

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

高纯工业品 碘化钾

High purity industrial product—Potassium iodide

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/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：山东博苑新材料股份有限公司、泰安汉威集团有限公司、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：。

本文件为首次发布。

高纯工业品 碘化钾

1 范围

本文件规定了高纯工业品碘化钾的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于高纯工业品碘化钾。

注：该产品主要用于光电行业和尼龙行业。

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—2025 包装储运图形符号标志

GB/T 1272—2007 化学试剂 碘化钾

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

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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9727—2007 化学试剂 磷酸盐测定通用方法

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 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

GB/T 23947.3—2023 无机化工产品中砷测定的通用方法 第3部分：原子荧光光谱法

GB/T 23950—2024 无机化工产品中重金属测定通用方法

GB/T 31197—2026 无机化工产品 杂质离子的测定 离子色谱法

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

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：KI

相对分子质量：166.00（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：无色或白色晶体。

5.2 高纯工业品碘化钾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
碘化钾（KI，以干基计）w/%	≥ 99.5
干燥减量 w/%	≤ 1.0
pH（50 g/L 水溶液）	6.0~8.0
水不溶物 w/%	≤ 0.01
碘酸盐及碘	符合要求
氯溴含量（以 Cl 计）w/%	≤ 0.01
硫酸盐（以 SO ₄ 计）w/%	≤ 0.001
磷酸盐（以 PO ₄ 计）w/%	≤ 0.001
氟（F）w/%	≤ 0.001
甲酸盐（以 HCOO 计）w/%	≤ 0.01
钠（Na）w/%	≤ 0.1
镁（Mg）w/%	≤ 0.001
钙（Ca）w/%	≤ 0.001
铁（Fe）w/%	≤ 0.000 3
砷（As）w/%	≤ 0.000 02
钡（Ba）w/%	≤ 0.001
重金属（以 Pb 计）w/%	≤ 0.000 5
还原性物质（以 K ₂ S ₂ O ₃ 计）w/%	符合要求
澄清度（号）	≤ 3

6 试验方法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。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。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 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、制剂及制品，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。

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目视法判定外观。

6.3 碘化钾含量测定

6.3.1 原理

在弱酸溶液中，碘离子与银离子反应生成碘化银沉淀，以曙红钠为指示剂，以颜色变化判断终点。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 5%乙酸溶液。

6.3.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.3 曙红钠指示液：5 g/L。

6.3.3 试验步骤

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 250 mL 锥形瓶中，用 100 mL 水溶解，加 10 mL 5% 乙酸溶液，加 3 滴曙红钠指示液，混匀后用硝酸银标准滴定溶液避光滴定，滴定过程中溶液呈浅橙色，浑浊程度逐渐加深，生成浅粉色沉淀，当上层液浊度突然降低且颜色变浅，底部沉淀聚集并由浅粉变为深粉色，摇匀后不褪，即为终点。

6.3.4 试验数据处理

碘化钾含量以碘化钾（KI）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (1 - w_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——碘化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=166.0$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_2 ——按照6.4测定的干燥减量，单位为百分比(%)。

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0.2%。

6.4 干燥减量的测定

6.4.1 仪器设备

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

6.4.1.2 称量瓶： $\phi 50\text{mm}\times 30\text{mm}$ 。

6.4.2 试验步骤

称取约3.0 g 试样（精确至0.000 2 g），置于预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中，于电热恒温干燥箱中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

6.4.3 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_2 计，按公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——干燥前称量瓶和试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后称量瓶和试料的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

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0.1%。

6.5 pH (50 g/L 水溶液) 的测定

6.5.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

6.5.2 仪器设备

pH计：最小分度为0.01，配有复合电极（或玻璃电极和饱和甘汞电极）。

6.5.3 试验步骤

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于烧杯中，加无二氧化碳的水溶解，转移至100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。倒入干燥的烧杯中，用pH计进行测定。

