

ICS 71.060.10

CCS G13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

高纯工业品 碘

High purity industrial product—Iodine

(征求意见稿)

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。

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：山东博苑医药化学股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人： 。

高纯工业品 碘

警告：按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属第 8 类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了高纯工业品碘的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随性文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于磷矿伴生碘经提纯生产或高温焚烧法回收生产的高纯工业品碘。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法1，10-菲啉分光光度法

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 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

GB/T 21057-2007 无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法

GB/T 21191 原子荧光光谱仪

GB/T 23947.1—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分：二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

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

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

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： I_2

相对分子质量：253.80（按 2022 年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：具有灰黑色或紫黑色、且带金属光泽的球状或块状物。

5.2 高纯工业品碘按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	一等品
碘 (I_2) w/%	\geq 99.8	99.5
铁 (Fe) w/%	\leq 0.0005	0.001
氯及溴（以Cl计） w/%	\leq 0.005	0.01
硫酸盐（以 SO_4 计） w/%	\leq 0.005	0.01
氟 (F) w/%	\leq 0.0005	0.001
砷 (As) w/%	\leq 0.0001	
重金属（以Pb计） w/%	\leq 0.0005	0.001
蒸发残渣 w/%	\leq 0.005	0.05

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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 3696.1、HG/T 3696.2、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 碘含量的测定

6.3.1 原理

将碘溶解于碘化钾溶液中，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液氧化还原滴定，根据标准溶液的消耗体积计算碘含量。

6.3.2 试剂或溶液

6.3.2.1 碘化钾：分析纯。

6.3.2.2 硫酸溶液：20%。

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

6.3.2.4 淀粉指示液：10 g/L。

6.3.3 试验步骤

称量约0.4 g试样，精确至0.0002 g，置于已注有5 mL水和2 g碘化钾的碘量瓶中，盖紧瓶塞再称量。水封后轻轻摇动至试样溶解后，加水稀释至50 mL，加4 mL硫酸溶液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时（溶液浅黄色），加3 mL淀粉指示液，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

6.3.4 试验数据处理

碘含量以碘（ I_2 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的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 ——碘的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(1/2 \text{I}_2) = 126.90$]；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次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%。

6.4 铁含量的测定

6.4.1 原理

同GB/T 3049—2006中第3章。

6.4.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006中第4章。

6.4.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为4 cm或5 cm的比色皿。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 工作曲线的绘制

按照 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定进行测定。使用光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿，每 100 mL 容量瓶中铁含量为 10 μg~100 μg 的标准系列溶液，绘制工作曲线。

6.4.4.2 试验

称取约5.0 g样品，精确至0.001 g，置于蒸发皿中，在水浴上将碘赶尽，加少量水冲洗蒸发皿壁，在水浴上蒸发至干，加3~4滴盐酸溶液洗涤，用水约60 mL多次洗涤将试液定量转移至100 mL容量瓶中，以下操作按GB/T 3049—2006中6.4所述“必要时，加水至60 mL……”进行操作。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试样完全相同，并同样处理。

6.4.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——由工作曲线上查得试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——由工作曲线上查得空白试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，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 0.00004%，一等品和合格品不大于 0.0001%。

6.5 氯及溴含量的测定——目视比浊法

6.5.1 原理

试样经预处理后，在硝酸介质中加硝酸银溶液与氯离子和溴离子生成悬浊液，以目视比浊法与同时同样处理的氯化物标准比浊溶液进行对比。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 30%过氧化氢。

6.5.2.2 磷酸。

6.5.2.3 硫酸联氨溶液：6 g/L。

6.5.2.4 氢氧化钠溶液：40 g/L。

6.5.2.5 硝酸溶液：25%。

6.5.2.6 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.2.7 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。用移液管移取 1.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5.3 试验步骤

称取 $0.2\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于已有 20 mL 硫酸联氨溶液的烧杯中，在水浴上加热至完全溶解。用氢氧化钠溶液中和，加 0.5 mL 30% 过氧化氢及 0.2 mL 磷酸，加热赶尽碘蒸气至溶液无色，冷却，转移至 25 mL 比色管中，稀释至 20 mL 后加 1 mL 硝酸溶液酸化试样溶液，加 1 mL 硝酸银溶液，加水稀释至 25 mL，于暗处放置 10 min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：优等品移取 1 mL 氯化物标准溶液、一等品移取 2 mL 氯化物标准溶液。分别加 20 mL 硫酸联氨溶液，与溶解后的试样同时同样处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，在自然光下，取下比色管塞，自上而下观察，其浊度不得深于标准比浊溶液。

