

化学试剂
亚硝酸钠
编制说明及有关附件

广东光华科技股份有限公司

2025 年 9 月

化学试剂 亚硝酸钠

编制说明

一、工作简况

1 标准制定背景

化学试剂亚硝酸钠作为重要的基础试剂，用途甚广。该产品被大量用于印染工业和有机合成中，用作媒染剂、漂白剂、金属热处理剂、电镀缓蚀剂，医药上用作器械消毒、防腐剂。同时亚硝酸钠也是一种解毒药，可用于解救氰化物中毒。原标准已发布 30 年，检测项目和指标要求已不能满足当前市场需求，标准中的规范性引用文件也都有修订或作废，为解决这些问题需对该标准进行修订，本次修订主要参考日本 JIS K8019-2010《亚硝酸钠（试剂）》，使修订后的方法能够满足市场和广大用户需求，更加贴近市场要求，适应市场及国际贸易的需求。

2 任务来源

本次是国标化学试剂亚硝酸钠的第 3 次修订，根据国标委发[2025]12 号《国家标准化委员会关于下达 2025 年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》，由广东光华科技股份有限公司牵头负责完成 GB/T 633-1994《化学试剂 亚硝酸钠》国家标准修订工作，计划号：20250758-T-606，完成时间：2026 年。

3 主要工作过程

本标准于 2025 年 4 月获国标委批准立项，同时化学试剂技术委员会也下达了修订通知，由广东光华科技股份有限公司承担该标准修订工作，随后成立标准起草工作组，制定工作计划，工作步骤及工作进度。然后对各生产单位进行原标准使用情况调研分析，查阅国内外相关标准及技术资料，编制了化学试剂亚硝酸钠国内外标准指标及方法对比表、各生产单位产品实测数据。2025 年 6 月，我们通过微信群及邮件向有关生产单位、销售单位及全国化学标准化技术委员会化学试剂分会的各位委员、专家发出标准征询函，共收到回函 3 份，意见 2 条。

2025 年 6 月在贵阳召开的化学试剂标准审查会上对化学试剂亚硝酸钠的工作方案进行了充分讨论，2025 年 9 月完成征求意见稿并发送各位委员及相关单位征求意见和方法验证工作。

二、标准调研情况、编制原则和主要内容

1 调研情况

1.1 生产工艺

（1）工业品提纯

工业亚硝酸钠→溶解→过滤→析晶→离心→干燥→成品

（2）分装

1.2 各生产单位近三年产量（见表 1）

表 1 生产单位近三年的产量

生产单位 \ 产量	2022 年	2023 年	2024 年
广东广试试剂科技有限公司	15.5 t	15 t	3.8 t
江苏江苏强盛功能化学股份有限公司	49 kg	112 kg	63.5 kg
广东光华科技股份有限公司	14.6 t	5.3 t	14.5 t
南京化学试剂股份有限公司	1.5 t	2.8 t	3.4 t

1.3 亚硝酸钠国内外标准指标对比表（见表 2）

1.4 亚硝酸钠国内外标准方法对比表（见表 3）

1.5 亚硝酸钠各生产单位检测数据（见表 4）

1.6 反馈意见汇总

2025 年 6 月通过微信群发出征求意见函，收到回函 3 份，其中有意见和建议的 1 份，无意见 2 份，回函意见汇总见表 5。

表 5 反馈意见汇总

单 位 名 称	意见及建议	意见处理
广东广试试剂科技有限公司 曹娟 委员	（1）钙的检测方法建议使用 FAAS、ICP-OES 方法代替原化分方法； （2）金属元素建议增加 ICP-OES 检测。	（1）采纳。 （2）采纳。
江苏强盛功能化学股份有限公司 归向红 委员	无意见	/
南京化学试剂股份有限公司 查宏燕 委员	无意见	/

2 标准编制原则及依据

本标准修订充分考虑了最新技术水平和当前市场情况，遵循“一致性、协调性、易用性”的原则，尽可能与国外先进标准接轨，注重标准的可操作性，本标准严格按照 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》的规定进行编写和表述。

3 标准技术内容的确定及制定说明

本次国标修订主要在原 GB/T 633-1994《化学试剂 亚硝酸钠》基础上进行，参考日本 JIS K 8019: 2010《亚硝酸钠（试剂）》标准、美国 ACS（2016 年版）标准，并结合产品质量而修订。

3.1 规格、项目和指标

规格：分析纯、化学纯两个规格。

项目：分析纯有含量、澄清度试验、水不溶物、干燥失量、氯化物、硫酸盐、镁、钾、钙、铁、重金属 11 项。与 1994 年版分析纯指标相比较，增加了干燥失量、镁项目。化学纯相比分析纯少了镁、钙，共 9 项，与 1994 年版化学纯指标相比较，增加了干燥失量项目。

指标：本标准的分析纯指标与 JIS 相比，多水不溶物 1 项指标，含量、钾 2 项指标严于 JIS 标准，硫酸盐 1 项指标宽于 JIS 标准，其余指标与 JIS 相当。

本标准的分析纯指标与 ACS 相比，多澄清度试验、干燥失量、镁 3 项指标，含量、水不溶物、氯化物、硫酸盐、钾、钙、铁、重金属 8 项指标严于 ACS 标准。

3.2 分析方法制定说明

3.2.1 含量

同原标准 GB/T 633-1994 中 4.1 方法，用碘量法测定。

3.2.2 澄清度试验

原标准 GB/T 633-1994 中引用的 HG/T 3-1168《化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法(玻璃乳浊液法)》已作废，被 HG/T 3484《化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准》代替。

本次修订为“称取 25g 样品，溶于 100mL 水中，其浊度不应大于 HG/T 3484—1999 中表 2 规定的 3 号(分析纯)或 5 号(化学纯)澄清度标准。”。