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0.1。

6.6 水不溶物含量的测定

6.6.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤、干燥后称量。

6.6.2 仪器设备

6.6.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm；

6.6.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

6.6.3 试验步骤

称取约 50 g 试样（精确至 0.01 g），置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 沸水溶解，用预先在 105°C±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤至滤液呈中性。将玻璃砂坩埚置于 105 °C±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.6.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

6.7 碘酸盐及碘的测定

6.7.1 试剂或材料

6.7.1.1 硫酸溶液：1+8。

6.7.1.2 淀粉指示液：10 g/L。

6.7.2 试验步骤

称取约 6.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），溶于 50 mL 水中，加 3 滴硫酸溶液，加淀粉指示液 5 mL，摇匀，在 10 s 内溶液不得呈现蓝色或紫色。

6.8 氯溴含量（以 Cl 计）的测定

6.8.1 离子色谱法（仲裁法）

按照 6.12 规定的方法测定氯、溴质量分数。

氯溴含量以氯（Cl）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = w_{Cl} + 0.4435w_{Br} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_{Cl} ——按照 6.12 规定的方法测得的氯的质量分数的数值，单位为百分比（%）；

w_{Br} ——按照 6.12 规定的方法测得的溴的质量分数的数值，单位为百分比（%）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

6.8.2 目视比浊法

6.8.2.1 原理

在酸性介质中，试样中氯化物、溴化物与加入的硝酸银生成沉淀，形成悬浊液，通过与标准比浊溶液比较，确定样品中的氯溴含量。

6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 磷酸。

6.8.2.2.2 30%过氧化氢。

6.8.2.2.3 硝酸溶液：1+3。

6.8.2.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

6.8.2.2.5 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液（或市售有证标准物质溶液），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

6.8.2.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于烧杯中，加100 mL水溶解，加1 mL30 %过氧化氢、1 mL磷酸，煮沸至溶液无色，冷却，加0.5 mL30 %过氧化氢，煮沸后冷却，全部转移至100 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

移取10.00 mL试验溶液至25 mL比色管中，加水稀释至20 mL后，加1 mL硝酸溶液酸化后加1 mL硝酸银溶液，并以水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：用移液管移取 1.00 mL 氯化物标准溶液，置于 25 mL 比色管中，与样品同时同样处理。

将试验溶液和标准比浊溶液同时置于黑色背景上，在自然光下，自上向下观察。

如果试验溶液所产生的混浊程度不深于标准比浊溶液，则符合本文件规定的指标要求；否则不符合本文件规定的指标要求。

6.9 硫酸盐含量测定

6.9.1 离子色谱法（仲裁法）

按照6.12规定的方法测定硫酸盐含量。

6.9.2 目视比浊法

6.9.2.1 原理

酸性介质中，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，使溶液呈现浑浊，利用硫酸盐形成的混浊度与标准比对溶液以目视比浊法判定结果。

6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 盐酸溶液：1+4。

6.9.2.2.2 硫酸钾乙醇溶液：0.2 g/L。

6.9.2.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

6.9.2.2.4 抗坏血酸溶液：20 g/L。

6.9.2.2.5 硫酸盐标准溶液：1mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.01mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液（或市售有证标准物质溶液），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.2.3 试验步骤

称取 2.50 g±0.01g 试样，溶于 15 mL 水中，置于 25 mL 比色管，加 0.5 mL 盐酸溶液。

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 1min 后，加至上述已酸化的试验溶液中，加 1 滴抗坏血酸溶液后以水稀释至 25 mL，摇匀。放置 5 分钟，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：移取 2.5 mL 硫酸盐标准溶液，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，自上而下观察，其浊度不得深于标准比浊溶液。

6.10 磷酸盐含量测定

6.10.1 原理

同 GB/T 9727-2007 中第 3 章。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 硝酸。

6.10.2.2 13%硝酸溶液。

6.10.2.3 磷酸盐标准溶液：1 mL 溶液含磷酸盐（PO₄）0.01 mg。

移取 1.00 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐（PO₄）标准贮备溶液（或市售有证标准物质溶液），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.4 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

