

# 制定《高纯工业品 碘》化工行业标准征求意见稿

## 编制说明

### 一 工作简况

#### 1 任务来源

##### 1.1 基本信息

根据《工业和信息化部办公厅关于印发 2022 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》工信厅科函[2022]94 号的要求，在 2023 年完成《高纯工业品 碘》化工行业标准的制定工作（计划编号：2022-0140T-HG）。本标准是由全国化学标准化技术委员会无机分技术委员会提出并归口。标准由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单位共同起草。

##### 1.2 简要情况

###### 1.2.1 产品概况

碘（Iodine），非金属元素，元素符号 I，卤族元素之一。单质碘呈紫黑色晶体，易升华，升华后易凝华，有毒性和腐蚀性。单质碘遇淀粉会变蓝紫色。主要用于制药物、染料、碘酒、试纸和碘化合物等。

碘的化学性质不如同族元素氟、氯、溴活泼，但在化学反应中也可以表现出由-1 到+7 的多种价态。是制造无机碘化物和有机碘化物的重要基础原料，主要用于医药、化工、农药、电子、液晶、消毒剂等制造业。

###### 1.2.2 国内外情况

随着我国高端精细化工、医药、电子行业的高速发展，对碘及碘系化合物需求量的增长，高纯碘的用量逐步增加。我国碘资源稀缺，国内碘年需求量在 7000 吨左右，所需要的碘绝大部分（95% 以上）靠进口，每年耗费大量外汇。国内海水并卤综合利用工艺碘量非常少不到 100 吨（QB/T 3535—1999《碘》）。各种可回收碘资源有 2000~2500 吨/年，促进碘资源的回收利用意义重大。制定回收得到的高纯工业品碘的行业标准意义重大。

国外情况：世界碘资源主要集中在智利（矿碘）、美国、中亚地区（矿碘）、日本（资源综合利用、深井卤水提取碘）。五家智利公司约占全球碘总销售额的 58%（其中 SQM 约占 31%），八家日本碘生产商约占全球碘销售额的 27%，美国的碘生产商占世界碘销售额的近 5%，合计占比约 90%。此外，俄罗斯、土库曼斯坦、阿塞拜疆、印度尼西亚也生产少量的碘。智利的碘主要从硝石矿中提取，在生产硝酸盐的过程中，将碘从硝酸盐矿中分离出来；日本、美国等国家的碘主要来源于在开采石油、天然气的同时取得的卤水。国外碘的主要生产商有：日本伊势化学工业株式会社，智利 SQM。

###### 1.2.3 生产情况

1) 目前国内有诸多碘资源综合循环利用企业，处理工艺不同，主要有硫酸精制法、水熔融精制法。但这 2 种方法无法从根本上去除杂质离子及少量的有机物。山东博苑医药化学股份有限公司采取高温焚烧的方法回收碘，处理工艺为：预处理、1000℃~1100℃ 高温焚烧、碱性吸收、碱性条件下过滤、酸性条件下脱色过滤、酸性条件下氧化出碘、过滤、洗涤得到粗碘，粗碘用纯水加压熔融精制，经造粒制得高纯工业碘产品。该工艺能够完全去除有机物，杂质极低，碘含量高、品质好，工艺流程图见图 1。其它回收碘生产企业有江西盛典科技有限公司。