6.6 硫酸盐含量的测定——目视比浊法

6.6.1 原理

在盐酸介质中，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡，当硫酸根含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液浑浊，利用硫酸盐形成的混浊度与标准比浊溶液以目视比浊法测定。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 盐酸溶液：1+2。

6.6.2.2 硫酸钾乙醇溶液：0.2 g/L，将 0.02 g 硫酸钾溶解于 100 mL 乙醇溶液（体积分数为 30%）。

6.6.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

6.6.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸根（ SO_4 ）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.3 试验步骤

取本品 1.0 g，置于蒸发皿中，在水浴上加热使挥发，残留物用水 40 mL 分次洗涤，洗液移至 50 mL 比色管中（必要时滤过），加 0.5 mL 盐酸溶液酸化。

将 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液与 1 mL 氯化钡溶液混合（晶种液），放置 1 min 后，加入上述已酸化的试验溶液中，并稀释至 50 mL，摇匀，放置 5 min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：优等品移取 5.00 mL 硫酸盐标准溶液、一等品移取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液，分别稀释至与试样溶液相同体积，与同体积试验溶液同时同样处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，在自然光下，取下比色管塞，自上而下观察，其浊度不得深于标准比浊溶液。

6.7 氟含量的测定——氟离子选择性电极法

6.7.1 原理

在中性条件下，以饱和甘汞电极为参比电极，用氟离子选择性电极测量溶液的电极电位，采用工作

曲线法确定氟的含量。

6.7.2 试剂或材料

同 GB/T 21057—2007 中第 4 章。

6.7.3 仪器设备

同 GB/T 21057—2007 中第 5 章。

6.7.4 试验步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

按表 2 分别移取氟标准溶液 III 置于 5 个 50 mL 容量瓶中, 各加入 5 滴硝酸钾-柠檬酸三钠溶液(TISAB A) 和 2 滴溴甲酚绿指示液, 用氢氧化钠溶液调至溶液呈蓝色, 再用硝酸溶液调至溶液恰呈黄色。加入 20 mL 硝酸钾-柠檬酸三钠溶液 (TISAB A), 用水稀释至刻度, 摇匀。按 GB/T 21057—2007 中 3.6.3.2 的规定, 绘制工作曲线。

表 2

氟标准溶液的用量 (mL)	对应的氟离子质量浓度/ (μg/mL)
1	0.20
2	0.40
5	1.00
10	2.00
15	3.00

6.7.4.2 试验

称取约 5 g 试样, 精确至 0.001 g, 将蒸发皿放置在水浴上加热使至完全挥发, 用水多次清洗转移至 50 mL 容量瓶中, 按 6.7.4.1 从“加入 2 滴溴甲酚绿指示液,” 开始进行操作, 同时制备空白试验溶液, 分别测量试样溶液和空白试验溶液的电位值, 从工作曲线上查出相对应的氟离子质量浓度的对数, 查反对数得到氟质量浓度。

6.7.5 试验数据处理

氟化物含量以氟 (F) 的质量分数 w_3 计, 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中氟的质量的数值, 单位为毫克 (mg)。

m ——样品的质量的数值, 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 0.000 3 %。

6.8 氯及溴、氟和硫酸根含量的测定——离子色谱法（仲裁法）

6.8.1 原理

采用色谱柱分离技术将待测组分被离子交换浓缩柱富集，富集后的氯离子、硝酸根、磷酸根、硫酸根通过色谱柱分离，用检测器进行检测，以外标法计算出被测各种阴离子的含量。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 氯化物标准储备溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）1.0 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制。

6.8.2.2 溴化物标准储备溶液：1 mL 溶液含溴（Br）1.0 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制。

6.8.2.3 氟化物标准储备溶液：1 mL 溶液含氟（F）1.0 mg。市售或按 HG/T 3696.2 配制。

6.8.2.4 硫酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）1.0 mg。市售或按 HG/T 3696.2 配制。

6.8.2.5 阴离子混合标准使用溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）、溴（Br）和硫酸盐（SO₄）各 100 μg、含氟（F）10 μg。用移液管（枪）移取氯化物标准储备溶液、溴化物标准储备溶液和硫酸盐标准储备溶液各 10 mL、移取氟化物标准储备溶液 1 mL，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

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

6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 离子色谱仪：

——离子色谱仪精密密度：RSD<5%；

——浓缩柱、大定量管或相应富集功能模块；

——色谱柱：大容量阴离子交换柱；

——检测器：电导检测器，若能确认有同样功能的其它检测器也可使用；

——抑制器：大容量阴离子抑制器或者电化学自再生阴离子膜抑制器。

6.8.3.2 移液枪及枪头：0.5 mL~5 mL。

6.8.3.3 容量瓶：容积为 100 mL。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1.1 工作曲线溶液的配制

