

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2963—XXXX

代替 HG/T 2963—2009

工业六氰合铁酸四钾(黄血盐钾)

Potassiumhexacyanoferrat(II) for industrial use

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

本文件代替 HG/T 2963—2009《工业六氰合铁酸四钾（黄血盐钾）》，与 HG/T 2963—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了六氰合铁酸四钾含量、氯化物含量指标要求（见 5.2，2009 年版的 4.2）；
- b) 更改了六氰合铁酸四钾含量测定方法中部分试剂配制方法和试验步骤（见 6.3.2 和 6.3.3，2009 年版的 5.4.2 和 5.4.3）；
- c) 更改了氯化物含量测定方法（见 6.4，2009 年版的 5.5）；
- d) 更改了水不溶物含量测定方法（见 6.5，2009 年版的 5.6）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1982 年首次发布为 GB 3448-1982，1997 年转化为 HG/T 2963-1982(1997)；

——1999 年第一次修订，2009 年第二次修订，本次为第三次修订。

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、标志和随行文件、包装、运输以及贮存。

本标准适用于六氰合铁酸四钾。

注：该产品主要用于铁蓝和六氰合铁酸三钾的制造和冶金等行业。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：422.39（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：黄色晶体。

5.2 工业六氰合铁酸四钾按本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

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 ₄ Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O] w/%	≥ 99.0	98.5	98.0
氯化物（以 Cl 计） w/%	≤ 0.2	0.3	0.4
水不溶物 w/%	≤ 0.01	0.03	0.05
钠（Na） w/%	≤ 0.3	0.4	0.5

6 试验方法

警示：本试验方法中所使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，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。

6.1 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，试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 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。

6.3 六氰合铁酸四钾含量的测定

6.3.1 原理

六氰合铁酸四钾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出蓝紫色指示终点。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 硫酸溶液：2+3。

6.3.2.2 硫酸钾饱和溶液。

6.3.2.3 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。

6.3.2.4 锌标准滴定溶液，按下列方法进行配制和计算。

- a) 配制——称取经 800 ℃ ± 20 ℃ 灼烧至质量恒定的基准氧化锌 6.223 g，精确至 0.0002 g。置于烧杯中，加少量水润湿，加 50 mL 盐酸溶液（1+1），使氧化锌溶解，冷却至室温，移入 1000 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：

$$c = \frac{m}{MV/1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——基准氧化锌质量的数值，单位为克（g）；

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

V ——容量瓶容积的数值，单位为毫升（mL）。

结果保留四位有效数字。

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

6.3.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.0002 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 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）。

6.3.4 试验数据处理

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，按公式（2）计算：

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

式中：

V ——滴定消耗的锌标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

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

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 %。

6.4 氯化物含量的测定

6.4.1 分光光度法（仲裁法）

6.4.1.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成乳白色胶状沉淀，当氯离子含量低时形成混浊液，通过分光光度法测定氯离子的含量。

6.4.1.2 试剂或材料

6.4.1.2.1 硝酸溶液：1+2。

6.4.1.2.2 丙三醇溶液：1+4。

6.4.1.2.3 硝酸银溶液：17 g/L。

6.4.1.2.4 硝酸锌溶液：150 g/L。

6.4.1.2.5 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.020 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液用水准确稀释进行配制。该溶液现用现配。

6.4.1.3 仪器设备

分光光度计：配有 3 cm 比色皿。

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 标准曲线的绘制

在 7 支 50 mL 容量瓶中用移液管分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氯化物标准溶液，加水至约 30 mL，加 2.5 mL 硝酸溶液，加 2.5 mL 丙三醇溶液，摇匀，加 1.0 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，用 3 cm 比色皿，以试剂空白调零，在分光光度计上，于波长 450 nm 处测量吸光度。以氯离子（Cl）的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.4.1.4.2 试验溶液 A 的制备

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，溶解于适量水中，转移至 100 mL 容量瓶中，加 25 mL 硝酸锌溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置分层，用慢速滤纸干过滤，弃去 20 mL 初始滤液，保留滤液作为试验溶液 A。

6.4.1.4.3 试验

用移液管移取 2 mL 试验溶液 A，置于 50 mL 容量瓶中，加水至约 30 mL，以下按 6.4.1.4.1，从“加 2.5 mL 硝酸溶液……”开始，至“……于波长 450 nm 处测量吸光度”为止。根据测量的吸光度在标准曲线上查出试验溶液中氯离子（Cl）的质量（mg）。

6.4.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_5 计，按公式（3）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (2/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中氯（Cl）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

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 0.02 %。

6.4.2 离子色谱法

6.4.2.1 原理

在淋洗液的带动下，试样中的氯离子与其它离子在离子交换柱中分离，并依次通过电导检测器检测，以外标法定量计算出氯化物含量。

6.4.2.2 试剂或材料

6.4.2.2.1 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.10 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液用水准确稀释进行配制。

