

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

工业碘化钠

Sodium iodide for industrial use

(草案)

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： 。

本文件主要起草人：

工业碘化钠

警告：本文件中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。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

本文件规定了工业碘化钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件以及包装、运输、贮存。

本文件适用于工业碘化钠。

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 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

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方法和判定

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 23948-2023 无机化工产品 水不溶物测定通用方法

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：NaI

相对分子质量：149.89（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：无色结晶或白色结晶性粉末。

5.2 工业碘化钠按照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
含量（以干基计） $w/\%$	≥ 99.5	99.0
干燥减量 $w/\%$	≤ 0.5	1.0
pH 值	6.0~9.5	
硫酸盐（以 SO_4 计） $w/\%$	≤ 0.005	0.04
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.005	0.01
碘酸盐 $w/\%$	≤ 0.0004	0.001
氯化物（以 Cl 计）	≤ 0.01	0.5
氟（F） $w/\%$	≤ 0.0005	0.001
甲酸盐（以 HCOO 计） $w/\%$	≤ 0.05	0.2
钾（K） $w/\%$	—	
硫代硫酸钠 $w/\%$	≤ 0.002	0.005
钡盐	通过试验	
铁（Fe） $w/\%$	≤ 0.0003	0.0005
重金属（以 Pb 计） $w/\%$	≤ 0.001	

^a 由供需双方协商确定，钾的质量分数的数值与标称值的相对差值不大于 10 %。

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 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 碘化钠含量的测定

6.3.1 原理

在盐酸介质溶液中，与碘酸钾反应生成碘，碘与碘酸钾、盐酸反应生成氯化碘（ ICl ），通过三氯甲烷层颜色消失判断滴定终点。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 碘酸钾标准滴定溶液： $c(\text{KIO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.2 盐酸。

6.3.2.3 三氯甲烷。

6.3.3 试验步骤

准确称取试样 0.5 g （精确至 0.0002 g ），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 水溶解，加入 35 mL 盐酸，摇匀。加 5 mL 三氯甲烷，用碘酸钾标准滴定溶液滴定（近终点时剧烈摇振），直至三氯甲烷层无色后静止 5 min 不再呈现紫色为止，即为终点。

6.3.4 试验数据处理

碘化钠含量（以干基计）以碘化钠（ NaI ）质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{cVM \times 2}{m \times (100\% - w_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——碘酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（ mol/L ）；

V ——滴定试验溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

M ——碘化钠（ NaI ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（ g/mol ）（ $M=149.89$ ）；

m ——试样的质量，单位为克（ g ）；

w_2 ——按 6.4 测定得到的干燥减量。

6.4 干燥减量

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 0.0002 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 值

6.5.1 原理

将规定的指示电极和参比电极或复合电极浸入同一被测溶液中，构成一原电池，其电动势与溶液的 pH 有关，通过测定原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

6.5.2 试验步骤

称取试样 5.0g，加无二氧化碳的水 100 mL，用力振摇使溶解，将电极插入液面下，用经过校正的多参数测定仪进行 pH 值测定，1 分钟内 pH 值变化不超过 0.02 个单位，进行读数。两次平行测定结果相差不超过 0.1 个 pH 值单位。

6.6 硫酸盐含量的测定

6.6.1 原理

在酸性介质中，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 30% 乙醇溶液中（体积分数）。

6.6.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.01 mg。用移液管移取 1.0 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

优等品试验溶液：取试样 $1.00 \text{ g} \pm 0.02 \text{ g}$ 于 25 mL 比色管中，加水 15 mL 使溶解。一等品试验溶液：取试样 $0.20 \text{ g} \pm 0.02 \text{ g}$ 于 25 mL 比色管中，加水 15 mL 使溶解。用 0.5 mL 盐酸溶液酸化试验溶液。将 0.25

mL硫酸钾乙醇溶液与1mL氯化钡溶液混合(晶种液),放置1分钟后,加入上述已酸化的试验溶液中,并稀释至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:优等品移取5.0 mL硫酸盐标准溶液、一等品移取8.0 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 水不溶物含量的测定