6.10.3 试验步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样，溶于 10 mL 水中，加 2 mL 硝酸，蒸发至近干，冷却；再重复操作一次，以 20 mL 水将残渣溶解后，加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液，滴加 13%硝酸溶液至黄色刚好消失。以下按 GB/T 9727-2007 中 6.1 进行操作。

试验溶液有机相所呈蓝色不得深于标准比色溶液有机相。

标准比色溶液的制备是移取 1.0 mL 磷酸盐标准溶液，稀释至 10 mL，与试验溶液同时同样处理。

6.11 氟含量测定

6.11.1 原理

在中性条件下，以饱和甘汞电极或银-氯化银电极为参比电极，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。

6.11.2 试剂或材料

同 GB/T 21057—2007 中 3.4。

6.11.3 仪器设备

同 GB/T 21057—2007 中 3.5。

6.11.4 试验步骤

6.11.4.1 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 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 10 mL 总离子强度调节剂[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 规定的方法，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

6.11.4.2 试验

称取约 5.0 g 试样 (精确至 0.000 2g)，加水溶解后，全部转移至 50 mL 容量瓶中，按 6.11.4.1 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。

6.11.5 试验数据处理

氟化物含量以氟 (F) 的质量分数 w_5 计，按公式 (5) 计算：

$$w_5 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (5)$$

式中：

ρ_1 ——测定试验溶液中氟离子质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

ρ_0 ——测定空白溶液中氟离子质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

m ——试样的质量的数值，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 %。

6.12 氯、溴、硫酸盐（以 SO_4 计）、甲酸盐（以 HCOO 计）含量的测定

6.12.1 原理

同 GB/T 31197-2026 中第 4 章。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 甲酸盐标准贮备溶液：1 mL 溶液含甲酸盐（以 HCOO 计）1.0 mg。

准确称取 0.151g 甲酸钠（ HCOONa ），溶于水，全部转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

6.12.2.2 混合标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）、溴（Br）、硫酸盐（以 SO_4 计）、甲酸盐（以 HCOO 计）各 0.01 mg。

按照 HG/T 3696.2 和 6.12.2.1 配制标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.12.2.3 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m（相当于 18.2 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）的去离子水。

6.12.3 仪器设备

具有待测离子色谱柱的离子色谱仪。

6.12.4 试验步骤

6.12.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取混合标准溶液 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL、15.0 mL、25.0 mL，分别置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态，将混合标准溶液经微孔滤膜过滤后依次注入，以所注入的标准溶液中离子的质量浓度为横坐标，对应的峰面积（或峰高）为纵坐标绘制工作曲线。工作曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数 R 应不小于 0.995。

6.12.4.2 试验溶液的配制

称取 1.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），以水溶解后置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此为试验溶液。

同时同样制备空白试验溶液。

6.12.4.3 试验

在相同条件下注入经微孔滤膜过滤的试验溶液和空白试验溶液，根据测得的峰面积（或峰高）从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中各离子的质量浓度。测定结果如超出工作曲线范围，应将试样试验溶液用水稀释后重新测定。

6.12.5 试验数据处理

各阴离子的质量分数以 w_i 计，按公式（6）计算：

$$w_j = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

c ——工作曲线上查得各阴离子的质量浓度的数值，单位为毫克每升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样稀释体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样的质量的数值，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相对差值不大于 20 %。

6.13 钙含量的测定

6.13.1 电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）法（仲裁法）

按照6.18规定的方法测定钙含量。

6.13.2 目视比浊法

6.13.2.1 原理

乙二醛缩双邻氨基酚与钙离子反应生成红色的配合物（络合物），目视比色法判断钙离子的含量。

6.13.2.2 试剂或材料

6.13.2.2.1 95%乙醇。

6.13.2.2.2 三氯甲烷。

6.13.2.2.3 混合碱。

6.13.2.2.4 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液：2 g/L。

6.13.2.2.5 钙标准溶液：1 mL 溶液含钙 0.01 mg。

移取 1.0 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的钙标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.13.2.3 试验步骤

