 抗坏血酸……”开始进行。同时做空白试验。

5.10.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_{11})按式(12)计算:

$$X_{11} = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_0}{10 m} \dots\dots\dots(12)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液的铁含量,mg;
 m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验的铁含量,mg;
 m ——试料质量,g。

5.10.6 允许差

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不大于 0.001%。

5.11 松散度的测定

5.11.1 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。

5.11.2 仪器、设备

5.11.2.1 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。

5.11.2.2 秒表。

5.11.2.3 台秤:10 kg,分度值 0.1 kg。

5.11.3 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。

5.11.4 分析结果的表述

以粒径小于 4.75 mm 的试样的质量百分数表示的松散度(X_{12})按式(13)计算:

$$X_{12} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{m - m_1}{m} \right) \times 100 \dots\dots\dots(13)$$

式中: m ——过筛前袋内试样质量,kg;
 m_1 ——过筛后筛上试样质量,kg;
 n ——试验用试样袋数。

6 检验规则

6.1 工业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产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到产品进行验收。

6.3 在正常生产情况下,松散度指标每 15 天测定一次。添加防结块剂的产品生产稳定期为 6 个月。

6.4 每批产品不超过 100 t。

6.5 按 GB 6678 第 6.6 条确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至袋深的四分

之四处采样。允许生产厂在运输皮带上或包装下料口取样。将取出的样品迅速混匀,用四分法缩分至不少于 1 000 g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三月备查。

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

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

6.8 本标准采用 GB 1250 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 工业硝酸钠包装袋上应印有牢固、清晰的红色标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、等级、净重、本标准编号以及 GB 190 规定的标志 11“氧化剂”、GB 191 规定的标志 4“怕热”、标志 7“怕湿”。包装袋背面中部涂刷宽 10 cm 的横向红色条带。

7.2 工业硝酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB 8946B 型的规定。每袋净重 25 kg 或 50 kg。

7.3 工业硝酸钠的包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,针距 7~12 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

7.4 工业硝酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

7.5 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、糖、硫磺及其他有机易燃物、氧化物共运、共贮。

7.6 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 0.7~0.8 m 的间距。

8 安全要求

8.1 硝酸钠是一级无机氧化剂。加热至 380℃时分解成亚硝酸钠和氧,加热至更高温度时则生成氧、氮、氮氧化物的混合气体。当与有机物、硫磺或亚硫酸盐等混合时能引起燃烧爆炸。硝酸钠引起的火灾可用大量水扑灭。

8.2 硝酸钠生产、存放场所应备有消防器材和急救药品。

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。

本标准由大连化学工业公司和化学工业部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人刘瑞雪、周巧娥、黄家栩、李作海。

本标准参照采用原苏联国家标准 ГОСТ 828—87《工业硝酸钠》。