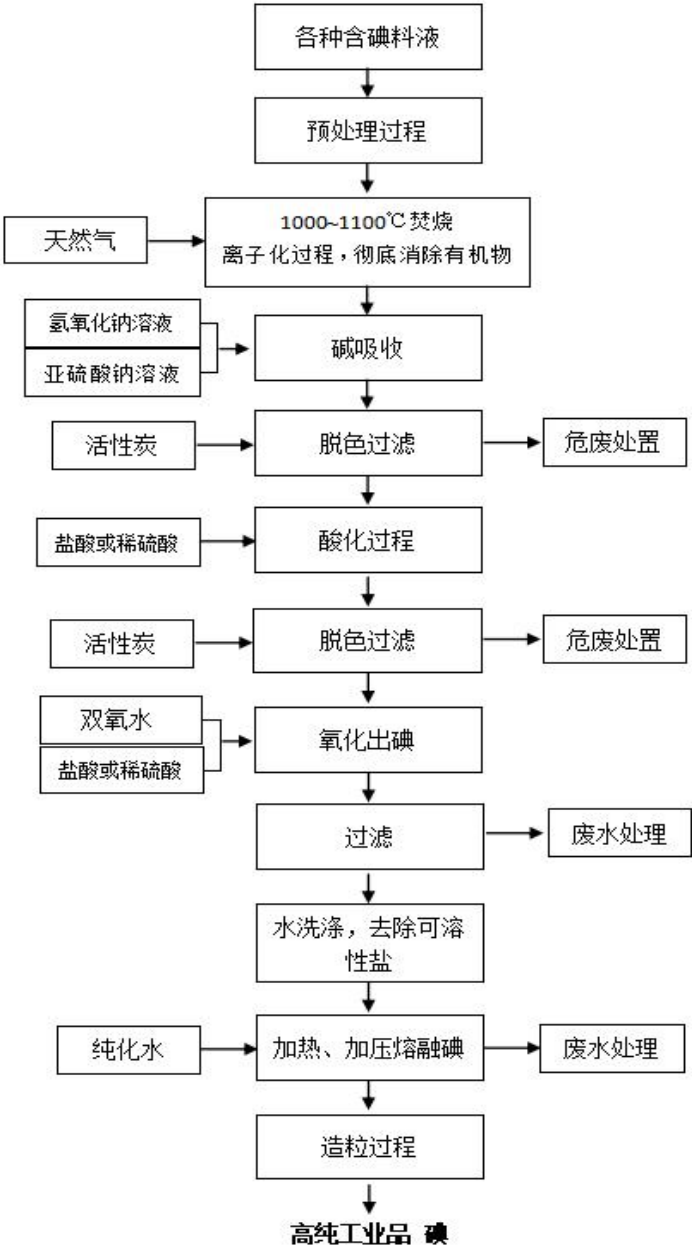


图 1 高温焚烧法回收碘工艺流程

2) 黔中地区震旦系磷块岩中普遍含有碘，碘含量在 0.002%~0.005%，最高达 0.04%。1989 年年底累计探明的碘储量达 11 592 t，含碘磷矿石储量为 1.2 亿 t。这些碘资源主要分布在 4 个矿山，其中瓮福英坪矿段的碘储量最大，为 6926 t，该矿段磷矿的碘品位也很高，碘含量达 0.0076%。其他的含碘磷矿按其碘储量大小依次为瓮福磷矿的小坝矿段、磨坊矿段和开阳磷矿区的温泉矿段(息烽磷矿)。

从磷矿中提取碘主要有热法工艺和湿法工艺。

热法工艺主要是指焙烧法选矿和黄磷、钙镁磷肥生产过程中碘进入高温炉气中，从炉气中回收碘的工艺。但因耗能较高，一般不采用。

湿法工艺主要指从磷矿与硫酸、磷酸、硝酸等反应制取过磷酸钙、重钙、磷酸和磷肥等生产过程的尾气、磷酸及其相关的废水中，以及回收氟得到的氟硅酸中进行回收碘的工艺。湿法磷酸生产过程中，因为生产工艺的不同，碘进入气相、液相和固相的比例不一样。碘在气相中的比例非常大，且随着磷酸反应温度的升高，气相中碘的比例也增大。湿法磷酸生产中（反应温度（65℃±2℃）），碘在各相中的分布见下表 1。

表 1 湿法磷酸生产碘在各相中的分布

| 湿法磷酸<br>工艺 | 磷矿中   |       | 磷酸中   |       | 磷石膏中   |       | 气相中    |       |
|------------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|--------|-------|
|            | w(I)% | 占总碘量% | w(I)% | 占总碘量% | w(I)%  | 占总碘量% | w(I)%  | 占总碘量% |
| 二水法        | 0.013 | 100   | 0.006 | 46    | 0.0009 | 7     | 0.0061 | 47    |
| 半水法        | 0.018 | 100   | 0.005 | 27    | 0.0020 | 11    | 0.0112 | 62    |

湿法工艺回收碘的工艺主要有离子交换法、空气吹出法、溶解萃取法等。

——离子交换法制碘

碘原料液进入澄清池并过滤除掉机械杂质，以免造成离子交换柱堵塞。经酸化、氧化后的原料液进入吸附柱。已吸附碘的饱和树脂在洗脱柱中被洗脱下来。使用氢氧化钠溶液或亚硫酸钠溶液作为洗脱液。洗脱碘后，树脂用氯化钠和氢氧化钠混合液再生。含碘的洗脱液进入析碘器，加入硫酸通入氯气得到析出的碘。分离出的粗碘经过精制、制片得到产品。该方法适用于含碘量低的原料回收碘。

——空气吹出法制碘

向原料液中通氯气，将碘离子氧化成游离碘。含有游离碘的料液从吹出塔的顶部喷淋，与塔下部鼓入的热空气逆流相遇，使碘被热风吹出，吹出率达 92%~97%。含碘的空气再进入吸收塔的上部，碘被自塔上喷淋的二氧化硫溶液吸收，并被还原为氢碘酸。吸收液经多次循环操作，当碘质量浓度达到 150g/L 时进入析碘器，向析碘器中通入氯气进行氧化，即析出固体碘，分离得到粗碘。将粗碘加浓硫酸熔融精制，冷却结晶后即得到成品碘。析碘步骤的碘收率为 95%~98%。析碘后母液含有较多游离酸和碘，返回流程中用于原料液的酸化。空气吹出法适用于含碘浓度较高的原料液。