称取 1.0 g 样品，溶于 25 mL 水中，移取 10 mL 作为试验溶液。

移取钙标准溶液 0.4 mL 加水稀释至 10 mL，作为对照溶液。

分别在试验溶液与对照溶液加 10 mL 95%乙醇、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液，摇匀，放置 5 min。用 5 mL 三氯甲烷萃取（温度不超过 30℃），立即比色。试验溶液有机层所呈红色不得深于对照品溶液。

6.14 铁含量的测定

6.14.1 分光光度法（仲裁法）

6.14.1.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中第 3 章。

6.14.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

6.14.1.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.14.1.4 试验步骤

6.14.1.4.1 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。

6.14.1.4.2 试验

称取约 5.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），加水 20 mL 溶解后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，以水定容，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。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试验溶液相同。

6.14.1.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_6 计，按公式（7）计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(7)$$

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 0.000 1 %。

6.14.2 目视比色法

6.14.2.1 原理

用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 为 2~9 时， Fe^{2+} 与 1,10-菲罗啉生成橙红色络合物，与标准比色溶液相比较。

6.14.2.2 试剂或材料

6.14.2.2.1 15%盐酸溶液。

6.14.2.2.2 抗坏血酸溶液：20 g/L。

6.14.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

6.14.2.2.4 邻菲罗啉溶液：2 g/L。

6.14.2.2.5 铁标准溶液：1 mL 含有铁（Fe）0.01 mg。

移取 1.0 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.14.2.3 试验步骤

称取试样 2.00g±0.01g，加水 15mL 溶解后，用 15%盐酸溶液调节溶液的 pH 至 2 左右，加 1mL 抗坏血酸溶液、5mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、1mL 邻菲罗啉溶液，稀释至 50 mL，摇匀，放置 15min。

试样溶液所呈红色浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：移取 0.6mL 铁标准溶液，稀释至与试样溶液相同体积，与同体积试样溶液同时同样处理。

6.15 砷含量的测定

6.15.1 原子荧光法（仲裁法）

6.15.1.1 原理

同 GB/T 23947.3-2023 中第 4 章。

6.15.1.2 试剂或材料

6.15.1.2.1 硝酸（优级纯）。

6.15.1.2.2 硝酸溶液：5+95，优级纯试剂配制。

6.15.1.2.3 硫脲溶液。

称取 20.0 g 硫脲溶于 200 mL 水中。

该溶液现用现配。

6.15.1.2.4 硼氢化钠-氢氧化钠溶液：优级纯试剂配制。

称取 2.5 g 氢氧化钠和 7.5 g 硼氢化钠置于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000 mL，混匀。贮存于棕色瓶中。

该溶液现用现配。

6.15.1.2.5 砷标准溶液：1 mL 溶液含砷（As）10 μ g。

按照 HG/T 3696.2 配制砷标准贮备液后准确逐级加适量硝酸酸化后，以水稀释至刻度，或选用有证系列国家标准物质的单标溶液（1000 μ g/mL）准确稀释。

6.15.1.2.6 砷标准使用溶液：1 mL 溶液含砷（As）0.1 μ g。

移取 1.0 mL 砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加 10.0 mL 硫脲溶液，以水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

6.15.1.3 仪器设备

原子荧光光谱仪：配备砷元素灯。

6.15.1.4 试验步骤

6.15.1.4.1 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（1+4）浸泡 24 h，再用水冲洗干净，晾干后备用。

6.15.1.4.2 工作曲线的绘制

分别移取 0mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00mL 砷标准使用溶液，置于 5 个 100 mL 容量瓶中，分别加 5mL 硝酸，20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

仪器稳定后，以硼氢化钠-氢氧化钠溶液为还原剂，以硝酸溶液为载流溶液，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（ μ g/L）为横坐标，绘制工作曲线。

注：使用者可根据使用原子荧光光谱仪仪器型号，选用适合的试验条件。

6.15.1.4.3 试验

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 2g，以水溶解后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸，20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

