



中华人民共和国国家标准

GB/T 26754—XXXX
代替 GB/T 26754—2011

工业叠氮化钠

Sodium azide for industrial use

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 26754—2011《工业叠氮化钠》，与GB/T 26754—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了外观（见 5.1，2011 年版的 4.1）；
- b) 增加了“亚硝酸盐”项目、指标及试验方法（见 5.2、6.13）；
- c) 更改了指标参数（见表 1，2011 年版的表 1）；
- d) 更改了批量（见 7.2，2011 年版的 6.3）；
- e) 删除了安全内容（2011 年版的 8）；
- f) 删除了附录 A、B（2011 年版的附录 A、B）。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

工业叠氮化钠

警告——按照《危险化学品目录》（2015年版）的规定，本产品为剧毒化学品，操作时应小心谨慎！使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。本文件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，处理方法见附录A。

1 范围

本文件规定了工业叠氮化钠的技术要求；描述了相应的试验方法；规定了标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存等方面的内容。同时给出了便于技术规定的产品分类。

本文件适用于工业叠氮化钠。

注：该产品主要用于汽车、医药、化工、农药、分析化学等领域，用作汽车安全气囊气体发生剂、照相药剂、合成树脂发泡剂、生产农药和医药中间体的原料等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2025 包装储运图形符号标志

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 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 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 23950—2024 无机化工产品中重金属测定通用方法

GB/T 36384 无机化工产品中汞的测定 原子荧光光谱法

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

TB/T 30006 铁路危险货物物品名表

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： NaN_3

相对分子质量：65.01（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：本产品为白色、类白色结晶或粉末。

5.2 工业叠氮化钠的化学成分含量应符合表 1 要求。

表 1

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
叠氮化钠（以 NaN_3 计） w/% \geq	99.5	99.0	98.5
氢氧化钠（ NaOH ） w/% \leq	0.10	0.20	0.30
碳酸钠（ Na_2CO_3 ） w/% \leq	0.20	0.30	0.50
水不溶物 w/% \leq	0.05	0.10	0.20
水分 w/% \leq	0.10	0.15	0.30
铁（ Fe ） w/% \leq	0.005	0.02	0.05
重金属（以 Pb 计） w/% \leq	0.001	0.002	0.005
氯化物（以 Cl 计） w/% \leq	0.005	0.01	—
硫酸盐（以 SO_4 计） w/% \leq	0.05	0.10	—
硝酸盐（以 NO_3 计） w/% \leq	0.05	0.10	—
亚硝酸盐（以 NO_2 计） w/% \leq	0.10	0.15	—

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均应为分析纯试剂和GB/T 6682—2008表1中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均应按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 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检验外观。

6.3 叠氮化钠含量的测定

6.3.1 硫酸亚铁铵氧化还原滴定法（仲裁法）

6.3.1.1 原理

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。

6.3.1.2 试剂或材料

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

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

6.3.1.2.3 1,10-菲啰啉（邻菲啰啉）指示液。

6.3.1.3 试验步骤

称取约 2.5 g 试样，精确至 0.0002 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，慢慢加入 40.00 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 硫酸，加 2 滴 1,10-菲啰啉（邻菲啰啉）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。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，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。

6.3.1.4 试验数据处理

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

$$w_1 = \frac{(V_0 - V) c M \times 10^{-3}}{m \times (20/250)} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

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

M ——叠氮化钠（ NaN_3 ）的摩尔质量的数值，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应不大于 0.3 %。

6.3.2 碘量法

6.3.2.1 原理

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。

6.3.2.2 试剂或材料

- 6.3.2.2.1 硫酸溶液：1+5。
- 6.3.2.2.2 硫酸锰溶液：151 g/L。
- 6.3.2.2.3 高锰酸钾溶液：3.5 g/L。
- 6.3.2.2.4 碘化钾溶液：300 g/L（避光保存）。
- 6.3.2.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 6.3.2.2.6 淀粉指示液（10 g/L）。

6.3.2.3 试验步骤

称取约0.65 g试样，精确至0.0002 g，置于100 mL烧杯中，加适量水使其溶解后，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

分别移取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，置于250 mL碘量瓶中，然后用移液管准确加入20 mL试验溶液，轻轻摇动10 min后，盖上盖子，室温放置5 h左右（或45℃左右放置2.5 h~3 h），其间需要多次摇动以促进反应。

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淀粉指示液（1 g/L），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。

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

6.3.2.4 试验数据处理

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

$$w_1 = \frac{(V_2 - V_1) c_1 M \times 10^{-3}}{m \times (20/100)} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

V_2 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——叠氮化钠（ NaN_3 ）的摩尔质量的数值，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应不大于0.5%。