——溶剂萃取法制碘

利用有机萃取剂与水相含碘溶液混合，待两相平衡后，碘按一定浓度比例分配于两相中，从而达到分离、富集的目的。向含碘磷酸加入氧化剂，使磷酸中碘离子氧化为碘分子。分子碘是一种非极性分子，根据相似相溶原理，碘在非极性有机溶剂中的溶解度将显著大于在水中的溶解度。选择合适的氧化剂、萃取剂、反萃剂，即可达到分离富集碘的目的。

## 2 编制过程

### 2.1 制定标准调研阶段(2023.1)

标准起草小组广泛征集各相关单位意见，查阅了我国目前对高纯工业品 碘的产品质量要求、生产工艺及品质控制等相关资料，了解对制定《高纯工业品 碘》化工行业标准的建议及生产、使用情况。在此基础上，初步拟定了《高纯工业品 碘》化工行业标准的总体架构，提出了文献小结。

### 2.2 制定标准工作方案会阶段(2023.3)

2023 年 3 月在昆明市召开了制定《高纯工业品 碘》化工行业标准工作方案会。

### 2.3 制定标准起草、方法验证（2023.4~2023.5）

根据山东博苑医药化学股份有限公司企业标准和工作方案会讨论内容，天津院提出的试验验证方案，进行了试验验证。对比验证数据分析及验证评价。

### 2.4 标准征求意见阶段（2023.5~2023.6）

根据方法验证情况，确定草案涉及的各试验方法，编写标准征求意见稿，在公开网站进行征求意见。

### 2.5 起草送审稿阶段（2023.8）

### 2.6 审查报批阶段

## 二、制定标准的原则和依据

### 1 制标原则

- 1) 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 2) 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 3) 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4) 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 5) 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

### 2 制标依据

- 1) 相关国行标、企业标准（见附表 1 和附表 2）；
- 2) 用户要求；
- 3) 生产厂家试验验证数据；
- 4) 生产厂家产品质量数据（附表 3）。

## 三、国内外标准概况

目前未收集到高纯工业品 碘相关的国外标准，搜集到国家标准 GB/T 675—2011《化学试剂 碘》、QB/T 3535—1999《碘》、中国药典及国内企业企标、用户要求。收集到的各标准对比分析如下：

1 GB/T 675—2011《化学试剂 碘》针对化学试剂产品，指标设置了碘含量、蒸发残渣、氯及溴（以 Cl 计）。

2 QB/T 3535—1999《碘》适用于综合利用工艺生产碘，主要用于医药、试剂、有机染料、加碘食盐中添加剂碘化物的原料等，指标设置了碘含量、氯化物及溴化物（以 Cl 计）、硫酸盐（以 SO<sub>4</sub> 计）、不挥发物。

3 中国药典的指标设置与 QB/T 3535—1999《碘》一致。

4 国内氢碘酸生产企业的企业标准。

#### 四、主要条款确定的说明

##### 1 警告

根据 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本品属第 8 类腐蚀性物质，本次制定在标准正文之前增加警示语。

##### 2 范围

本标准规定了高纯工业品 碘的技术要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输及贮存。

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。

由于回收源头、回收工艺的不可控，本标准制定过程中征集到的，生产产品质量能够稳定控制的仅有高温焚烧法，因此本标准出磷矿伴生碘生产的高纯碘外，只涉及了高温焚烧法，如标准实施后有新的回收方法，则考虑修订本标准增补适用的新回收方法并补充控制产品的指标项目。

##### 3 产品分型分级

根据下游行业的要求，本着合理利用资源的原则，本标准对产品质量的要求采用分等分级的方式，划分为一等品和合格品两个等级。现搜集到国外高纯工业品碘的样品，根据送至检测机构测定数据，本标准指标设置为优等品、一等品。

