



中华人民共和国国家标准

GB/T 644—2011
代替 GB/T 644—1993

化学试剂 六氰合铁(Ⅲ)酸钾(铁氰化钾)

Chemical reagent—Potassium hexacyanoferrate(Ⅲ)

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第2系列》中 R81“六氰合铁(Ⅲ)酸钾”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 644—1993《化学试剂 六氰合铁(Ⅲ)酸钾(铁氰化钾)》,与 GB/T 644—1993 相比主要变化如下:

- 水不溶物改用化学试剂通用方法测定(1993年版的4.2.1,本版的5.4);
- 改进了氯化物、硫酸盐两项的测定方法(1993年版的4.2.2、4.2.3,本版的5.5、5.6)。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:广州化学试剂厂。

本标准主要起草人:傅琼莲、喻小琦、刘昭元。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 644—1965、GB/T 644—1977、GB/T 644—1993。

化 学 试 剂

六 氰 合 铁 (Ⅲ) 酸 钾 (铁 氰 化 钾)

分子式: $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

相对分子质量: 329.25 (根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中六氰合铁(Ⅲ)酸钾的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中六氰合铁(Ⅲ)酸钾的检验。

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,其随后所有的修改单(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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为红色透明结晶,溶于水,不溶于乙醇。

4 规格

六氰合铁(Ⅲ)酸钾的规格见表 1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量 $\{\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]\}$, w/%	≥ 99.5	≥ 99.0
水不溶物, w/%	≤ 0.005	≤ 0.01
氯化物(Cl), w/%	≤ 0.005	≤ 0.02
硫酸盐(SO_4), w/%	≤ 0.005	≤ 0.01
钠(Na), w/%	≤ 0.02	—
六氰合铁(Ⅱ)酸盐 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, w/%	≤ 0.02	≤ 0.1

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 1 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 50 mL 水中,加 2 g 碘化钾、3 g 七水合硫酸锌及 2 mL 盐酸溶液(20%),摇匀,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

六氰合铁(Ⅲ)酸钾的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——六氰合铁(Ⅲ)酸钾摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)【 $M\{\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]\}=329.2$ 】;

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 200 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

5.5.1 不含氯化物的硫酸铜的制备

用分析纯硫酸铜重结晶制得。

5.5.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于 75 mL 水中,加热至沸,在不断搅拌下,逐滴加入 25 mL 不含氯化物的硫酸铜溶液(50 g/L),冷却,过滤。取 20 mL,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Cl;

化学纯.....0.04 mg Cl。

稀释至 20 mL,滴加不含氯化物的硫酸铜溶液(50 g/L),使其颜色与 20 mL 滤液的颜色相同后,与 20 mL 滤液同时同样处理。

5.6 硫酸盐

5.6.1 不含硫酸盐的氯化铜的制备

用分析纯氯化铜重结晶制得。

5.6.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于 40 mL 水中,加热至沸,在不断搅拌下,逐滴加入 10 mL 不含硫酸盐的氯化铜溶液(100 g/L),冷却,过滤。取 10 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。

溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液：

分析纯·····0.01 mg SO_4 ；

化学纯·····0.02 mg SO_4 。

稀释至 10 mL，滴加不含硫酸盐的氯化铜溶液(100 g/L)，使其颜色与 10 mL 滤液的颜色相同后，与 10 mL 滤液同时同样处理。

5.7 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源：钠空心阴极灯；

波长：589.0 nm；

火焰：乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

称取 0.5 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 10 mL，共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 7.2.3 的规定计算。

5.8 六氰合铁(Ⅱ)酸盐

称取 1 g 样品，溶于 25 mL 水中，加 2.5 mL 铁(Fe)标准溶液，摇匀，放置 10 min。溶液所呈蓝绿色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 0.5 g 样品及含下列数量的六氰合铁(Ⅱ)酸盐标准溶液：

分析纯·····0.1 mg $[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ；

化学纯·····0.5 mg $[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 。

与样品同时同样处理。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输，并给出标志，其中：

包装单位：第 3、4 类；

内包装形式：NB-4、NB-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15；

隔离材料：GC-2、GC-3、GC-4；

外包装形式：WB-1、WB-2、WB-3。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
六 氰 合 铁 (Ⅲ) 酸 钾 (铁 氰 化 钾)
GB/T 644—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

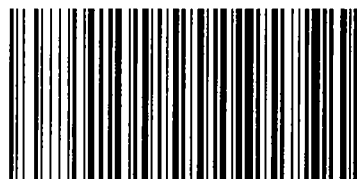
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43253 定价 14.00 元



GB/T 644-2011

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533