6.4 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

6.4.1 原理

氯化钡与试液中的碳酸钠生成碳酸钡沉淀。以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定氢氧化钠。再加过量的盐酸标准滴定溶液，与碳酸钡反应，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定剩余的盐酸标准滴定溶液。通过计算得出氢氧化钠的含量和碳酸钠的含量。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 氯化钡溶液：100 g/L，使用前用酚酞指示液（10 g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液调至微红色。

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

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

6.4.2.4 酚酞指示液（10 g/L）。

6.4.3 试验步骤

称取约10.0 g试样，精确至0.000 2 g，置于500 mL锥形瓶中，加入100 mL无二氧化碳的水溶解。加入2滴酚酞指示液（10 g/L），用盐酸标准滴定溶液快速滴定至溶液无色，即为终点，消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V_3 。用移液管移取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体积为 V_4 。

6.4.4 试验数据处理

氢氧化钠含量以氢氧化钠（NaOH）的质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{[c_2V_3 - (10c_3 - c_2V_4)M_1 \times 10^{-3}]}{m} \times 100\% \quad (3)$$

碳酸钠含量以碳酸钠（Na₂CO₃）的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(10c_3 - c_2V_4)M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

c_2 ——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_3 ——第一次滴定试验溶液消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_3 ——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_4 ——第二次滴定试验溶液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（Na₂CO₃）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=105.99$ ）；

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0.03 %。

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤后，烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。

6.5.2 试剂或材料

三氯化铁溶液：100 g/L。

6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

6.5.3.2 电热恒温干燥箱：控制温度 105 °C±2 °C。

6.5.4 试验步骤

称取约50 g试样，精确至0.01 g，置于500 mL烧杯中，加200 mL水，搅拌使其溶解，用预先在105 °C±2 °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。将玻璃砂坩埚和水不溶物一起置于105 °C±2 °C电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.5.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

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

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——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不大于0.02 %。

6.6 水分含量的测定

6.6.1 原理

称取一定量试样，在105 °C±2 °C下将其干燥至质量恒定，根据干燥前后试样减少的质量，确定水分含量。

6.6.2 仪器设备

6.6.2.1 称量瓶：Φ50 mm×30 mm；

6.6.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

6.6.3 试验步骤

称取约10 g试样，精确至0.000 2 g，置于预先在105 °C±2 °C下干燥至质量恒定的称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，在105 °C±2 °C下干燥至质量恒定。

6.6.4 试验数据处理

水分以质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_3 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_4 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.05 %。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 原理

同GB/T 3049—2006第3章。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 亚硝酸钠，优级纯试剂。

6.7.2.2 盐酸，优级纯试剂。

6.7.2.3 过氧化氢溶液：1+9，用优级纯试剂配制。

6.7.2.4 其他按 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

6.7.3 仪器

分光光度计：带有4 cm或5 cm的比色皿。

6.7.4 试验步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3规定，使用4 cm或5 cm比色皿及相应的铁（Fe）标准溶液，绘制铁含量为0.01 mg~0.1 mg工作曲线。

6.7.4.2 试验

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。移取15.00 mL试验溶液，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。

同时进行空白试验，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。

6.7.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_6 计，按公式（7）计算：

$$w_6 = \frac{(m_5 - m_6) \times 10^{-3}}{m \times (15/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_5 ——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_6 ——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 %。

6.8 重金属含量的测定

称取2.00 g±0.01 g，按照GB/T 23950—2024中6.1规定的方法测定。铅（Pb）标准溶液优等品移取2.00 mL、一等品移取4 mL、合格品移取10 mL[1 mL溶液含铅（Pb）0.001 mg]。

试验溶液所呈颜色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.9 氯化物含量的测定

6.9.1 原理

在酸性介质中，加入硝酸银溶液与氯离子生成氯化银白色沉淀，与同方法处理的标准比浊溶液进行比对。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 硝酸溶液：1+4。

6.9.2.2 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.1 mg，移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物（以 Cl 计）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.2.3 硝酸银溶液（17 g/L）。

6.9.3 试验步骤

称取1.00 g±0.01 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。将其转移至50 mL比色管中，加入1 mL硝酸银溶液（17 g/L），用水稀释至刻度，摇匀，放置10 min。

标准比浊溶液：移取1.0 mL氯化物标准溶液，置于50 mL比色管中，加入约30 mL水、2 mL硝酸溶液、1 mL硝酸银溶液（17 g/L），用水稀释至刻度，摇匀，放置10 min。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.10 硫酸盐含量的测定

6.10.1 原理

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。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.10.2.2 氯化钡溶液：250 g/L。

6.10.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.01 mg，用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐（ SO_4 ）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.10.2.4 淀粉指示液（10 g/L）。