##### 4 产品指标要求的确定

###### 4.1 感官指标

根据产品情况，本标准产品感官指标为：灰黑色或紫黑色、有金属光泽的球状、结晶或块状物。在常温中能够挥发，有辛辣刺激味。因碘蒸汽有毒，标准中不对气味进行鉴别。

###### 4.2 指标项目的确定

在指标项目设置时主要从以下几个方面考虑：1）由原料带入的影响纯度的杂质；2）生产过程中使用的设备、器具等带来的杂质；3）影响碘应用的杂质。

本标准的指标设置参考了搜集到的相关标准，同时考虑碘的用户要求进行了指标项目设置，具体设置见附件 1。

#### 4.3 指标要求的确定

本标准在指标要求方面主要参考国内现有标准 GB/T 675—2011《化学试剂 碘》和山东博苑企业标准《高纯工业品 碘》，各指标设置的理由和依据如下：

##### 1) 碘含量

我国试剂标准规定为：分析纯不小于 99.8%、化学纯不小于 99.5%，山东博苑企标规定为：优级品不小于 99.8%、合格品不小于 99.5%。

本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不小于 99.8%、一等品不小于 99.5%。

##### 2) 铁

我国试剂标准没有规定铁含量指标，山东博苑企标指标为优级品不大于 0.0005%、合格品不大于 0.001%。

本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.0005%、一等品不大于 0.001%。

##### 3) 氯和溴

我国试剂标准规定为：分析纯不小于 0.005%、化学纯不小于 0.01%，山东博苑企标指标与我国试剂标准一致。

本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.005%、一等品不大于 0.01%。

##### 4) 硫酸盐

我国试剂标准未规定此项指标，轻工标准规定为：一级品不大于 0.02%、二级品不大于 0.04%、三级不大于 0.07%，山东博苑企标指标为优级品不大于 0.005%、合格品不大于 0.01%。

本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.005%、一等品不大于 0.01%。

##### 5) 氟

我国试剂标准没有规定氟含量指标，山东博苑企标指标为优级品不大于 0.0005%、合格品不大于 0.001%。本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.0005%、一等品不大于 0.001%。

##### 6) 砷

国家试剂标准没有此项指标。山东博苑企标的优级品为不大于 0.0001%、合格品为不大于 0.0001%。本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品、一等品不大于 0.0001%。

##### 7) 重金属

国家试剂标准没有此项指标。山东博苑企标的优级品为不大于 0.0005%、合格品为不大于 0.001%。本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.0005%、一等品不大于 0.001%。

### 8) 蒸发残渣

我国试剂标准规定为分析纯不大于 0.005%、化学纯不大于 0.02%，山东博苑企标的优级品不大于 0.005%，合格品不大于 0.05%。具体指标待讨论。

本标准根据以上标准指标和企业的产品质量数据设定优等品不大于 0.005%、一等品不大于 0.05%。

综上所述,各项指标要求设置见表2。

表2 本次制定标准确定各项指标要求

| 项 目                          | 指 标      |       |
|------------------------------|----------|-------|
|                              | 优等品      | 一等品   |
| 碘 (I <sub>2</sub> ) w/%      | ≥ 99.8   | 99.5  |
| 铁 (Fe) w/%                   | ≤ 0.0005 | 0.001 |
| 氯及溴 (以Cl计) w/%               | ≤ 0.005  | 0.01  |
| 硫酸盐 (以SO <sub>4</sub> 计) w/% | ≤ 0.005  | 0.01  |
| 氟 (F) w/%                    | ≤ 0.0005 | 0.001 |
| 砷 (As) w/%                   | 0.0001   |       |
| 重金属 (以Pb计) w/%               | ≤ 0.0005 | 0.001 |
| 蒸发残渣 w/%                     | ≤ 0.005  | 0.05  |

## 5 试验方法的确定

### 5.1 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。

## 5.2 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。

### 5.3 碘测定

采用氧化还原滴定法进行测定，将点溶解于碘化钾溶液中，以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，达到定量目的。碘含量平行测定数据列于表3。

表3 碘含量平均测定数据

[illegible]

同一样品平行8次数据看出该分析方法满足分析要求，且该方法为经典碘量法，此次制定采用该方法。

5.4 铁

山东博苑企标采用邻菲罗啉-分光光度法测定铁含量。

此次制定标准引用了GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法1，10-菲罗啉分光光度法，根据样品特性，增加了试样的预处理，需要在水浴上将碘尽量赶尽。铁含量平行测定数据列于表4。

表4 铁含量平均测定数据

|             |        |      |      |      |      |      |      |      |
|-------------|--------|------|------|------|------|------|------|------|
| 测定次数        | 1      | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    |
| 铁含量（mg/kg）  | 0.53   | 0.68 | 0.49 | 0.57 | 0.54 | 0.54 | 0.63 | 0.58 |
| 平均值         | 0.57   |      |      |      |      |      |      |      |
| 标准偏差（SD）    | 0.0608 |      |      |      |      |      |      |      |
| 相对标准偏差（RSD） | 10.68% |      |      |      |      |      |      |      |

5.5 氯和溴

利用氯和溴与银离子产生白色至浅黄色的不溶物，观测其浊度，与标准比浊液进行目视对比，得出限量结果。山东博苑企标和我国试剂标准方法一致。鉴于本标准为高纯产品的标准，选用了离子色谱法进行准确测定数值，离子色谱法同时了硫酸根和氟的含量。本次制定标准对以上两种方法进行了对比试验，试验结果列于表5。