3.2.3 水不溶物

同原标准 GB/T 633-1994 中 4.2.2 方法，按 GB/T 9738《化学试剂 水不溶物测定通用方法》的规定测定。

3.2.4 干燥失量

本次修订新增加指标。

样品于 105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒量。

3.2.5 氯化物

样品溶于水，用乙酸溶液、30%过氧化氢等前处理后，按 GB/T 9729《化学试剂 氯化物测定通用方法》的规定测定。

硫酸盐

3.2.6 镁

本次修订新增加指标。

样品溶于水，用盐酸酸化，经煮沸等前处理后，按 GB/T 9723《化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则》的规定测定。

根据征求意见调研意见，增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，并以原子吸收光谱法作仲裁法。

3.2.7 钾

根据征求意见调研意见，增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，同时保留原原子吸收光谱法，并以原子吸收光谱法作仲裁法。

3.2.8 钙

根据征求意见调研意见，本次修订为原子吸收光谱法与电感耦合等离子体原子发射光谱法并行，并以原子吸收光谱法作仲裁法。

钙更改了指标，按原方法钙试剂目视比色法做验证时，对应调整取样量或标准溶液用量，做加标回收实验异常(详见实验报告)，因此取消了钙试剂目视比色法。

3.2.9 铁

根据征求意见调研意见，增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，同时保留原比色法，并以比色法作仲裁法。

3.2.10 重金属

同原标准 GB/T 633-1994 中 4.2.8 方法，饱和硫化氢水比色法。

3.3 检验规则

原标准 GB/T 633-1994《化学试剂 亚硝酸钠》中引用的 GB/T 619《化学试剂 采样及验收规则》已作废，被 HG/T 3921-2006《化学试剂 采样及验收规则》代替。本次修订为按照 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

3.4 包装及标志

按 GB/T 15346-2012《化学试剂 包装及标志》规定，并结合实际包装需求进行更新，增加了第 5 类大包装单位及对应的包装形式。

三、主要试验验证情况分析

本次修订按拟定的标准方法，对新增或更改的项目和方法如干燥失量、氯化物、镁、钾、钙、铁进行实验。实验结果均符合要求，拟订方法可行，实验数据见实验报告。

四、专利说明

经中华人民共和国国家知识产权局专利检索，本标准不涉及专利。

五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

化学试剂亚硝酸钠的生产工艺成熟，质量稳定，所用原材料国内市场充盈；随着高端产品在军工、化工熔盐、热处理、医药等行业的应用，在国际、国内的需求量有所增加，有良好的市场，经济效益可观。

六、采用国际标准和国外先进标准情况，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

化学试剂亚硝酸钠无国际标准，国外标准有日本 JIS K 8019: 2010 标准、美国 ACS(2016 年版)标准。本标准与国外标准的对比情况参见表 2、表 3。本标准技术水平达到国外同类标准的水平。

本标准的分析纯指标与 JIS 相比，多水不溶物 1 项指标，含量、钾 2 项指标严于 JIS 标准，硫酸盐 1 项指标宽于 JIS 标准，其余指标与 JIS 相当。

本标准的分析纯指标与 ACS 相比，多澄清度试验、干燥失量、镁 3 项指标，含量、水不溶物、氯化物、硫酸盐、钾、钙、铁、重金属 8 项指标均严于 ACS 标准。

本标准的化学纯指标与 ACS 相比，多澄清度试验、干燥失量 2 项指标，少钙 1 项指标，含量指标严于 ACS 标准，氯化物、硫酸盐宽于 ACS 标准，其余指标与 ACS 相当。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准(强制性标准)的协调性

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的化学试剂国家标准及行业标准，强制性标准只有 GB 15346-2012《化学试剂 包装及标志》，其余均为推荐性标准。

本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

本标准的性质为推荐性标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准目前正在修订阶段。原标准的标龄已经超过 30 年了，原规范性引用文件已经全部废止，不再适用，报批稿提交后希望有关部门尽快批准发布。新标准发布后，希望标委会和各生产、使用单位对新版标准文件进行宣贯，并按新标准的实施日期执行。

十一、废止现行相关标准的建议

无。

十二、公平竞争审查结论

经审查，本标准未限制或变相限制市场准入和退出，未限制或变相限制商品要素自由流动，不影响经营者生产经营成本和生产经营行为。

十三、其它应予说明的事项

无。

表 2 亚硝酸钠国内外标准指标对比表

项目	GB/T 633-1994		JISK 8019:2010	ACS 2016	拟定指标 GB/T 633-202X	
	分析纯	化学纯			分析纯	化学纯
含量(NaNO_2), %	≥ 99.0	≥ 98.0	≥ 98.5	≥ 97.0	≥ 99.0	≥ 98.0
澄清度试验, 号	合格(≤ 3)	合格(≤ 5)	——	——	≤ 3	≤ 5
水不溶物, %	≤ 0.002	≤ 0.01	——	≤ 0.01	≤ 0.002	≤ 0.01
水溶解试验	——	——	合格	——	——	——
干燥失量, %	——	——	≤ 0.5	——	≤ 0.5	≤ 1.0
氯化物(Cl), %	≤ 0.005	≤ 0.04	≤ 0.003	≤ 0.005	≤ 0.003	≤ 0.02
硫酸盐(SO_4), %	≤ 0.005	≤ 0.03	≤ 0.002	≤ 0.01	≤ 0.005	≤ 0.03
镁(Mg), %	——	——	≤ 0.002	——	≤ 0.002	——
钾(K), %	≤ 0.001	≤ 0.005	≤ 0.003	≤ 0.005	≤ 0.001	≤ 0.005
钙(Ca), %	≤ 0.005	——	≤ 0.002	≤ 0.01	≤ 0.002	——
铁(Fe), %	≤ 0.0005	≤ 0.001	≤ 0.0002	≤ 0.001	≤ 0.0002	≤ 0.001
铅(Pb), %	——	——	≤ 0.0002	——	——	——
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.0002	≤ 0.001	——	≤ 0.001	≤ 0.0002	≤ 0.001