用移液管（枪）移取 0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL 阴离子混合标准使用溶液，置于一系列 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.4.1.2 试验

根据试样中所含阴离子含量的不同，称取适当质量（约 1 g~5 g）的试样，精确至 0.000 2 g，置于蒸发皿中，在水浴上加热使挥发，残留物用水分次洗涤，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。过滤进样。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（推荐的操作条件参见附录 A），按仪器操作程序将工作曲线溶液和试验溶液等体积依次进样测定，以工作曲线溶液中被测阴离子质量浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标绘制工作曲线。根据所测试验溶液的峰面积，从工作曲线上查得各阴离子的质量浓度。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂量与试样完全相同，并与试样同时同样处理并测定。

6.8.4.2 试验数据处理

各阴离子的质量分数以 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (4)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查得的试验溶液中各阴离子质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中各阴离子质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

0.1——试验溶液和空白试验溶液定容体积的数值，单位为升（L）；

m ——试料质量的数值，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相对偏差值不大于20%。

6.9 砷含量的测定

6.9.1 原子荧光法（仲裁法）

6.9.1.1 原理

样品经预处理，样品中各种形态的砷转变为三价砷，加入硼氢化钾-氢氧化钠，生成气态氢化砷，用氢气将气态氢化砷载入原子化器进行原子化，以砷高强度空心阴极灯作激发光源，砷原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中砷含量成正比的关系计算样品中的砷含量。

6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 盐酸：优级纯。

6.9.1.2.2 硝酸：优级纯。

6.9.1.2.3 盐酸溶液：1+19。

6.9.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

6.9.1.2.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液。称取 10.0 g 硫脲和 10.0 g 抗坏血酸溶于 200 mL 水中，现用现配。

6.9.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.0 g 氢氧化钠和 10.0 g 硼氢化钾置于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000 mL，混匀。贮存于棕色瓶中，现用现配。

6.9.1.2.7 砷标准溶液：1 mL 溶液含砷（As）0.01 mg。移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准贮备溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.1.2.8 砷标准使用溶液：1 mL 溶液含砷（As）1 μg 。移取 10.00 mL 砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.9.1.3 仪器设备

原子荧光光谱仪：仪器性能应符合 GB/T 21191 的规定，并配有砷高强度空心阴极灯。

6.9.1.4 试验步骤

6.9.1.4.1 玻璃仪器的预清洗

试验中所用的玻璃器皿，使用前，应用硝酸溶液浸泡24 h，再用水冲洗干净，备用。

6.9.1.4.2 工作曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL砷标准使用溶液，置于5个100 mL容量瓶中，分别加入10.0 mL盐酸，20 mL硫脲-抗坏血酸混合溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、80 μg/L。

仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（μg/L）为横坐标，绘制工作曲线或计算回归方程。

使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾-氢氧化钠溶液浓度、载流溶液浓度以及各种元素工作曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

6.9.1.4.3 试验

称取适量样品，精确至0.0002 g，置于蒸发皿中，在水浴上加热使挥发，残留物用水40 mL分次洗涤，洗液移至100 mL容量瓶中（或用水稀释至刻度、摇匀后，根据原子荧光光谱仪的元素工作曲线范围及产品要求的砷含量进行稀释后），加入10 mL盐酸，20 mL硫脲-抗坏血酸混合溶液，用水稀释至刻度，摇匀。以下按6.9.1.4.2中从“仪器稳定后，……”开始进行操作（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由工作曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度的数值。

6.9.1.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{\rho V f \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (5)$$

式中：

ρ ——由工作曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

f ——样品的稀释倍数（若称取样品直接测定，则 $f=1$ ）；

m ——样品的质量的数值，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与算术平均值之比不大于10%。

6.9.2 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

6.9.2.1 原理

同 GB/T 23947.1—2009 第 2 章。

6.9.2.2 试剂或材料

同 GB/T 23947.1—2009 第 3 章。

6.9.2.3 仪器设备

同 GB/T 23947.1—2009 第 4 章。

6.9.2.4 试验步骤

称取适量样品，精确至 0.001 g，按 GB/T 23947.1—2009 的第 5 章的规定进行试验。

6.9.2.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (6)$$

式中：

m_1 ——由工作曲线查得的砷的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m ——样品的质量的数值，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与算术平均值之比不大于 10%。

6.10 重金属

6.10.1 原理

试样中的重金属离子与负二价硫离子在弱酸性介质（ $\text{pH}=3\sim 4$ ）中生成有色硫化物沉淀，重金属含量较低时，形成稳定的棕黄色悬浮液，可用于重金属的目视比色法测定。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 盐酸。