同时同样制备空白试验溶液。

以下按 6.15.1.4.2 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），由工作曲线查得试验溶液、空白试验溶液中砷的质量浓度的数值。

6.15.1.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_7 计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{(\rho - \rho_0) V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (8)$$

式中：

ρ ——由工作曲线查得的试验溶液中砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——由工作曲线查得的空白试验溶液中砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量的数值，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 20%。

6.15.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

称取 10.0 g \pm 0.01g 试样置于锥形瓶中，加水 30 mL 溶解，然后按 GB/T 610-2008 中的 4.2 的规定进行试验。

取下吸收管，添加三氯甲烷至 5mL，混匀。溶液所呈紫红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：移取 0.8 mL 砷标准溶液（2.5 mg/L），加水 40 mL，与试验溶液同时同样处理。

6.16 钡的测定

6.16.1 电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）法（仲裁法）

按照 6.18 规定的方法测定钡含量。

6.16.2 目视比浊法

6.16.2.1 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。当钡离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液浑浊，可用于钡离子的目视比浊法测定。

6.16.2.2 试剂和材料

6.16.2.2.1 95%乙醇。

6.16.2.2.2 抗坏血酸。

6.16.2.2.3 20%硫酸溶液。

6.16.2.2.4 钡标准溶液：1 mL 溶液含钡 0.01 mg。

移取 1.0mL 按 HG/T 3696.2 配制的钡标准贮备溶液，于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.16.2.3 试验步骤

称取试样 $1.00\text{g}\pm 0.01$ ，加 20mL 水溶解后，加 5mL95%乙醇、30mg 抗坏血酸、1mL20%硫酸溶液，置于 50mL 比色管中，以水稀释至刻度，摇匀，放置 10min。

溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液为移取 1.0mL 钡标准溶液，与试样同时同样处理。

6.17 重金属含量测定

6.17.1 原理

同 GB/T 23950-2024 中 6.1.1。

6.17.2 试剂或材料

同GB/T 23950-2024 中6.1.2。

6.17.3 试验步骤

6.17.3.1 试样溶液的制备

取试样 $2.50\text{g}\pm 0.01\text{g}$ ，加硫酸溶液（1+1）2 mL，缓缓加热至硫酸蒸汽（白烟）逸出、碘蒸汽（紫烟）逸尽，必要时，再加硫酸溶液（1+1）0.5mL，加热至残渣为白色不冒白烟为止。冷却，转移至 25mL 比色管中，稀释至 25mL。

移取 15mL 于 50mL 比色管中，加 1 滴酚酞指示液，再用氨水溶液调节 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，摇匀备用。

6.17.3.2 标准比色溶液的配制

移取 0.5mL 铅标准溶液（含铅 $5\mu\text{g}$ ），加入 50mL 的比色管中，加试样溶液 5mL，加 1 滴酚酞指示液，再用氨水溶液调节 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，摇匀。

6.17.3.3 测定

分别向试样溶液与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。

将以上比色管置于白色背景上，在自然光下，自上而下观察，试样溶液的颜色不得深于标准比色溶液所呈颜色。

6.18 钠、镁、钙、钡含量测定

6.18.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

6.18.2 试剂或材料

6.18.2.1 盐酸：优级纯。

6.18.2.2 钇标准溶液：1 mL 溶液含钇（Y）0.05mg。

移取 5.00 mL 采用经国家认证并授予标准物质证书的钇标准贮备溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 2.0mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

6.18.2.3 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）0.1mg。

按照 HG/T 3696.2 配制钠标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的单标溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.18.2.4 混合标准溶液：1 mL 溶液分别含镁（Mg）、钙（Ca）、钡（Ba）各 0.001 mg。

按照 HG/T 3696.2 配制标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.18.2.5 水：符合 GB/T 6682 中的二级水。