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
含量 (NaNO ₂)	混合液的制备： 量取50.00mL高锰酸钾标准滴定溶液$[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}]$、250mL水及20mL硫酸溶液(20%)，摇匀。 称取1g(精确至0.0001g)样品，溶于水，移入100mL容量瓶中，稀释至刻度。取10.00mL，在摇动下缓缓加入混合液中，注入时，移液管尖端需接触溶液表面，摇匀，放置10min。加3g碘化钾，摇匀，于暗处放置5min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液$[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}]$滴定，近终点时，加2mL淀粉指示液(10g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。	称取1g试样，精确至0.1mg，转移至100mL容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀(得到B液)。准确量取80mL硫酸(1+15)和40mL高锰酸钾溶液(0.02mol/L)于300mL锥形瓶中，将10mLB液(准确加入)通过移液管插入高锰酸钾溶液液面下加入。放置5min后，准确加入25mL草酸钠溶液(0.05mol/L)，加热至60-70℃，用高锰酸钾溶液(0.02mol/L)滴定。终点为溶液红色保持30s不消失。另外，进行以下空白试验以校正滴定量：准确量取10mL水、80mL硫酸(1+15)和25mL草酸钠溶液(0.05mol/L)于300mL锥形瓶中，加热至60-70℃，用高锰酸钾溶液(0.02mol/L)滴定。	样品溶液A的制备：精确称取10.0g样品，溶于水，转移至100mL容量瓶中，并稀至100mL。(1mL=0.1g) 移取10mL样品溶液A置于100mL容量瓶中，加水稀释至刻度。量取300mL水，加5mL硫酸，趁热用高锰酸钾标准滴定溶液$[c(\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}]$滴定至浅粉红色，并保持2min，再准确加入40.0mL，混匀。持续搅拌下缓慢加入10.0mL稀释后的样品溶液，滴加过程中将吸量管的尖嘴部分置于液面下，再加15.0mL硫酸亚铁铵标准滴定溶液$\{c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_2]=0.1\text{mol/L}\}$，放置5min，用高锰酸钾标准滴定溶液$[c(\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}]$滴定过量的硫酸亚铁铵。	混合液的制备： 量取50.00mL高锰酸钾标准滴定溶液$[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}]$、250mL水及20mL硫酸溶液(20%)，摇匀。 称取1g(精确至0.0001g)样品，置于100mL容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度。取10.00mL，在摇动下缓缓加入混合液中，注入时，移液管尖端需接触溶液表面，摇匀，放置10min。加3g碘化钾，摇匀，于暗处放置5min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液$[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}]$滴定，近终点时，加2mL淀粉指示液(10g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。
澄清度 试验	称取25g样品，溶于100mL水中，其浊度不应大于HG/T 3—1168中规定的3号(分析纯)或5号(化学纯)澄清度标准。	水溶状:称取2.0g试样于通用磨砂平底试管中，加水溶解并定容至20mL。试样溶解后，立即将浊度与浊度合格限度标准比较。同时，从上方或侧面观察是否有异物，如灰尘、悬浮物等。	—	称取25g样品，溶于100mL水中，其浊度不应大于HG/T 3484—1999中表2规定的3号(分析纯)或5号(化学纯)澄清度标准。

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表(续 1)

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
水不溶物	称取 50 g 样品，溶于 200 mL 沸水中，冷却至室温，用已在 105℃±2℃干燥至恒量的 4 号玻璃滤坩过滤，用热水洗涤滤渣至洗液无亚硝酸盐反应，于 105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒量。结果按 GB/T 9738 中第 7 章的规定计算。	——	称取 10g 样品，溶于 100mL 水，按通则测定。	称取 50 g 样品，溶于 200 mL 沸水中，冷却至室温，用已在 105℃±2℃干燥至恒量的 4 号玻璃滤坩过滤，用热水洗涤滤渣至洗液无亚硝酸盐反应，于 105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒量。结果按 GB/T 9738 中第 7 章的规定计算。
干燥失量	——	称取 1g 试样，精确至 0.1mg。干燥温度为 105℃，干燥时间为 5h。	——	称取 1g(精确至 0.0001g)样品，置于预先于 105℃±2℃干燥至恒量的称量瓶中，于 105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒量。
氯化物 (Cl)	称取 0.4g(化学纯取 0.2g)样品，溶于 5mL 水中，加 2mL 乙酸溶液(30%)，在水浴上蒸至近干，加 15mL 水(必要时过滤)，稀释至 20mL 后，按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。标准比浊溶液的制备是取含 0.02mg(分析纯)或 0.08mg(化学纯)的氯化物(Cl)标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试液同时同样处理。	试样溶液的制备：称取 10g 试样置于 100mL 烧杯中，加水溶解并定容至 100mL（此溶液记为 C 液）。量取 10mLC 液（相当于 1.0g 试样量）置于通用磨砂平底试管中，加入 1mL 乙酸（1+2）和 5mL 硫酸氢铵溶液（350g/L），放置 10min。将其在水浴中加热约 1min，冷却后，用水稀释至 20mL。比较溶液的制备：在通用磨砂平底试管中加入 1mL 乙酸（1+2）、5mL 硫酸氢铵溶液（350g/L）和 3.0mL 氯化物标准液（Cl：0.01mg/mL），加水稀释至 20mL。向试样溶液和比较溶液中分别加入 5mL 硝酸（1+2）和 1mL 硝酸银溶液（20g/L），摇匀后，放置 15min。以黑色为背景，从通用磨砂平底试管的上方或侧面观察试样溶液和比较溶液产生的浊度，并进行比较。	量取 2.0mL 样品溶液 A，加 10mL 水，缓慢加入 1mL 冰乙酸，温和煮沸 5min。按通则测定。	称取0.5g(化学纯取0.2g)样品，溶于 10mL 水中，加 5mL 乙酸溶液(30%)，2mL 30%过氧化氢，在水浴上蒸干，加 15mL 水(必要时过滤)，稀释至 20mL 后，按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。标准比浊溶液的制备是取含 0.015mg(分析纯)或 0.04mg(化学纯)的氯化物(Cl)标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试液同时同样处理。