6.10.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.10.2.3 氨水溶液：1+14。

6.10.2.4 乙酸盐缓冲溶液（ $\text{pH}\approx 3.5$ ）：称取 25.0g 乙酸铵，加 25mL 水溶解，加 45mL 盐酸溶液（1+1），再用稀盐酸或稀氨水调节 pH 值至 3.5，再用水稀释至 100mL。

6.10.2.5 硫化钠溶液：称取硫化钠 5g，在 10mL 水及 30ml 丙三醇的混合溶液中溶解。

6.10.2.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准贮备溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.7 酚酞指示液：10 g/L 的乙醇溶液。

6.10.3 试验步骤

称取 $5.0\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样，注入蒸发皿中，在水浴上将碘赶走，加 1 mL 盐酸及 5 mL 水，加热 2 分钟，冷却后转移至 50 mL 比色管中，稀释至 25 mL。加 1 滴酚酞指示液，再用氨水溶液或盐酸溶液调节 pH 至中性（酚酞的红色刚刚褪去）。然后加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液，混匀，备用。

标准溶液的配制：移取 2.5 mL 铅标准溶液为优等品标准比色溶液；移取 5.0 mL 铅标准溶液为一等品标准比色溶液，加 1 mL 盐酸及 5 mL 水，加热 2 min，放冷转移至 50 mL 比色管中，稀释至 25 mL。加 1 滴

酚酞指示液，再用氨水溶液或盐酸溶液调节pH至中性（酚酞的红色刚刚褪去）。然后加5 mL乙酸盐缓冲溶液，混匀，备用。

测定：分别向试样溶液与优等品标准比色溶液、一等品标准比色溶液的比色管中各加入2滴硫化钠溶液，加水至50 mL刻度，摇匀，放置10 min。

判定：将以上比色管置于白色背景上，在自然光下，取下比色管塞，自上而下观察，试样溶液的颜色不得深于优等品标准比色溶液或一等品标准比色溶液所呈颜色。

6.11 蒸发残渣

6.11.1 仪器设备

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

6.11.2 试验步骤

称取约20 g试样，精确至0.001 g，均匀地分布在已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 质量恒定并称取质量的蒸发皿中，在水浴上蒸干，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.11.3 试验数据处理

蒸发残渣以质量分数 w_6 计，按公式（7）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——干燥后试料和蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

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差值不大于0.002 %。

7 检验规则

7.1 第5章中规定的所有项目均为出厂检验项目，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高纯工业品碘为一批。每批产品不超过3 t。

7.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，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。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于1000 g，分装于两个清洁干燥的瓶（袋）中，密封。瓶（袋）上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶（袋）作为实验室样品，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合第5章规定的指标要求。

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标准的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志和随行文件

8.1 高纯工业品碘产品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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标签和 GB 191—2008 第 2 章中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的高纯工业品碘都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、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 高纯工业品碘产品应装在耐腐蚀的包装容器中，包装容器类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463-2009 中附录 A 的规定，包装容器质量应符合 III 类包装性能试验。

9.2 高纯工业品碘产品的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617（所有部分）的要求。运输过程中应有遮盖物，防止曝晒、雨淋和受潮。严禁与还原剂、碱类混运。

9.3 高纯工业品碘产品的贮存应符合 GB 15603 的规定，应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋、受潮、防止日晒、受热，不得与还原剂、碱类混贮。

10 保存期

在符合规定的条件下包装和贮存。保存期为 5 年，逾期需复检，复检合格后仍可使用。

附录 A

(资料性)

参考离子色谱仪操作条件

参考离子色谱仪操作条件见表A.1和表A.2。

表A.1

项 目	参考操作条件一
抑制器电流	87 mA
外加泵流速	0.55 mL/min
进样量	1 000 μ L
柱温	30 $^{\circ}$ C
淋洗液流速	1.0 mL/min
淋洗液 I	30 mmol/L 氢氧化钾溶液 (可根据分离度要求调整氢氧化钾浓度, 或使用梯度洗脱)
淋洗液 II	4.5 mmol/L 碳酸钠溶液和 1.4 mmol/L 碳酸氢钠溶液等体积混合 (用优级纯试剂配制)

表A.2

项 目		参考操作条件二
排斥柱	色谱柱填料	具有磺酸基团的聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物
	淋洗液	水
	淋洗液流速	0.7 mL/min
	柱温	室温
分离柱	色谱柱填料	具有季铵基官能团的聚乙烯醇
	淋洗液	3.2 mmol/L 碳酸钠+1.0 mmol/L 碳酸氢钠 (用优级纯试剂配制)
	淋洗液流速	0.7 mL/min
	柱温	45 $^{\circ}$ C
进样量		250 μ L
抑制器		连续自动再生抑制器