

ICS 71.060.50

G 12

备案号:27348—2010

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2963—2009

代替 HG/T 2963—1999

---

### 工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)

Potassiumhexacyanoferrat(Ⅱ) 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

本标准修改采用俄罗斯标准 ГОСТ 6816—79(90)《工业亚铁氰化钾》。

考虑到我国国情,在采用俄罗斯标准 ГОСТ 6816—79(90)《工业亚铁氰化钾》时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中。在附录 A 及附录 B 给出了技术性差异、结构性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 HG/T 2963—1999《工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)》。

本标准与 HG/T 2963—1999 的差异:

——增加了钠含量指标和分析方法(1999 年版的 3.2,本版的 4.2);

——优等品水不溶物指标由 0.02 %降至 0.01 %(1999 年版的 3.2,本版的 4.2)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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、河北诚信有限责任公司。

本标准起草人:刘幽若、申银山、董志彦、张静娟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 3448—82,GB 3448—89;

——HG/T 2963—1999。

工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)

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、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四钾,该产品主要用于铁蓝和六氰合铁酸三钾的制造以及冶金等行业。

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文。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 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备  
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: $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$   
相对分子质量:422.41(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:黄色晶体。
- 4.2 工业六氰合铁酸四钾应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等 品	合 格 品
六氰合铁酸四钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ w/%	≥ 99.0	98.5	96.0
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.3	0.4	0.5
水不溶物 w/%	≤ 0.01	0.03	0.05
钠(Na)w/%	≤ 0.3	0.4	0.5

## 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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 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 六氰合铁酸四钾含量的测定

#### 5.4.1 方法提要

在酸性介质中,用硫酸锌标准滴定溶液滴定,以六氰合铁酸三钾和二苯胺作混合指示液指示终点。

#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 硫酸溶液:1+8。

5.4.2.2 六氰合铁酸三钾溶液:10 g/L(用时现配)。

5.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液:pH=10(甲)。

5.4.2.4 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。

5.4.2.5 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。用滴定管取 30 mL~35 mL 配制好的硫酸锌溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 70 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,加 5 滴铬黑 T 指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

空白试验:量取 100 mL~105 mL 水,置于 250 mL 锥形瓶中,从“加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液……”开始与标定溶液同时同样处理。

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

$$c(\text{ZnSO}_4) = \frac{(V_1 - V_0)c}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_1$ ——滴定硫酸锌溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V$ ——移取硫酸锌溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

5.4.2.6 铬黑 T 指示液:5 g/L。

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

#### 5.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,用水溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于六氰合铁酸四钾含量和氯化物含量的测定。

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 500 mL 锥形瓶中,加 20 mL 硫酸溶液、3 滴~5 滴二苯胺指示液、3 滴~5 滴六氰合铁酸三钾溶液,加水至 100 mL,在剧烈搅拌下,用硫酸锌标准滴定溶液缓慢滴定,溶液由黄绿色变为紫蓝色为终点。

#### 5.4.4 结果计算

六氰合铁酸四钾含量以六氰合铁酸四钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V \times 10^{-3} \times cM}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V$ ——滴定消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫酸锌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);

$M$ ——六氰合铁酸四钾 $[\frac{2}{3} \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=281.6$ )。

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 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

同 GB/T 3051—2000 第4章。

硝酸锌溶液:150 g/L。

#### 5.5.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—2000 第5章。

#### 5.5.4 分析步骤

用100 mL移液管两次移取共计200 mL试样溶液A(5.4.3),置于250 mL容量瓶中,加硝酸锌溶液至刻度,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0.05 mol/L硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。

空白试验:将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(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} \times cM}{m \times \frac{200}{500} \times \frac{100}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

$c$ ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——5.4.3条称取的试样质量的数值,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 水不溶物含量的测定

#### 5.6.1 试剂

硫酸铁铵溶液:50 g/L。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm;

5.6.2.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 105 ℃~110 ℃。

5.6.3 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 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。

5.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数  $w_3$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

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

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 %。

5.7 钠含量的测定

5.7.1 方法提要

测量火焰中钠所发射的特征电磁辐射强度,测定钠离子的浓度,通过标准加入法测定试样中钠离子的含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 钠标准溶液:1 mL 溶液含有钠(Na)0.01 mg。

配制:用移液管移取 1.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.2 水:GB/T 6682—2008 中的二级水。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪(具有火焰发射工作方式)或火焰分光光度计。

5.7.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。分别移取 2 mL 溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0 mL、2 mL、4 mL、8 mL 钠标准溶液,加水至刻度,摇匀。用原子吸收光谱仪或火焰分光光度计以火焰发射工作方式,于 589.0 nm 波长处,用空气-乙炔火焰测定各溶液的吸光度。以钠标准溶液中钠的质量(mg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测溶液中钠的质量。

5.7.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数  $w_4$  计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——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 0.02 %。

## 6 检验规则

6.1 本标准要求的指标项目采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 要求中规定的全部项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 更换关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

6.1.2 要求中六氰合铁酸四钾含量、氯化物含量、水不溶物含量三项指标为出厂检验项目,应逐批进行检验。

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四钾为一批,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。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,取出不少于 500 g。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 3 个月备查。

6.4 生产厂应保证所有出厂的工业六氰合铁酸四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 工业六氰合铁酸四钾包装容器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四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 工业六氰合铁酸四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,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,也可用封口机封口。外袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

8.2 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。

8.3 工业六氰合铁酸四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、碱类及铁盐混贮。

8.4 工业六氰合铁酸四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不少于 2 年。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 6816—79(90)《工业亚铁氰化钾技术条件》(俄文版)的技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 6816—79(90)的技术性差异及其原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
4	本标准将产品分为三个等级:优等品、一等品和合格品;俄罗斯标准分两个等级:优级和一级	根据国内生产水平和使用要求
4	比俄罗斯标准多了钠含量指标	根据生产厂的意见
5	增加了钠含量的测定方法	因增加了钠含量指标



附 录 B  
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与俄罗斯标准 ГOCT 6816—79(90)《工业亚铁氰化钾技术条件》(俄文版)的结构差异。

表 B.1 本标准与俄罗斯标准 ГOCT 6816—79(90)的结构性差异

本标准		ГOCT 6816—79(90)	
章节	内容	章节	内容
前言	前言		适用范围及分子式、分子量
1	范围	1	技术要求
2	规范性引用文件	2	安全要求
3	分子式和相对分子质量	3	验收规则
4	要求	—	—
5	试验方法	4	分析方法
6	检验规则	5	包装、标志、运输和贮存
7	标志、标签	6	生产者的保证
8	包装、运输以及贮存		—

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)

HG/T 2963—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 $\frac{3}{4}$  字数16千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0822

---

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