表5 氯和溴对比试验结果

| 测定次数        | 检测方法    |         |             |             |
|-------------|---------|---------|-------------|-------------|
|             | 方法一：目视  |         | 方法二：离子色谱    |             |
|             | 样品 1    | 样品 2    | 样品 1        | 样品 2        |
| 1           | <0.005% | <0.005% | 0.0038%     | 0.0028%     |
| 2           | <0.005% | <0.005% | 0.0033%     | 0.0026%     |
| 3           | <0.005% | <0.005% | 0.0032%     | 0.0027%     |
| 4           | <0.005% | <0.005% | 0.0036%     | 0.0026%     |
| 5           |         |         | 0.0035%     | 0.0027%     |
| 6           |         |         | 0.0035%     | 0.0030%     |
| 7           |         |         | 0.0035%     | 0.0026%     |
| 8           |         |         | 0.0034%     | 0.0029%     |
| 平均值         | 见图 2    | 见图 3    | 0.0035%     | 0.0027%     |
| 标准偏差（SD）    |         |         | 0.000001832 | 0.000001506 |
| 相对标准偏差（RSD） |         |         | 5.27%       | 5.50%       |





图 2 样品 1 氯及溴比色结果



图 3 样品 2 氯及溴比色结果

5.6 硫酸盐

山东博苑企标采用在盐酸介质中，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，用于硫酸盐的目视比浊法测定。本标准参考了 GB/T 23844—2019 中目视比浊法测定范围  $0.4\mu\text{g/mL} \sim 4.0\mu\text{g/mL}$ ，称取适量的样品进行测定。鉴于本标准是高纯产品的标准，选用了离子色谱法进行准确测定数值，离子色谱法同时了氯、溴和氟的含量。本次制定标准对以上两种方法进行了对比试验，试验结果列于表 6。

表 6 硫酸盐对比试验结果

| 测定次数        | 检测方法    |         |             |             |
|-------------|---------|---------|-------------|-------------|
|             | 方法一：目视  |         | 方法二：离子色谱    |             |
|             | 样品 1    | 样品 2    | 样品 1        | 样品 2        |
| 1           | <0.005% | <0.005% | 0.0028%     | 0.0019%     |
| 2           | <0.005% | <0.005% | 0.0028%     | 0.0021%     |
| 3           | <0.005% | <0.005% | 0.0027%     | 0.0020%     |
| 4           | <0.005% | <0.005% | 0.0028%     | 0.0022%     |
| 5           |         |         | 0.0028%     | 0.0021%     |
| 6           |         |         | 0.0028%     | 0.0021%     |
| 7           |         |         | 0.0030%     | 0.0016%     |
| 8           |         |         | 0.0030%     | 0.0022%     |
| 平均值         | 见图 4    | 见图 5    | 0.0028%     | 0.0020%     |
| 标准偏差（SD）    |         |         | 0.000001061 | 0.000001982 |
| 相对标准偏差（RSD） |         |         | 3.74%       | 9.79%       |



图 4 样品 1 硫酸盐比浊结果



图 5 样品 2 硫酸盐比浊结果

5.7 氟

以氟离子选择电极作指示电极，饱和甘汞电极为参比电极组成化学电池，用离子计测量电动势，采用工作标准曲线定量。测量溶液的酸度为pH=6，用总离子强度调节剂消除铁、铝等离子的干扰及酸度的影响。本标准引用了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，且鉴于本标准为高纯产品的标准，选用了离子色谱法进行准确测定数值，离子色谱法同时了氯、溴和硫酸根的含量。