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表(续 2)

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
硫酸盐 (SO ₄)	试验溶液的制备 称取 1g 样品，溶于 15mL 水中，滴加 4mL 盐酸溶液 (20%)，在水浴上蒸干，残渣溶于水(必要时过滤)，稀释至 50mL。 测定方法 量取 20mL (化学纯取 10mL，稀释至 20mL) 试验溶液，加 0.5mL 盐酸溶液 (20%) 酸化后，按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。 标准比浊溶液的制备是取含 0.02mg (分析纯) 或 0.06mg (化学纯) 的硫酸盐 (SO₄) 标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试液同时同样处理。	试样溶液的制备：取 C 液 20mL (相当于 2.0g 试样量) 置于玻璃蒸发皿中，加入 7.5mL 盐酸 (2+1)，在水浴上加热至蒸干。向残渣中加入 5mL 水和 1.5mL 盐酸 (2+1)，再次在水浴上加热至蒸干。将残渣用水溶解，转移至通用磨砂平底试管中，加入 0.3mL 盐酸 (2+1) 并用水稀释至 25mL。 比较溶液的制备：取 9mL 盐酸 (2+1) 置于玻璃蒸发皿中，在水浴上加热至蒸干。将残渣用水溶解，转移至通用磨砂平底试管中，加入 4.0mL 硫酸盐标准液 (SO₄: 0.01mg/mL)、0.3mL 盐酸 (2+1) 并用水稀释至 25mL。 向试样溶液和比较溶液中分别加入 3mL 乙醇 (95) 和 2mL 氯化钡溶液 (100g/L)，摇匀后，放置 1h。 以黑色为背景，从通用磨砂平底试管的上方或侧面观察试样溶液和比较溶液产生的浊度，并进行比较。	量取 5.0mL 样品溶液 A，加 1mL 盐酸，蒸干。按通则方法 2 的规定测定。	试验溶液的制备 称取 1g 样品，溶于 15mL 水中，滴加 4mL 盐酸溶液 (20%)，在水浴上蒸干，残渣溶于水(必要时过滤)，稀释至 50mL。 测定方法 量取 20mL (化学纯取 10mL，稀释至 20mL) 试验溶液，加 0.5mL 盐酸溶液 (20%) 酸化后，按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。 标准比浊溶液的制备是取含 0.02mg (分析纯) 或 0.06mg (化学纯) 的硫酸盐 (SO₄) 标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试液同时同样处理。
镁 (Mg)	——	试样溶液的制备：取 S 液 10mL (相当于 1.0g 试样量) 置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀 (此溶液记为 X 液)。 比较溶液的制备：取 S 液 10mL (相当于 1.0g 试样量) 置于 100mL 容量瓶中，加入 2.0mL 镁标准液 (Mg: 0.01mg/mL) 和 2.0mL 钙标准液 (Ca: 0.01mg/mL)，再用水稀释至刻度，摇匀 (此溶液记为 Y 液)。按原子吸收法测定。	——	(1) 火焰原子吸收光谱法 (仲裁法)。 (2) 电感耦合等离子体原子发射光谱。

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表(续 3)

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
钾(K)	称取 5g 样品，溶于 80mL 水中，滴加 8mL 盐酸，煮沸 5min，加少量水，再煮沸 5min，冷却，稀释至 100mL。取 20mL(化学纯取 4mL)，共四份，按 GB/T 9723-2007 中 7.2.2 的规定测定。	试样溶液的制备：称取 10g 试样置于 200mL 烧杯中，加入 60mL 水溶解，小心缓慢加入 20mL 盐酸(2+1)，在水浴上加热约 1h，冷却。将溶液转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(此溶液记为 S 液)。量取 10mL S 液(相当于 1.0g 试样量)置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(此溶液记为 X 液)。 比较溶液的制备：量取 10mL S 液(相当于 1.0g 试样量)置于 100mL 容量瓶中，加入 3.0mL 钾标准液(K: 0.01mg/mL)，再用水稀释至刻度，摇匀(此溶液记为 Y 液)。 按原子吸收法测定。	标准储存液：取 10.0g 样品，溶于水，移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度(1mL=0.10g)。取 5mL，按 AAS 通则测定。	(1) 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)。 (2) 电感耦合等离子体原子发射光谱。
钙(Ca)	量取 5mL 试验溶液，稀释至 10mL，加 10mL 乙醇(95%)，0.5mL 混合碱及 1mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2g/L)，摇匀，放置 5min，用 5mL 三氯甲烷萃取(温度不超过 30℃)，立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。 标准比色溶液的制备是取含 0.005mg 钙(Ca)的标准溶液，稀释至 10mL，与同体积试液同时同样处理。	与镁同时测定	标准储存液：取 10.0g 样品，溶于水，移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度(1mL=0.10g)。取 5mL，按 AAS 通则测定。	(1) 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)。 (2) 电感耦合等离子体原子发射光谱。

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表(续 4)