6.4.2.2.2 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

6.4.2.3 仪器和设备

离子色谱仪，应符合以下要求：

- a) 离子色谱仪精密度：RSD < 3 %；
- b) 色谱柱：被检测阴离子的分离度 R 不能低于 1.3；
- c) 离子交换柱；
- d) 检测器：电导检测器；
- e) 抑制器：自动电解再生阴离子膜抑制器或化学抑制器。

6.4.2.4 试验步骤

6.4.2.4.1 标准曲线溶液的制备

用移液管移取 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氯化物标准溶液，置于 5 个 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4.2.4.2 试验溶液 B 的制备

称取约 10 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 500 mL 容量瓶中，加适量水，超声溶解试样，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 10 mL 上述溶液，置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 B。

6.4.2.4.3 试验

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（参考操作条件见附录 A），按仪器操作程序将标准曲线溶液和试验溶液 B 等体积依次进样测定，以标准曲线溶液中氯离子（Cl）的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。根据所测试验溶液的峰面积，从标准曲线上查得氯离子（Cl）的质量浓度（mg/L）。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂或材料量与试样完全相同，并与试样同时同样处理。

6.4.2.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_2 计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.05 \times 10^{-3}}{m \times (10/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线上查得试验溶液中氯离子（Cl）质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从标准曲线上查得空白试验溶液中氯离子（Cl）质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

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 0.02 %。

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 试剂或材料

硫酸铁铵溶液：50 g/L。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 微孔过滤膜：孔径为 0.45 μm ，材质为聚四氟乙烯（PTFE）。

6.5.2.2 膜式过滤装置：容量 1000 mL。

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

6.5.3 试验步骤

将微孔过滤膜放于称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定。将微孔过滤膜与膜式过滤装置组装在一起，备用。

称取约 50 g 试样，精确至 0.1 g，置于 400 mL 烧杯中，加 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。用已组装好的过滤装置过滤，用热水分次洗涤烧杯及滤渣至滤液中不含六氰合铁酸四钾为止（用硫酸铁铵溶液检验无蓝色出现）。将微孔过滤膜小心取下放入原称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定。

6.5.4 试验数据处理

水不溶物以质量分数 w_3 计，按公式（5）计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_2 ——干燥的称量瓶、水不溶物和微孔过滤膜质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——干燥的称量瓶、微孔过滤膜质量的数值，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优等品不大于 0.002 %，一等品和合格品不大于 0.004 %。

6.6 钠含量的测定

6.6.1 原理

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。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 钠标准溶液：1mL 溶液含有钠（Na）0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T3696.2 配制的钠标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.2 水：GB/T 6682-2008 中的二级水。

6.6.3 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。

6.6.4 试验步骤

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 10 mL 溶液置于 4 个 100 mL 容量瓶中，再分别加入 0 mL、1 mL、2 mL、3 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，绘制标准曲线，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。

6.6.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）的质量分数 w_4 计，按公式（6）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查得钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

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 0.02 %。

7 检验规则

7.1 第 5 章规定的指标项目采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定。

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，正常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，应进行型式检验：

- 更新关键设备和生产工艺；
- 主要原料有变化；

- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 第 5 章规定的六氰合铁酸四钾含量、氯化物含量和水不溶物含量 3 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 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。

7.3 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，取出不少于 500g。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。

7.4 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要求。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志和随行文件

8.1 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、净含量、等级、批号或生产日期、本文件编号和 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业六氰合铁酸四钾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、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业六氰合铁酸四钾的包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。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，或热合封口。外袋应牢固缝合。每袋净含量 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。

9.2 运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。不应与酸类、碱类及铁盐混运。

9.3 工业六氰合铁酸四钾贮存于干燥通风的库房内，防止雨淋，受潮和日光暴晒，不应与酸类、碱类及铁盐混贮。

9.4 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)
离子色谱仪参考操作条件

离子色谱仪参考操作条件见表A.1和表A.2。

表A.1 离子色谱仪参考操作条件

项 目	操作条件
色谱柱	Metrosep A Supp 19-150/4.0 分析柱+Metrosep A Supp 19 Guard/4.0 保护柱 (或其它以带有季铵盐的苯乙烯/二乙烯基苯共聚物为填料的等效离子交换柱)
抑制器	超微填充嵌体结构自动连续再生抑制器或等效抑制装置
检测器	电导检测器, 检测池温度为 35 °C
进样体积	20 μ L
淋洗液流速	0.7 mL/min
淋洗液 A	碳酸钠 8.0 mmol/L + 碳酸氢钠 0.25 mmol/L
淋洗液 B	碳酸钠 20.0mmol/L

表A.2 梯度洗脱程序

时间 (min)	淋洗液A占比 (%)	淋洗液B占比 (%)
0	100	0
7	100	0
7.1	0	100
25	0	100