5.8 砷

山东博苑企标采用二乙基二硫代氨基甲酸银法。二乙基二硫代氨基甲酸银法使用到有毒试剂，操作较为繁琐，此次制定列入原子荧光法作为仲裁法。

表 7 原子荧光光度法测定砷含量试验数据

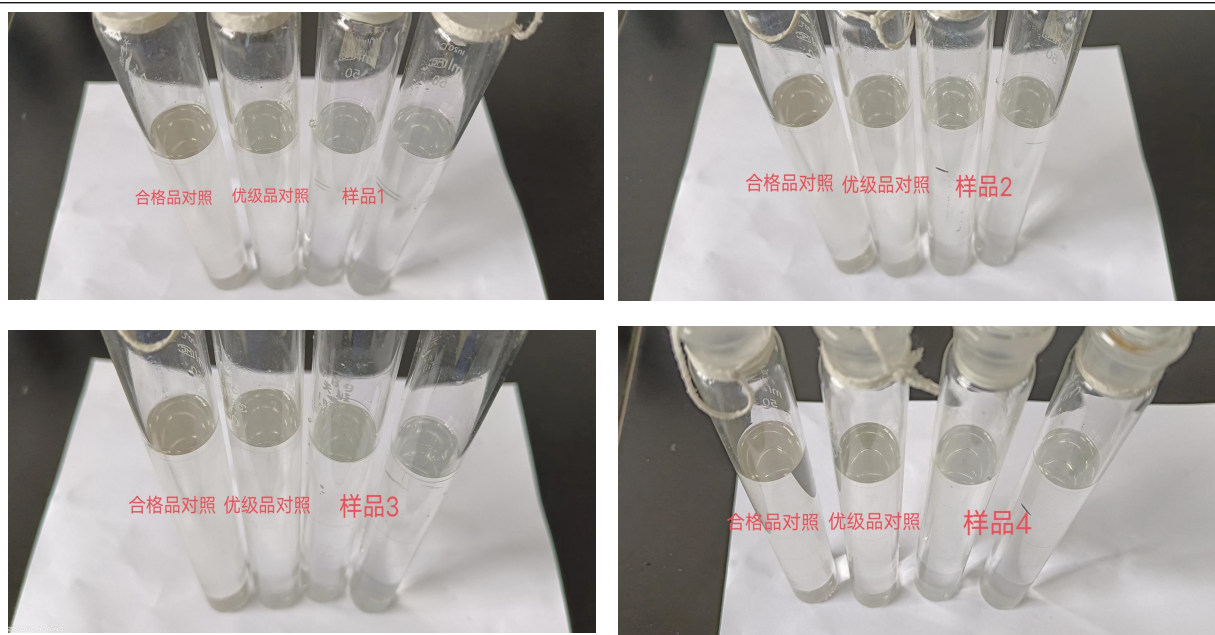
| 原子荧光光度法工作曲线       |                        |             |       |               |       |           |      |      |
|-------------------|------------------------|-------------|-------|---------------|-------|-----------|------|------|
|                   | 1                      | 2           | 3     | 4             | 5     | 6         | 7    |      |
| 砷的质量浓度            | 0                      | 1           | 2     | 4             | 6     | 8         | 10   |      |
| 荧光值               | 0                      | 92.3        | 201.5 | 424.8         | 630.9 | 827.7     | 1015 |      |
| 标准曲线方程            | y=0.0097x+0.0002       |             |       |               |       |           |      |      |
| 线性相关系数            | R <sup>2</sup> =0.9992 |             |       |               |       |           |      |      |
| 平行测定次数            | 1                      | 2           | 3     | 4             | 5     | 6         | 7    | 8    |
| 砷的质量浓度<br>(ug/kg) | 1.71                   | 1.34        | 1.08  | 1.16          | 1.71  | 1.41      | 1.15 | 0.98 |
| 平均值               | 1.32                   |             |       |               |       |           |      |      |
| 标准偏差 (SD)         | 0.2778                 |             |       |               |       |           |      |      |
| 相对标准偏差<br>(RSD)   | 21.06%                 |             |       |               |       |           |      |      |
| 加标回收率             |                        |             |       |               |       |           |      |      |
| 本底含量 (ug/kg)      |                        | 加标量 (ug/kg) |       | 加标后含量 (ug/kg) |       | 加标回收率 (%) |      |      |
| 1.32              |                        | 0.93        |       | 2.11          |       | 84.95%    |      |      |
| 1.32              |                        | 1.6         |       | 2.82          |       | 93.75%    |      |      |

5.9 重金属

山东博苑企标采用：重金属在酸性溶液中可和负二价硫离子在弱酸性（pH≈3-4）条件下，产生有色硫化物沉淀（重金属含量较低时，形成稳定的棕褐色悬浮液），借混浊度色度与标准溶液色度作比较可以辨别样品中重金属含量。试验情况见下表8及图片。

表8 重金属试验情况

| 测定次数 | 样品 1     | 样品 2     | 样品 3     | 样品 4     |
|------|----------|----------|----------|----------|
| 1    | <0.0005% | <0.0005% | <0.0005% | <0.0005% |
| 2    | <0.0005% | <0.0005% | <0.0005% | <0.0005% |



### 5.10 蒸发残渣

山东博苑企标采用方法是將样品于水浴蒸干后于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 加热至恒重。与我国试剂标准方法一致。试验情况见下表9。

