

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27350—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2966—2009

代替 HG/T 2966—1999

工业六氰合铁酸三钾(赤血盐钾)

Potassiumhexacyanoferrat(Ⅲ) for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2966—1999《工业六氰合铁酸三钾(赤血盐钾)》。

本标准与 HG/T 2966—1999 的主要技术差异：

- 调整氯化物含量指标：原标准是以氯化钾计，优等品 0.2 %、一等品 0.4 %、合格品 0.6 %。本标准是以氯计，优等品 0.1 %、一等品 0.2 %、合格品 0.3 % (1999 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 将一等品的水不溶物由 0.03 % 降为 0.02 % (1999 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 增加了产品的保质期(本版的 8.4)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、湖南和诚精细化工有限公司。

本标准起草人：刘幽若、周放华、张静娟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7817—1987；
- HG/T 2966—1992；
- HG/T 2966—1999。

工业六氰合铁酸三钾(赤血盐钾)

1 范围

本标准规定了工业六氰合铁酸三钾(赤血盐钾)的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输以及贮存。

本标准适用于六氰合铁酸三钾。该产品主要用于制革、印染和电镀等行业。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)
- GB/T 3051—2000 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 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(mod ISO 3696 : 1987)
- GB/T 8170 修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946 塑料编织袋
- HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $K_3Fe(CN)_6$
相对分子质量:329.25(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:深红色或金红色晶体或粉末。
- 4.2 工业六氰合铁酸三钾应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
六氰合铁酸三钾 $[K_3Fe(CN)_6]$ w/%	≥ 99.5	99.0	98.5
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.1	0.2	0.3
六氰合铁(Ⅱ)酸盐[以 $K_4Fe(CN)_6$ 计]w/%	≤ 0.2	0.3	0.4
水不溶物 w/%	≤ 0.01	0.02	0.03

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂和样品具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观的判别

在自然光条件下,用目视方法判别。

5.4 六氰合铁酸三钾含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中和硫酸锌存在下,六氰合铁酸三钾与碘化钾反应析出碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 碘化钾;

5.4.2.2 冰醋酸;

5.4.2.3 硫酸锌溶液:290 g/L;

5.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L;

5.4.2.5 可溶性淀粉指示液:5 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 1.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解。加 3 g 碘化钾和 2 mL 冰醋酸、20 mL 硫酸锌溶液,盖好瓶塞,充分摇匀。立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加入 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚刚消失。

5.4.4 结果计算

六氰合铁酸三钾含量以六氰合铁酸三钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——六氰合铁酸三钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=329.2$)。

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 0.2 %。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸锌溶液:150 g/L;

5.5.2.2 其他试剂同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

5.5.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—2000 第 5 章。

5.5.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中。加入 100 mL 水溶解,加 100 mL 硝酸锌溶液,

搅拌并转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。放置分层,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 滴溴酚蓝指示剂,滴加硝酸溶液至恰呈黄色,再过量 5 滴,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用微量滴定管,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。

空白试验:量取 100 mL 水,置于 300 mL 锥形瓶中,加 3 滴溴酚蓝指示液,从“滴加硝酸溶液……”开始与试样溶液同时同样处理。

将滴定后的废液收集起来,按 GB/T 3051—2000 附录 D 的规定处理。

5.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} cM}{m \times \frac{100}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸汞标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 %。

5.6 六氰合铁(Ⅱ)酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

在酸性介质中用高锰酸钾将六氰合铁(Ⅱ)酸盐氧化为六氰合铁(Ⅲ)酸盐,反应完全后,过量的高锰酸钾使溶液显橙色而指示终点。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硫酸溶液:1+4;

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

用移液管移取 100 mL 按 HG/T 3696.1 配制的高锰酸钾标准滴定溶液,置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.6.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 300 mL 锥形瓶中,加 80 mL 水溶解,加 20 mL 硫酸溶液,充分混匀,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至显橙色即为终点。同时做空白试验。

空白试验:除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与试样溶液相同。

5.6.5 结果计算

六氰合铁(Ⅱ)酸盐含量以六氰合铁酸四钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——六氰合铁酸四钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=368.3$)。

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 0.02 %。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 试剂

硫酸铁铵溶液:50 g/L。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm;

5.7.2.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 105 ℃~110 ℃。

5.7.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.1 g,置于 500 mL 烧杯中。加入 100 mL~150 mL 水,加热搅拌至试样完全溶解,用已于 105 ℃~110 ℃下干燥至质量恒定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现为止。将玻璃砂坩埚连同不溶物一并移入电热恒温干燥箱中,在 105 ℃~110 ℃下干燥至质量恒定。

5.7.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚连同不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,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 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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工业六氰合铁酸三钾为一批,每批产品不超过 10 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀,取出不少于 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。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间根据生产企业意见确定。

6.4 生产厂应保证所有出厂的工业六氰合铁酸三钾都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有一项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,复验结果有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品降等级或为不合格。

6.6 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 工业六氰合铁酸三钾包装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、GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业六氰合铁酸三钾都应附有质量证明书,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、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 工业六氰合铁酸三钾应用内衬聚乙烯薄膜袋的塑料编织袋包装,包装材料的性能和检验方法应符

合 GB/T 8946 的有关规定。包装时,将内袋空气排净后,用维尼龙绳或质量相当的绳人工扎口,或其他方式封口,外袋缝口牢固。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

8.2 工业六氰合铁酸三钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。不得与酸类物品混运。

8.3 工业六氰合铁酸三钾贮存于干燥通风的库房内,防止雨淋、受潮和日光曝晒。不得与酸类物品混贮。

8.4 工业六氰合铁酸三钾在符合标准规定的包装、运输、贮存条件下,自出厂之日起保质期至少 2 年。

中华人民共和国
化工行业标准
工业六氰合铁酸三钾(赤血盐钾)

HG/T 2966—2009

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1/2 字数11千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0830

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究

www.bzxz.net

免费标准下载网