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
铁(Fe)	称取 2g 样品，溶于 10mL 水中，滴加 3mL 盐酸，在水浴上蒸干，残渣溶于 15mL 水中，用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2 后，按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。 标准比色溶液的制备是取含 0.01mg(分析纯)或 0.02mg(化学纯)铁(Fe)的标准溶液，稀释至 15mL，与同体积试液同时同样处理。	试样溶液的制备：称取 10g 试样置于玻璃蒸发皿中，加入 60mL 水溶解，小心缓慢加入 20mL 盐酸(2+1)，在水浴上加热至蒸干。向残渣中加水溶解，定容至 80mL。 比较溶液的制备：称取 10g 试样置于玻璃蒸发皿中，加入 60mL 水溶解，小心缓慢加入 20mL 盐酸(2+1)，在水浴上加热至蒸干。向残渣中加水溶解，加入 2.0mL 铅标准液(Pb: 0.01mg/mL)、2.0mL 铁标准液(Fe: 0.01mg/mL)，再加水定容至 80mL。 空白试验溶液的制备：将 20mL 盐酸(2+1)在水浴上加热至蒸干，加水定容至 5mL。 向试样溶液和比较溶液中分别加入 2mL 柠檬酸氢二铵溶液(100g/L)，用 pH 计，使用盐酸(2+1)或氨水(2+3)调节 pH 至 5.5，立即再加入 5mL NaDDTC 溶液(10g/L)，加水定容至 100mL。 将上述溶液转移至 200mL 分液漏斗中，加入 20mL 乙酸丁酯，剧烈振荡 1min，静置至溶液分层。分离并收集上层(乙酸丁酯相)，试样溶液的乙酸丁酯相记为 X 液，下层溶液保留。比较溶液的乙酸丁酯层记为 Y 液，下层溶液弃去。 将试样溶液的下层(水相)转移至 200mL 分液漏斗中，加入 20mL 乙酸丁酯，剧烈振荡 1min，静置分层后分离下层(水相)。此时上层(乙酸丁酯相)弃去。再次向下层(水相)中加入 20mL 乙酸丁酯，剧烈振荡 1min，静置分层后分离下层(水相)，上层弃去。向所得水相中加入 3)中的空白试验溶液，再加入 2mL 柠檬酸氢二铵溶液(100g/L)，用 pH 计，使用盐酸(2+1)或氨水(2+3)调节 pH 至 5.5。立即再加入 5mL NaDDTC 溶液(10g/L)，加入 20mL 乙酸丁酯，剧烈振荡 1min，静置分层后分离上层(乙酸丁酯相)，记为 Z 液。按原子吸收法测定。	量取 10mL 样品溶液 A，加 5mL 盐酸，蒸干。残渣溶于 2mL 盐酸和 20mL 水，必要时过滤，并稀释至 50mL，按通则中方法 1 的规定测定，不必再酸化。	(1) 目视比色法(仲裁法)。 (2) 电感耦合等离子体原子发射光谱。
铅(Pb)	——	与铁同时测定	——	——

表 3 亚硝酸钠国内外标准方法对比表(续 5)

项目	GB/T 633-1994	JISK 8019:2010	ACS	拟定 GB/T 633-202X
重 金 属 (以 Pb 计)	称取 5g(化学纯取 2.5g)样品，溶于 15mL 水中，滴加 15mL 盐酸溶液(20%)，在水浴上蒸干，残渣溶于水，用氨水溶液(10%)将溶液 pH 值调至 4 后，稀释至 40mL，加 0.2mL 乙酸溶液(30%)及 10mL 新制备的饱和硫化氢水溶液，摇匀，放置 10min。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。 标准比色溶液的制备是取含 0.010mg(分析纯)或 0.025mg(化学纯)铅(Pb)的标准溶液，稀释至 40mL，与同体积试液同时同样处理。	——	量取 30mL 样品溶液 A，加 5mL 盐酸，蒸干。再加入 5mL 盐酸，蒸干。残渣溶于 20mL 水，并稀释至 25mL。按通则中方法 1 的规定测定，溶液所呈暗色不得深于标准。 标准的制备是取含 0.02mg 铅(Pb)的标准溶液和 10mL 样品溶液 A，与 30mL 样品溶液 A 同时同样处理。	称取 5g(化学纯取 2.5g)样品，溶于 15mL 水中，滴加 15mL 盐酸溶液(20%)，在水浴上蒸干，残渣溶于水，用氨水溶液(10%)将溶液 pH 值调至 4 后，稀释至 40mL，加 0.2mL 乙酸溶液(30%)及 10mL 新制备的饱和硫化氢水溶液，摇匀，放置 10min。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。 标准比色溶液的制备是取含 0.010mg(分析纯)或 0.025mg(化学纯)铅(Pb)的标准溶液，稀释至 40mL，与同体积试液同时同样处理。

表 4 各生产单位亚硝酸钠实测数据

名 称	分 析 纯	江苏强盛功能化学股份有限公司			广东广试试剂科技有限公司		
		20220110	20230608	20240305	20240402	20240901	20241201
亚硝酸钠 (NaNO ₂), w/%	≥99.0	99.32	99.12	99.94	99.26	99.20	99.40
澄清度试验, 号	≤3	3	3	3	3	3	3
水不溶物, w/%	≤0.002	0.0016	0.0013	0.0015	0.0015	0.0010	0.0015
氯化物 (Cl), w/%	≤0.005	0.005	<0.005	0.005	0.0030	0.0048	0.0030
硫酸盐 (SO ₄), w/%	≤0.005	<0.005	<0.005	0.005	0.0040	0.0030	0.0040
钾 (K), w/%	≤0.001	<0.001	<0.001	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006
钙 (Ca), w/%	≤0.005	<0.005	<0.005	0.005	0.0035	0.0040	0.0040
铁 (Fe), w/%	≤0.0005	<0.0005	<0.0005	0.0003	0.00030	0.00030	0.00040
重金属 (以 Pb 计), w/%	≤0.0002	<0.0002	<0.0002	0.0002	0.00015	0.00015	0.00015
名 称	分 析 纯	南京化学试剂股份有限公司			广东光华科技股份有限公司		
		221018396G	230608610E	240419052E	20230912	20240913	20250622
亚硝酸钠 (NaNO ₂), w/%	≥99.0	99.5	99.9	99.1	99.89	99.68	99.64
澄清度试验, 号	≤3	合格	合格	合格	3	3	3
水不溶物, w/%	≤0.002	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002
氯化物 (Cl), w/%	≤0.005	0.002	0.002	0.003	0.004	0.005	0.005
硫酸盐 (SO ₄), w/%	≤0.005	0.003	0.003	0.003	0.004	0.004	0.003
钾 (K), w/%	≤0.001	0.0002	0.0002	0.0003	0.0001	0.0001	0.0001
钙 (Ca), w/%	≤0.005	0.003	0.003	0.002	0.004	0.005	0.005
铁 (Fe), w/%	≤0.0005	0.0003	0.0003	0.0002	0.0004	0.0004	0.0003
重金属 (以 Pb 计), w/%	≤0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	0.0002	0.0002	0.0002

