

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5556~5559—2019

工业六氰合铁酸四钠、 工业氰酸钠、热媒体用熔盐 和柴油发动机尾气净化液用尿素 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5556—2019	工业六氰合铁酸四钠	(1)
HG/T 5557—2019	工业氰酸钠	(11)
HG/T 5558—2019	热媒体用熔盐	(23)
HG/T 5559—2019	柴油发动机尾气净化液用尿素	(43)

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5556—2019

工业六氰合铁酸四钠

Tetrasodium hexacyanoferrate for industrial use

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：河北诚信集团有限公司、内蒙古紫光化工有限责任公司、中海油天津化工研究院有限公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、潍坊大耀新材料有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：申银山、罗延谷、郭凤鑫、李润生、王强、俞明华、程丽华、徐代行、芮雪、赵美敬、王玉超。

工业六氰合铁酸四钠

1 范围

本标准规定了工业六氰合铁酸四钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业六氰合铁酸四钠（又称亚铁氰化钠、黄血盐钠）。该产品主要用于制备赤血盐、融雪剂、防结块剂、选矿剂、颜料等，也可用于钢铁渗碳、鞣革、染色、印刷、制药等行业。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191—2008 包装储运图示标志

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

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 3696.3 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

3 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：484.06（按2016年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：淡黄色结晶或粉末。

4.2 工业六氰合铁酸四钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
六氰合铁酸四钠 $[\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}]$ $w/\%$	99.0~102.0	98.5~102.0	98.0~102.0
氰化物（以NaCN计） $w/\%$	≤ 0.01	0.02	0.03
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.01	0.04	0.06
可挥发物 $w/\%$	34.7~39.2		

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！必要时需在通风橱中操作。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

5.2 一般规定

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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 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判定外观。

5.4 六氰合铁酸四钠含量的测定

5.4.1 原理

六氰合铁酸四钠在酸性溶液中与锌生成白色沉淀，定量反应完成后，加入的铁氰化钾将二苯胺氧化显示蓝紫色指示终点。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 硫酸溶液：2+3。

5.4.2.2 硫酸钾饱和溶液。

5.4.2.3 六氰合铁酸三钾（铁氰化钾）溶液：10 g/L。

贮存于棕色瓶中，有效期为 7 d。

5.4.2.4 锌标准滴定溶液。

按下列方法进行配制和计算：

- a) 配制——称取 6.223 g 经 800 °C ± 20 °C 灼烧至质量恒定的基准氧化锌，精确至 0.000 2 g。置于烧杯中，加少量水润湿，加入 50 mL 盐酸溶液（1+1），使氧化锌溶解。冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- b) 计算——锌标准滴定溶液的浓度 c ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（1）计算：

$$c = \frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——基准氧化锌的质量的数值，单位为克（g）；

M ——氧化锌（ZnO）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=81.38$ ）；

V ——容量瓶的容积的数值，单位为毫升（mL）。

结果保留 4 位有效数字。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，3 次平行测定结果的极差与平均值之比不大于 0.2%。

5.4.2.5 二苯胺指示液。

将 1 g 二苯胺溶于 100 mL 硫酸中。

5.4.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，加适量水溶解，转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液，置于 500 mL 烧杯中，加入 5 mL 硫酸溶液、5 mL 硫酸钾饱和溶液，加水至约 200 mL。加入 4 滴二苯胺指示液、6 滴六氰合铁酸三钾（铁氰化钾）溶液，在强烈搅拌下用锌标准滴定溶液缓慢滴定，近终点时逐滴加入，滴定至溶液呈蓝紫色为终点（颜色变化为黄绿色→浅灰色→蓝紫色）。

5.4.4 试验数据处理

六氰合铁酸四钠含量以六氰合铁酸四钠 $[\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 计，按公式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——锌标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——六氰合铁酸四钠 $\left[\frac{2}{3}\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}\right]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）
 $(M=322.7)$ ；

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 0.3%。

5.5 氰化物含量的测定

5.5.1 原理

氰离子与硝酸银反应生成银氰络离子，过量的银离子与碘离子反应生成碘化银沉淀指示滴定终点。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 氨水溶液：1+9。

5.5.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

将按 HG/T 3696.1 配制和标定的硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 准确稀释 5 倍。

5.5.2.3 碘化钾溶液：100 g/L。

5.5.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水溶解，再加入 10 mL 氨水溶液、2 mL 碘化钾溶液，用硝酸银标准滴定溶液缓慢滴定，至溶液呈乳浊时即为终点。

5.5.4 试验数据处理

氰化物含量以氰化钠（NaCN）的质量分数 w_2 计，按公式 (3) 计算：

(7)

3

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氰化钠（2 NaCN）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=98.02$ ）；

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 0.003%。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 试剂或材料

硫酸铁铵溶液：50 g/L。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 古氏坩埚：容量 30 mL。

5.6.2.2 抽滤瓶。

5.6.2.3 石棉滤纸。

5.6.2.4 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.3 试验步骤

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板下铺一层石棉滤纸，在筛板上铺两层石棉滤纸，边抽滤边用平头玻璃棒压紧。用 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的热水洗涤至滤液中不含石棉毛。将坩埚移入电热恒温干燥箱内，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

称取约 50 g 试样，精确至 0.1 g。置于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 热水，在 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中搅拌至试样完全溶解。趁热用预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的古氏坩埚抽滤，用热水分次洗涤烧杯及滤渣至滤液中不含六氰合铁酸四钠为止（用硫酸铁铵溶液检验无蓝色出现）。将古氏坩埚连同水不溶物置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.4 试验数据处理

水不溶物以质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——水不溶物和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，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%。

5.7 可挥发物含量的测定

5.7.1 仪器设备

5.7.1.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.1.2 称量瓶：φ50 mm×30 mm。

5.7.2 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于已于 150 °C±5 °C 干燥至质量恒定的称量瓶中，放入电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.7.3 试验数据处理

可挥发物含量以质量分数 w_4 计，按公式 (5) 计算：

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

式中：

m_2 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——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不大于 0.5%。

6 检验规则

6.1 要求中规定的所有指标均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 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级别的工业六氰合铁酸四钠为一批，每批产品不大于 10 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 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。将所采样品分装于两个清洁、干燥的容器中，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。一份用于检验；另一份保存备查，保存时间由生产企业根据实际需要确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业六氰合铁酸四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、净含量、等级、批号或生产日期、本标准编号和 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕雨”“怕晒”标志。

7.2 每批出厂的工业六氰合铁酸四钠都应附有质量证明书，质量证明书内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、等级、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业六氰合铁酸四钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋包装时将袋内空气排

出，袋口用维尼龙绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用塑料编织袋或复合牛皮纸袋，外包装袋应牢固缝合或热合封口。每袋净含量 20 kg、25 kg 或 50 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。

8.2 工业六氰合铁酸四钠在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮，不应与酸性物质、碱性物质、铁盐混运。

8.3 工业六氰合铁酸四钠贮存时应远离火源，置于阴凉、干燥处，防止受潮、日晒，不应与酸性物质、碱性物质、铁盐混贮。