6.10.3 试验步骤

称取 $0.10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，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，然后全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。移取 5.00 mL 试验溶液，置于 50 mL 比色管中，加 2.5 mL 淀粉指示液（10 g/L）、2 mL 氯化钡溶液，摇匀，放置 20 min。

标准比浊溶液：优等品移取 5.00 mL，一等品移取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加 20 mL 水、1 mL 盐酸溶液、5 mL 淀粉指示液（10 g/L）及 2 mL 氯化钡溶液，摇匀，放置 20 min。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.11 硝酸盐含量的测定

6.11.1 原理

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。

6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 硫酸。

6.11.2.2 硫酸溶液：1+9。

6.11.2.3 氯化钠溶液：100 g/L。

6.11.2.4 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 天）。

6.11.2.5 硝酸盐标准溶液：1 mL 含硝酸盐（以 NO_3 计）0.05 mg，移取 5.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硝酸盐（ NO_3 ）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.11.3 试验步骤

称取 $0.10 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 试样，于 50 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、用移液管加入 1.00 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（6.11.2.1），放置10 min。移入25 mL比色管中，用水稀释至刻度。

标准比色溶液：优等品移取0.50 mL、一等品移取1.00 mL硝酸盐标准溶液，置于50 mL烧杯中，加水约10 mL，再加入1 mL氯化钠溶液、1.00 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（6.11.2.1），放置10 min。移入25 mL比色管中，用水稀释至刻度。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比色溶液比色管置于同一黑色背景上观察。

试验溶液所呈蓝色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。。

注：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。

6.12 亚硝酸盐含量的测定

6.12.1 原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的阴离子在阴离子交换柱上发生交换—洗脱—再交换—再洗脱，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，从而测定亚硝酸盐含量。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 亚硝酸盐标准溶液：1 mL 溶液含亚硝酸盐（以 NO_2^- 计）0.02 mg。用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的亚硝酸盐（ NO_2^- ）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.12.2.2 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

6.12.3 仪器设备

离子色谱仪：配有电导检测器。

6.12.4 试验步骤

6.12.4.1 标准曲线的绘制

移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL亚硝酸盐标准溶液，置于6个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。将离子色谱仪调至最佳色谱条件，依次定量注入亚硝酸盐标准系列溶液，记录色谱图并测量峰面积/峰高。以亚硝酸盐（以 NO_2^- 计）质量（mg）为横坐标，对应的峰面积/峰高为纵坐标，绘制标准曲线。

6.12.4.2 试验

称取约1.0 g试样（精确至0.000 2 g），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取5.00 mL该溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。定量注入离子色谱仪，记录色谱图并测量峰面积/峰高，从标准曲线上查出相应的亚硝酸盐（以 NO_2^- 计）质量。

6.12.5 试验数据处理

亚硝酸盐含量以亚硝酸盐（以 NO_2 计）的质量分数 w_7 计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{m_7 \times 10^{-3}}{m \times (5/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_7 ——从标准曲线上查出的试验溶液中亚硝酸盐（以 NO_2 计）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算术平均值的 10%。

7 检验规则

7.1 本文件规定了型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求。

- a) 第 6 章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 6 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：
 - 1) 更新关键生产工艺；
 - 2) 主要原料有变化；
 - 3) 停产又恢复生产；
 - 4) 与上次型式检验有较大差异；
 - 5) 合同规定。
- b) 第 6 章规定的叠氮化钠、氢氧化钠、碳酸钠、水分、铁、氯化物、硝酸盐共 7 项指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一等级的工业叠氮化钠为一批。每批产品不超过 15 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的塑料容器中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，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。

8 标志、标签和随行文件

8.1 工业叠氮化钠包装袋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、本文件编号，以及 GB 190 中规定的“毒性物质”标签和 GB/T 191—2025 表 1 中规定的“避免雨淋”“避免日晒”“禁止翻滚”标志。

8.2 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、本文件编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 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使用聚丙烯捆扎绳或其他质量相当的绳分层对折扎口，或用与其相当的其他方式封口。每桶净含量 25 kg 或 50kg。也可根据用户要求进行包装。

9.2 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；在铁路运输时执行 TB/T 30006 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。不应与酸类、金属（尤其是铅及其化合物）、强氧化剂等禁忌物及食品和饲料一起运输。

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

附 录 A

(资料性)

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)。

参考文献

[1] 国家安全生产监督管理总局、中华人民共和国工业和信息化部、中华人民共和国公安部、中华人民共和国环境保护部、中华人民共和国交通运输部、中华人民共和国农业部、中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会、中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局、国家铁路局、中国民用航空局公告（2015年第5号）《危险化学品目录》（2015版）