化学试剂 亚硝酸钠

实验报告

一、干燥失量

称取 1g(精确至 0.0001g)样品, 置于预先于 105℃±2℃干燥至恒量的称量瓶中, 于 105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒量。实验结果见表 1。

表 1

名称	指标		批号	
	分析纯	化学纯	24090015(分析纯)	24090019(分析纯)
干燥失量, w/%	≤0.3	≤0.5	0.07	0.09
			0.08	0.09
平均值, %			0.08	0.09

实验结果: 测定方法无异常, 实测数据符合拟定指标, 拟定方法可行。

二、氯化物

称取 0.5g(化学纯取 0.2g)样品, 溶于 10mL 水中, 加 5mL 乙酸溶液(30%), 2mL 30%过氧化氢, 在水浴上蒸干, 加 15mL 水(必要时过滤), 稀释至 20mL 后, 按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.015mg(分析纯)或 0.04mg(化学纯)的氯化物(Cl)标准溶液, 稀释至 20mL, 与同体积试液同时同样处理。实验结果见表 2、表 3。

表 2

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w/%	氯化物(Cl), w/%
24090015 (称取 0.5g)	0.006	0.015	0.024	0.018	120	0.0013	≤0.003%(AR)
	0.007	0.015	0.022	0.015	100		
24090019 (称取 0.5g)	0.007	0.015	0.022	0.015	100	0.0015	
	0.008	0.015	0.022	0.014	93		

表 3

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w /%	氯化物(Cl), w /%
24090015 (称取 0.2g)	0.002	0.04	0.041	0.039	98	0.001	≤0.02%(CP)
	0.002	0.04	0.042	0.040	100		
24090019 (称取 0.2g)	0.002	0.04	0.041	0.039	98	0.001	
	0.002	0.04	0.041	0.039	98		

实验结果: 测定方法无异常, 实测数据符合拟定指标, 拟定方法可行。

三、钙(目视比色法)

试验溶液的制备: 称取 1g 样品, 溶于 15mL 水中, 滴加 4mL 盐酸溶液(20%), 在水浴上蒸干, 残渣溶于水(必要时过滤), 稀释至 50mL。

方法一：

量取10mL试验溶液，加10mL乙醇(95%)，0.5mL混合碱及1mL乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2g/L)，摇匀，放置5min，用5mL三氯甲烷萃取(温度不超过30℃)，立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.002mg钙(Ca)的标准溶液，稀释至10mL，与同体积试液同时同样处理。实验结果见表4。

表 4

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w/%	钙(Ca)， w/%
24090015	0.0012	0.004	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算	0.0006	≤0.002%(AR)
	0.0012	0.004	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算		
24090019	0.001	0.004	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算	0.0005	
	0.001	0.004	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算		

方法二：

量取5mL试验溶液，稀释至10mL，加10mL乙醇(95%)，0.5mL混合碱及1mL乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2g/L)，摇匀，放置5min，用5mL三氯甲烷萃取(温度不超过30℃)，立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.002mg钙(Ca)的标准溶液，稀释至10mL，与同体积试液同时同样处理。实验结果见表5。

表 5

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w/%	钙(Ca)， w/%
24090015	0.0006	0.002	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算	0.0006	≤0.002%(AR)
	0.0006	0.002	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算		
24090019	0.0005	0.002	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算	0.0005	
	0.0005	0.002	颜色红中 带黄，无 法比色	无法计算	无法计算		

方法三(原GB/T 633-1994方法)：

量取5mL试验溶液，稀释至10mL，加10mL乙醇(95%)，0.5mL混合碱及1mL乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2g/L)，摇匀，放置5min，用5mL三氯甲烷萃取(温度不超过30℃)，立即比色。有机层所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.005mg钙(Ca)的标准溶液，稀释至10mL，与同体积试液同时同样处理。实验结果见表6。

表 6

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w/%
24090015	0.0010	0.005	0.0058	0.0048	96	0.0010
	0.0011	0.005	0.0058	0.0047	94	
24090019	0.0008	0.005	0.0056	0.0048	96	0.0008
	0.0008	0.005	0.0057	0.0047	94	

实验结果：原指标对应的原方法回收率符合要求。钙指标拟收严为 $\leq 0.002\%$ ，对方法(方法一、方法二)进行验证，回收率无法计算。故拟定方法中取消目视比色法。

四、铁(目视比色法)

称取2g样品，溶于10mL水中，滴加3mL盐酸，在水浴上蒸干，残渣溶于15mL水中，用盐酸溶液(15%)将溶液pH值调至2后，按GB/T 9739的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.004mg(分析纯)铁(Fe)的标准溶液，稀释至15mL，与同体积试液同时同样处理。

实验结果见表7。

表 7

批号	样品实测 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	实测值 w/%	铁(Fe), w/%
24090015	0.001	0.004	0.005	0.004	100	0.00005	≤0.0002 (AR)
	0.001	0.004	0.005	0.004	100		
24090019	0.001	0.004	0.005	0.004	100	0.00005	
	0.001	0.004	0.005	0.004	100		

实验结果：测定方法无异常，实测数据符合拟定指标，拟定方法可行。

五、镁、钙(原子吸收光谱法)

1. 试剂、材料和仪器

按GB/T 9723—2007中第5章、第6章的规定。

2. 仪器条件

光源：镁空心阴极灯、钙空心阴极灯。

波长：285.2nm、422.7nm。

火焰：乙炔-空气。

3. 测定方法

镁：称取5g样品，溶于80mL水中，滴加8mL盐酸，煮沸5min，加少量水，再煮沸5min，冷却，稀释至100mL。取20mL，共四份，一份不加标准，另外三份分别加入5 μ g、10 μ g、20 μ g的镁(Mg)标准溶液，稀释至100mL，摇匀，按GB/T 9723—2007中7.2.2的规定测定。