表9 蒸发残渣试验情况

| 测定次数         | 样品 1     | 样品 2     | 样品 3     | 样品 4     |
|--------------|----------|----------|----------|----------|
| 1            | 0.0088%  | 0.0180%  | 0.0170%  | 0.0130%  |
| 2            | 0.0091%  | 0.0180%  | 0.0160%  | 0.0130%  |
| 3            | 0.0090%  | 0.0170%  | 0.0160%  | 0.0130%  |
| 4            | 0.0086%  | 0.0170%  | 0.0160%  | 0.0140%  |
| 平均值          | 0.0089%  | 0.0175%  | 0.0163%  | 0.0133%  |
| 标准偏差 (SD)    | 0.000002 | 0.000006 | 0.000005 | 0.000005 |
| 相对标准偏差 (RSD) | 2.50%    | 3.30%    | 3.08%    | 3.77%    |

## 6 检验规则

本标准规定的所有检验项目为出厂检验项目，应逐批检验。

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 标志及随行文件

包装物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、保质期、本文件编号及 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。

每批出厂的高纯工业品碘产品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、保质期及本文件编号。

## 8 包装、运输、贮存

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 危险货物名表中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件中附录 A 的规定，包装容器质量应符合Ⅲ类包装性能试验。

## 9 保质期

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。

## 五、水平分析

本标准参考国内相关产品标准，结合国外产品的检验报告，以及国内企业标准，设置了指标要求和分析方法。指标要求进行了合理分等分级，指标项目设置齐全，指标要求满足客户的使用要求。试验方法均采用常规、经典方法，经验证测定结果准确可靠，适合企业分析要求。

综上所述，本标准达到国内先进水平。

附表 1 标准指标对比

| 项 目                            | 山东博苑医药化学股份有限公司             |        | GB/T 675—2011 化学试剂 碘 |      | QB/T3535—1999                 |      |      | 中国药典  |
|--------------------------------|----------------------------|--------|----------------------|------|-------------------------------|------|------|-------|
|                                | 优级品                        | 合格品    | 分析纯                  | 化学纯  | 一级                            | 二级   | 三级   |       |
| 外观                             | 灰黑色或紫黑色，有金属光泽的球状<br>结晶或块状物 |        | 灰黑色具有金属光泽的结晶         |      | 灰墨色具有金属光泽的片状或块状<br>结晶，有辛辣的刺激味 |      |      |       |
| 碘含量，w/% ≥                      | 99.8                       | 99.5   | 99.8                 | 99.5 | 99.5                          | 98.5 | 97.5 | 99.5  |
| 氯和溴（以 Cl 计），w/% ≤              | 0.005                      | 0.01   | 0.005                | 0.01 | 0.03                          | 0.05 | 0.07 | 0.014 |
| 硫酸盐（以 SO <sub>4</sub> 计），w/% ≤ | 0.005                      | 0.01   | —                    | —    | 0.02                          | 0.04 | 0.06 | 0.03  |
| 铁，w/% ≤                        | 0.0005                     | 0.001  | —                    | —    | —                             | —    | —    | —     |
| 氟，w/% ≤                        | 0.0005                     | 0.001  | —                    | —    | —                             | —    | —    | —     |
| 不挥发物，w/% ≤                     | 0.005                      | 0.05   | —                    | —    | 0.10                          | 0.20 | 0.30 | 0.05  |
| 重金属（以 Pb 计），w/% ≤              | 0.0005                     | 0.001  | —                    | —    | —                             | —    | —    | —     |
| 砷，w/% ≤                        | 0.0001                     | 0.0001 | —                    | —    | —                             | —    | —    | —     |
| 蒸发残渣，w/% ≤                     | —                          | —      | 0.005                | 0.02 | —                             | —    | —    | —     |

附表 2 标准方法对比

| 项 目                      | 山东博苑医药化学股份有限公司 | GB/T 675—2011 化学试剂 碘 | QB/T3535—1999 |
|--------------------------|----------------|----------------------|---------------|
| 碘含量                      | 氧化还原滴定         | 氧化还原滴定               | 氧化还原滴定        |
| 氯和溴（以 Cl 计）              | 目视比浊法          | 目视比浊法                | 分光光度法（420nm）  |
| 硫酸盐（以 SO <sub>4</sub> 计） | 目视比浊法          |                      |               |
| 铁                        | 邻菲罗啉-分光光度法     |                      |               |
| 氟                        | 离子选择性电极法       |                      |               |
| 不挥发物（蒸发残渣）               | 重量法（水浴-105）    | 重量法（水浴-105）          | 重量法（水浴-105）   |
| 重金属（以 Pb 计）              | 目视比色法          |                      |               |
| 砷                        | DDTC-Ag 分光光度法  |                      |               |

