

备案号:2768—1999

HG/T 2963—1999

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 2963—1982(1989)《工业亚铁氰化钾》的修订。

本标准非等效采用俄罗斯国家标准 ГОСТ 6816:1979(1990 年修改)《工业亚铁氰化钾技术条件》。

本标准与俄罗斯国家标准的主要技术差异如下:

1 俄罗斯国家标准将产品分为二个级别:优级品和一级品;本标准将产品分为三个级别:优等品、一等品和合格品。

2 试验方法中两个标准均采用汞量法测定氯化物。俄罗斯国家标准用亚硝基铁氰化钠作指示剂;本标准采用我国通用的试验方法,以二苯偶氮碳酰肼作指示液。

本标准与 HG/T 2963—1982(1989)的主要差异:

1 HG/T 2963—1982(1989)将产品分一级品和二级品两个级别;本标准将产品分为优等品、一等品和合格品三个级别。

2 试验方法中 HG/T 2963—1982(1989)用金属锌配制标准滴定溶液测主含量;本标准采用硫酸锌标准滴定溶液测主含量,与俄罗斯国家标准一致。

从本标准生效之日起,同时代替 HG/T 2963—1982(1989)。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、四川永川化工厂。

本标准主要起草人:张静娟、聂成清。

本标准 1982 年 12 月首次发布为国家标准,1989 年确认,1992 年由国家标准调整为推荐性化工行业标准。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)

Kaliumhexacyanoferrat (Ⅱ) for industrial use

HG/T 2963—1999

代替 HG/T 2963—1982(1989)

1 范围

本标准规定了工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)的要求、采样、试验方法、以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于用氰氢酸气体络合制得的六氰合铁酸四钾,该产品主要用于铁蓝和六氰合铁酸三钾的制造及医药、冶金等行业。

分子式: $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$

相对分子质量:422.39(按1995年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3051—1982(89) 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:黄色晶体。

3.2 工业六氰合铁酸四钾应符合表1要求。

表1 要求

%

指标项目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
六氰合铁酸四钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 含量 $\geq$	99.0	98.5	96.0
氯化物(以Cl计)含量 $\leq$	0.30	0.40	0.50
水不溶物含量 $\leq$	0.02	0.03	0.05

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 GB/T 6682 中规定的三级水。

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

4.1 六氰合铁酸四钾含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性介质中,用硫酸锌标准滴定溶液滴定,用六氰合铁酸三钾和二苯胺作混合指示液指示终点。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸溶液:1+8。

4.1.2.2 六氰合铁酸三钾溶液:10g/L(用时现配)。

4.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液,pH=10。

4.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.03 mol/L,用基准试剂配制。

4.1.2.5 硫酸锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnSO}_4)$ 约 0.03 mol/L。

配制和标定:称取 9.0 g 七水合硫酸锌,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。移取 30~35 mL 配制好的硫酸锌溶液,加 70 mL 水和 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,加 5 滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

同时作空白试验。

硫酸锌 $c(\text{ZnSO}_4)$ 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{ZnSO}_4) = \frac{(V_1 - V_2)c}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定试验溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白试验溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——移取硫酸锌标准滴定溶液的体积, mL。

4.1.2.6 铬黑 T 指示液:5 g/L。

4.1.2.7 二苯胺指示液:将 1 g 二苯胺溶于 100 mL 浓硫酸中。

4.1.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 500 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,此溶液为溶液 A(同时用于氯化物的测定)。

用移液管移取 25 mL 溶液 A 置于 500 mL 锥形瓶中,加 20 mL 硫酸溶液,加 3~5 滴二苯胺指示液,3~5 滴六氰合铁酸三钾溶液,在剧烈搅拌下,用硫酸锌标准滴定溶液缓慢滴定至溶液由黄绿色变为紫蓝色为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的六氰合铁酸四钾($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)含量 X_1 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{Vc \times 0.2816}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{563.2 \times Vc}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V ——滴定所消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫酸锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——称取试样的质量, g;

0.281 6——与 1.00 mL 硫酸锌标准滴定溶液 [$c(\text{ZnSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的六氰合铁酸四钾的质量。

4.1.5 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 0.3%。

4.2 氯化物含量的测定

4.2.1 方法提要

同 GB/T 3051—1982 第 2 章。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 95%乙醇；

4.2.2.2 硝酸溶液：1+15；

4.2.2.3 硝酸汞标准滴定溶液： $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right]$ 约 0.05 mol/L，按 GB/T 3051—1982 中 4.9 配制并标定；

4.2.2.4 溴酚蓝乙醇溶液：1 g/L；

4.2.2.5 二苯偶氮碳酰肼乙醇溶液：5 g/L；

4.2.2.6 硝酸锌溶液：150 g/L。

4.2.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—1982 第 3 章。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 空白试验：于 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至由蓝色恰变为黄色，再过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色。记录所用体积。

4.2.4.2 测定：

移取 50 mL 硝酸锌溶液置于 250 mL 容量瓶中，加溶液 A(4.1.3)至刻度，摇匀。放置分层，用慢速滤纸干过滤，弃去初始滤液，移取 100 mL 滤液，置于 300 mL 锥形瓶中，加入 3 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至恰呈黄色，再过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色即为终点。

将滴定后的废液保存起来，按 GB/T 3051—1982 附录 D 的规定处理。

4.2.5 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_2)按式(3)计算：

$$X_2 = \frac{(V - V_0)c \times 0.03545}{m \times \frac{200}{500} \times \frac{100}{250}} \times 100 = \frac{22.16(V - V_0)c}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：V——滴定试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——滴定空白试验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——4.1.3 中称取试样的质量，g；

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。

4.2.6 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 0.03%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 试剂和材料

硫酸铁铵溶液：50 g/L。

4.3.2 仪器、设备

玻璃砂坩埚：孔径 5 μm ~15 μm 。

4.3.3 分析步骤

称取约 50 g 试样(精确至 0.1 g),置于 500 mL 烧杯中,加约 100 mL~150 mL 水,加热搅拌至试样完全溶解,用已于 105℃~110℃干燥至恒重的玻璃砂坩埚趁热过滤,用热水洗涤至用硫酸铁铵溶液检验时无蓝色出来为止。将坩埚和残渣于 105℃~110℃干燥至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——称取试样的质量,g。

4.3.5 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 0.005%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 10 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。

采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入料层深度的 3/4 处采样,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 500g,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、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,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业六氰合铁酸四钾应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应自该批产品两倍量的采样单元数的包装中重新采样进行复验,复验的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。

5.5 按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业六氰合铁酸四钾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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号,以及 GB 191—1990 中的标志 7“怕湿”标志。

6.2 工业六氰合铁酸四钾每批出厂产品应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业六氰合铁酸四钾的内包装用塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,外包装用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的有关规定。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

6.4 工业六氰合铁酸四钾包装内袋用封口机封口或扎口,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。缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.5 工业六氰合铁酸四钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。不得与酸类、碱类及铁盐混运。

6.6 工业六氰合铁酸四钾应贮存在通风、干燥的库房内,防止雨淋,受潮和日光曝晒,不得与酸类、碱类及铁盐混贮。