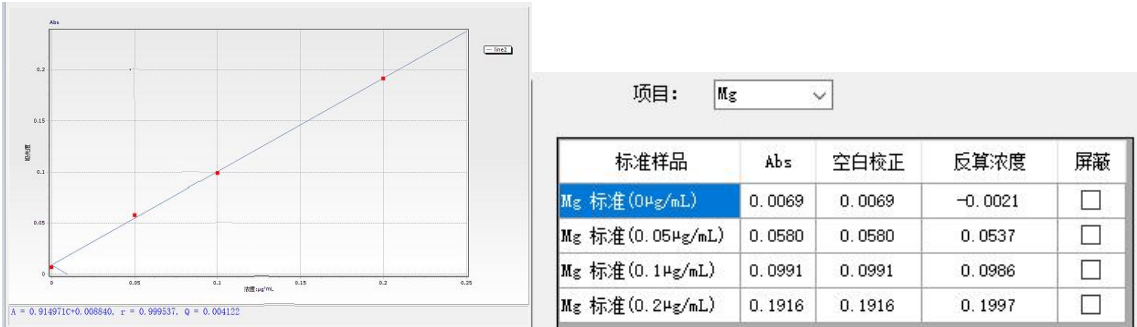
钙：称取25g样品，加50mL水，滴加40mL盐酸，煮沸5min，加少量水，再煮沸5min，冷却，稀释至100mL。取20mL，共四份，一份不加标准，另外三份分别加入50 μ g、100 μ g、200 μ g的钙(Ca)标准溶液，稀释至100mL，摇匀，按GB/T 9723—2007中7.2.2的规定测定。

实验结果见表8。

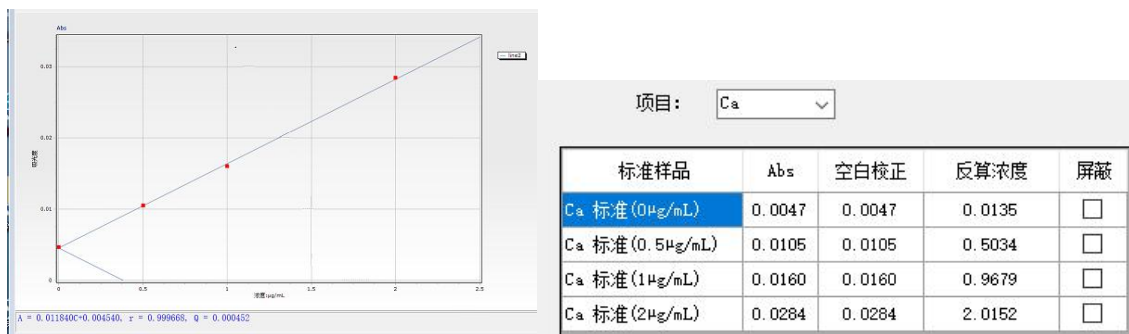
表 8

批号	24090015		24090019	
项目指标	镁, w/%	钙, w/%	镁, w/%	钙, w/%
测定次数	≤0.002(AR)	≤0.002(AR)	≤0.002(AR)	≤0.002(AR)
1	0.000064	0.00101	0.000060	0.00079
2	0.000065	0.00098	0.000067	0.00071
3	0.000062	0.00100	0.000068	0.00073
4	0.000061	0.00098	0.000070	0.00076
5	0.000060	0.00100	0.000067	0.00071
6	0.000068	0.00098	0.000067	0.00073
7	0.000068	0.00100	0.000063	0.00074
8	0.000064	0.00098	0.000062	0.00071
9	0.000067	0.00098	0.000062	0.00074
10	0.000061	0.00100	0.000063	0.00079
11	0.000062	0.00098	0.000068	0.00069
平均值, %	0.000064	0.000990	0.000065	0.000736
SD, %	0.000003	0.000012	0.000003	0.000033
RSD, %	4.53	1.20	4.99	4.43
相关系数	0.9995	0.9993	0.9991	0.9997
回收率, %	106.7	96.3	111.9	105.0

各元素的标准曲线如下。



镁的 AAS 标准加入法曲线



钙的 AAS 标准加入法曲线

实验结果：测定方法无异常，实测数据符合拟定指标，回收率均在允许范围内，拟定方法可行。

六、镁、钾、钙、铁(电感耦合等离子体原子发射光谱法)

1. 测定方法

称取5g样品，溶于20mL水中，滴加10mL硝酸，煮沸5min，冷却，稀释至100mL。取20mL，共四份，一份不加标准，另外三份分别加入10μg、20μg、30μg的标准溶液，稀释至100mL，摇匀，按GB/T 23942-2009中7.3.3的规定测定。