附表 3 ： 高纯工业品碘的质量数据

| 批次       | 报告日期        | 外观灰黑色<br>或紫黑色 | 碘含量%   | 铁(mg/kg) | 氯及溴 %  | 硫酸盐%    | 氟%      | 砷 (mg/kg) | 重金属 %   | 蒸发残渣%  |
|----------|-------------|---------------|--------|----------|--------|---------|---------|-----------|---------|--------|
| 20220501 | 202205. 3   | 合格            | 99. 65 | 8. 25    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 009 |
| 20220502 | 2022. 5. 6  | 合格            | 99. 58 | 8. 53    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 008 |
| 20220503 | 2022. 5. 8  | 合格            | 99. 68 | 5. 6     | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 005 |
| 20210601 | 2022. 6. 1  | 合格            | 99. 81 | 6. 52    | <0. 01 | <0. 005 | 0. 0005 | <1        | <0. 001 | 0. 006 |
| 20220602 | 2022. 6. 3  | 合格            | 99. 82 | 3. 23    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 006 |
| 20220701 | 2022. 7. 1  | 合格            | 99. 86 | 6. 55    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220702 | 2022. 7. 3  | 合格            | 99. 65 | 3. 24    | <0. 01 | <0. 005 | 0. 0002 | <1        | <0. 001 | 0. 007 |
| 20220703 | 2022. 7. 5  | 合格            | 99. 56 | 3. 91    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 007 |
| 20220801 | 2022. 8. 6  | 合格            | 99. 65 | 5. 22    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 002 |
| 20220802 | 2022. 8. 10 | 合格            | 99. 80 | 5. 88    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 006 |
| 20220803 | 2022. 8. 15 | 合格            | 99. 82 | 6. 39    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220901 | 2022. 9. 14 | 合格            | 99. 87 | 7. 27    | <0. 01 | <0. 005 | 0. 0005 | <1        | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220902 | 2022. 9. 16 | 合格            | 99. 65 | 6. 52    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 006 |
| 20221101 | 2022. 11. 5 | 合格            | 99. 82 | 6. 54    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 007 |
| 20221102 | 2022. 11. 8 | 合格            | 99. 54 | 4. 2     | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 003 |
| 20220101 | 2022. 1. 10 | 合格            | 99. 65 | 8. 51    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 002 |
| 20220201 | 2022. 2. 15 | 合格            | 99. 58 | 3. 22    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 003 |
| 20220202 | 2022. 2. 18 | 合格            | 99. 68 | 5. 22    | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1        | <0. 001 | 0. 004 |
| 20220203 | 2022. 2. 20 | 合格            | 99. 80 | 5. 62    | <0. 01 | <0. 005 | 0. 0002 | <1        | <0. 001 | 0. 005 |

|          |             |    |        |       |        |         |         |    |         |        |
|----------|-------------|----|--------|-------|--------|---------|---------|----|---------|--------|
| 20220301 | 2022. 3. 10 | 合格 | 99. 82 | 8. 41 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 006 |
| 20220302 | 2022. 3. 12 | 合格 | 99. 87 | 8. 81 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 004 |
| 20220501 | 2022. 5. 20 | 合格 | 99. 74 | 5. 22 | <0. 01 | <0. 005 | ——      | <1 | <0. 001 | 0. 006 |
| 20220502 | 2022. 5. 25 | 合格 | 99. 74 | 6. 22 | <0. 01 | <0. 005 | 0. 0002 | <1 | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220503 | 2022. 5. 31 | 合格 | 99. 84 | 6. 33 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 008 |
| 20220601 | 2022. 6. 5  | 合格 | 99. 56 | 5. 25 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 009 |
| 20220602 | 2022. 6. 8  | 合格 | 99. 52 | 8. 25 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220603 | 2022. 6. 14 | 合格 | 99. 70 | 4. 25 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 060 |
| 20220604 | 2022. 6. 19 | 合格 | 99. 66 | 4. 26 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 007 |
| 20220605 | 2022. 6. 25 | 合格 | 99. 58 | 5. 36 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 007 |
| 20220606 | 2022. 6. 29 | 合格 | 99. 56 | 8. 2  | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220607 | 2022. 6. 30 | 合格 | 99. 67 | 5. 88 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220701 | 2022. 7. 8  | 合格 | 99. 63 | 8. 77 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 009 |
| 20220702 | 2022. 7. 11 | 合格 | 99. 64 | 4. 23 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 008 |
| 20220703 | 2022. 7. 15 | 合格 | 99. 68 | 3. 25 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 007 |
| 20220704 | 2022. 7. 17 | 合格 | 99. 55 | 6. 22 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 005 |
| 20220705 | 2022. 7. 20 | 合格 | 99. 62 | 8. 22 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 002 |
| 20220706 | 2022. 7. 26 | 合格 | 99. 65 | 8. 26 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 004 |
| 20220801 | 2022. 8. 5  | 合格 | 99. 66 | 4. 69 | <0. 01 | <0. 005 | 未检出     | <1 | <0. 001 | 0. 005 |