6.18.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.18.4 试验步骤

6.18.4.1 标准曲线绘制

钠（Na）标准曲线绘制：移取钠标准溶液 0mL、0.5mL、1.0mL、2.0mL、4.00mL、8.0 mL 于 25 mL 容量瓶中，向各个容量瓶中分别加入 0.50mL 钇标准溶液，加水稀释，加入盐酸 1mL，以水定容至刻度，摇匀。

镁（Mg）、钙（Ca）、钡（Ba）标准曲线绘制：移取混合标准溶液 0mL、1.0mL、2.0mL、5.0mL、10.0mL、15.0mL 于 25mL 容量瓶中，向各个容量瓶中分别加入 0.50mL 钇标准溶液，加水稀释，加入盐酸 1mL，以水定容至刻度，摇匀。

调整电感耦合等离子体发射光谱仪至最佳工作条件，进行测定，分析谱线波长参考表 2。分别以标准溶液中待测元素的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应待测元素的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

表 3

元素	推荐测定波长/nm	元素	推荐测定波长/nm
Na	589.592	Mg	280.271
Ca	396.834	Ba	455.403

6.18.4.2 测定

钠（Na）含量测定，准确称取试样 0.5g，精确至 0.000 2g，置于烧杯中以水溶解后全部转移至 25mL

容量瓶中，加 0.5mL 钇标准溶液，以水稀释至刻度。

钡（Ba）、镁（Mg）、钙（Ca）含量测定，准确称取试样 1.0g，精确至 0.000 2g，置于烧杯中以水溶解后全部转移至 25mL 容量瓶中，加 0.5mL 钇标准溶液，以水稀释至刻度。

同时同样制备空白试验溶液。

测定试验溶液及空白试验溶液中各待测元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量浓度。

6.18.4.3 试验数据处理

试验溶液中各待测元素含量以待测元素的质量分数 w_i 计，按公式（9）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 25 \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

k ——试验溶液的稀释倍数；

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算术平均值的 20%。

6.19 还原性物质

6.19.1 原理

碘化钾中还原性物质主要是起保护作用的硫代硫酸盐，碘与硫代硫酸钾快速定量反应，碘的颜色消失，以此可以判断碘化钾中的还原物质。

6.19.2 试剂或材料

6.19.2.1 硫酸溶液：20%。

6.19.2.2 淀粉指示液：10 g/L。

6.19.2.3 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = 0.001 \text{ mol/L}$ 。

按 HG/T 3696.1 配制碘标准滴定溶液后，以水准确稀释。

6.19.3 试验步骤

称取 0.95g 试样，溶于 10mL 无二氧化碳的水中，加 1mL 硫酸溶液、5mL 淀粉指示液，加 0.1mL 碘标准滴定溶液，摇匀，放置 30s。溶液所呈蓝色不完全消失，则产品符合本文件要求。

6.20 澄清度的测定

按 GB/T 1272-2007 中 5.5 进行测定，其浊度不得大于 3 号澄清度标准。

7 检验规则

7.1 本文件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要求。

a) 本文件第 5 章规定的所有指标项目为型式检验项目，正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本文件第 5 章规定的项目中，除水不溶物含量、氟含量、甲酸盐含量、镁含量、钙含量、铁含量、砷含量以外的其他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同一等级的产品为一批。高纯工业品碘化钾每批产品不超过 5 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 200 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或样品袋中，避光、密封。瓶或袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，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 高纯工业品碘化钾包装上要有牢固清晰的标志，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）、本文件编号及 GB/T 191—2025 中规定的“避免雨淋”“避免日晒”标志。

8.2 每批出厂的高纯工业品碘化钾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）、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 高纯工业品碘化钾内包装采用双层高强度聚乙烯袋；外包装采用纸箱或全纸桶。内包装袋严密封口；外包装、外桶密封牢固。每件净含量为 25 kg。用户对包装有特殊要求时，可供需双方协商确定。

9.2 高纯工业品碘化钾在运输过程中应有苫盖，轻装轻卸，防止包装破损，防止雨淋、受潮和暴晒。

9.3 高纯工业品碘化钾应贮存于阴凉、通风、干燥的库房内，不应与易燃、酸类物质混贮。