实验结果见表9、表10。

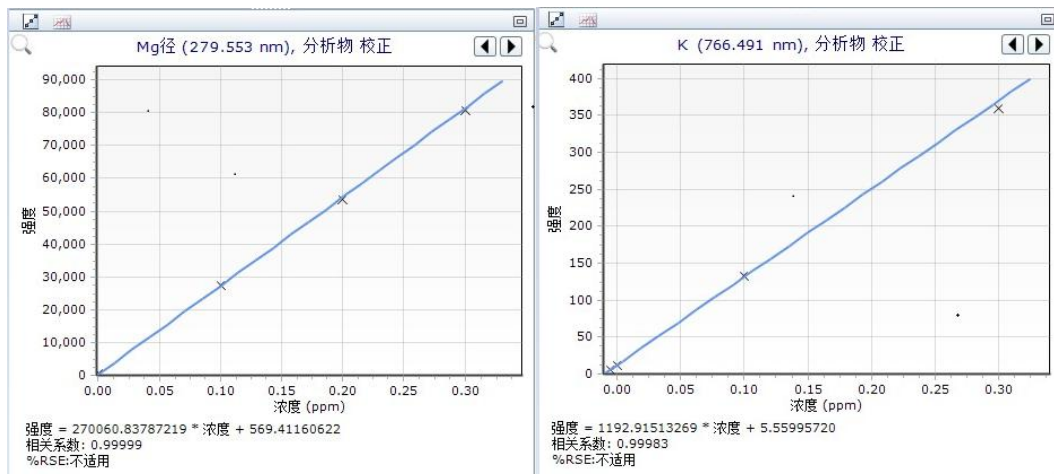
表 9

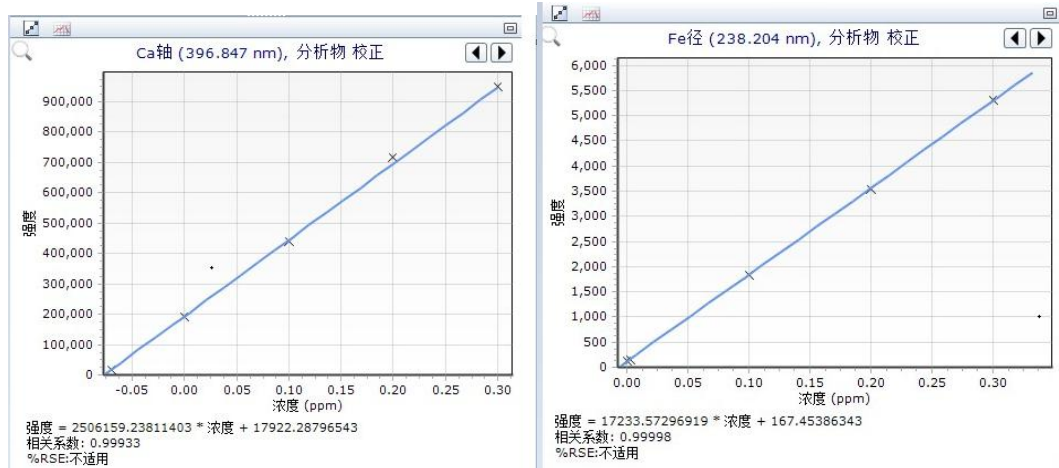
批号	24090015			
元素及波长、指标	镁, w/%	钾, w/%	钙, w/%	铁, w/%
测定次数	279.553nm	766.491nm	396.847nm	238.204nm
	≤0.002(AR)	≤0.001(AR) ≤0.005(CP)	≤0.002(AR)	≤0.0002(AR) ≤0.001(CP)
1	未检出	未检出	0.00073	未检出
2	未检出	未检出	0.00075	未检出
3	未检出	未检出	0.00069	未检出
4	未检出	未检出	0.00074	未检出
5	未检出	未检出	0.00069	未检出
6	未检出	未检出	0.00074	未检出
7	未检出	未检出	0.00069	未检出
8	未检出	未检出	0.00076	未检出
平均值, %	未检出	未检出	0.00072	未检出
RSD, %	0	0	4.34	0
相关系数	0.99999	0.99983	0.99933	0.99998
方法检出限, %	0.000001	0.0006	0.000016	0.000025
回收率, %	104~105	96~103	112~115	101~102

表 10

批号	24090019			
元素及波长、指标	镁, w/%	钾, w/%	钙, w/%	铁, w/%
测定次数	279.553nm	766.491nm	396.847nm	238.204nm
	≤0.002(AR)	≤0.001(AR) ≤0.005(CP)	≤0.002(AR)	≤0.0002(AR) ≤0.001(CP)
1	0.000006	未检出	0.00036	未检出
2	0.000006	未检出	0.00037	未检出
3	0.000005	未检出	0.00035	未检出
4	0.000006	未检出	0.00038	未检出
5	0.000006	未检出	0.00038	未检出
6	0.000006	未检出	0.00035	未检出
7	0.000006	未检出	0.00038	未检出
8	0.000006	未检出	0.00035	未检出
平均值, %	0.000006	未检出	0.00037	未检出
RSD, %	6.02	0	3.79	0
相关系数	0.99988	0.99996	0.99999	0.99991
方法检出限, %	0.000001	0.0006	0.000016	0.000025
回收率, %	97~101	93~97	99~101	99~102

各元素的标准加入法标准曲线如下。





实验结果：元素测定方法无异常，实测数据符合拟定指标，回收率均在允许范围内，拟定方法可行。

AAS 与 ICP 的检测结果对比见表 11。

表 11

批号及项目 测定方法	24090015			24090019		
	镁, w/%	钾, w/%	钙, w/%	镁, w/%	钾, w/%	钙, w/%
AAS	0.00006	0.00009	0.00099	0.000065	0.00006	0.00074
ICP	未检出(检出 限 0.000001%)	未检出(检出 限 0.0006%)	0.00072	0.000006	未检出(检出 限 0.0006%)	0.00037

实验数据汇总

项 目	分析纯	化学纯	光华科技	
			24090015 (分析纯)	24090019 (分析纯)
亚硝酸钠 (NaNO ₂), w/%	≥99.0	≥98.0	99.8	99.7
澄清度试验, 号	≤3	≤5	<3	<3
水不溶物, w/%	≤0.002	≤0.01	0.002	0.002
干燥失量, w/%	≤0.5	≤1.0	0.08	0.09
氯化物(Cl), w/%	≤0.003	≤0.02	0.001	0.001
硫酸盐(SO ₄), w/%	≤0.005	≤0.03	0.004	0.004
镁(Mg), w/%	≤0.002	≤0.005	0.00006	0.000065
钾(K), w/%	≤0.001	≤0.005	0.00009	0.00006
钙(Ca), w/%	≤0.002	—	0.001	0.0007
铁(Fe), w/%	≤0.0002	≤0.001	0.00005	0.00005
重金属(以Pb计), w/%	≤0.0002	≤0.001	0.0002	0.0002