6.7.1 原理

同GB/T 23948—2023 第4章。

6.7.2 试剂或材料

同GB/T 23948—2023第5章。

6.7.3 仪器设备

同GB/T 23948—2023第6章。

6.7.4 试验步骤

6.7.4.1 玻璃砂坩埚的前处理

同GB/T 23948—2023第7.2.1章。

6.7.4.2 试验

称取试样50.0g,精确至0.001 g,溶于200 mL沸水中,冷却至室温后,按照GB/T 23948—2023 中7.2.2规定试验。

6.7.5 试验数据处理

水不溶物以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥后水不溶物和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——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)。

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0.001%。

6.8 碘酸盐含量的测定

6.8.1 原理

在酸性介质中,碘离子与碘酸根离子反应生成碘单质,碘和淀粉生成蓝色配合物,在一定浓度范围,颜色的深浅与碘的浓度成正比。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.5\text{mol/L}$ 。

6.8.2.2 碘酸盐标准溶液：1mL 溶液含碘酸盐（以 IO_3 计）0.001mg。移取 10.0mL 按 HG/T3696.2 配制的碘酸盐标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取该溶液 1.0mL，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.3 淀粉指示液：10g/L。

6.8.2.4 无二氧化碳的水。

6.8.3 试验步骤

准确称取试样 $1.10\text{g} \pm 0.01\text{g}$ ，置于 10 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水溶解并稀释至刻度，摇匀，转移至比色管；加入 1mL 淀粉指示液，加 0.25mL 硫酸溶液，混匀。其溶液的颜色不应深于标准比色液。

标准比色溶液的配制：准确称取试样 0.1g(精确至 0.01g)，置于 10mL 容量瓶中，优等品移取 4.0mL 碘酸盐标准溶液，一等品移取 10.0mL 碘酸盐标准溶液，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀，转移至比色管；加入 1mL 淀粉指示液，加 0.25mL 硫酸溶液，混匀。

6.9 氯化物含量的测定

6.9.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子形成难溶的氯化银。当氯离子浓度较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液浑浊，可用于溶液的目视比浊法测定。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 30%过氧化氢。

6.9.2.2 硝酸溶液：1+4。

6.9.2.3 硝酸银溶液：17g/L。

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

6.9.3 试验步骤

6.9.3.1 试样溶液的制备

称取试样 1.0 g 于 250 mL 锥形瓶中，加水 100mL 使溶解，加 30% 过氧化氢 4 mL，磷酸 1mL，煮沸至溶液无色，放冷，向溶液中加入 30% 过氧化氢溶液 0.5mL，煮沸，放冷，转入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，备用。

6.9.3.2 测定

优等品试验溶液：移取上述试验溶液 20 mL 于 50 mL 比色管中，加硝酸溶液 1mL，加水至 40mL，摇匀。

优等品标准比浊溶液：移取氯化物标准溶液2.0mL于另一比色管中，加水至25mL，加硝酸溶液1mL，加水使成约40 mL，摇匀。

一等品试验溶液：移取上述试验溶液1mL于50 mL比色管中，加硝酸溶液1 mL，加水至40 mL，摇匀。

一等品标准比浊溶液：移取氯化物标准溶液5.0 mL于另一比色管中，加水至25 mL，加硝酸溶液1 mL，加水使成约40 mL，摇匀。

向上述溶液中，分别加入硝酸银溶液1mL，用水稀释成50 mL，摇匀，放置10 min，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察、试验溶液所呈浊度不应大于对应的标准比浊溶液。。

6.10 氟含量的测定

6.10.1 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。

6.10.2 试剂或材料

同GB/T 21057—2007中第4章。

6.10.3 仪器设备

同GB/T 21057—2007中第5章。

6.10.4 试验步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

按表 2 分别移取氟标准溶液置于 7 个 50 mL 容量瓶中，各加入 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 10 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	对应的氟离子质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）
1mL 氟标准溶液III	0.20
2.5mL 氟标准溶液III	0.50
5mL 氟标准溶液III	1.00
1mL 氟标准溶液II	2.00
2mL 氟标准溶液II	4.00
4mL 氟标准溶液II	8.00
5mL 氟标准溶液II	10.00

6.10.4.2 测定

称取试样 5.0g (精确至 0.0002g), 加 20 mL 水溶解后按 7.9.4.1 从“加入 2 滴溴甲酚绿指示液,”开始进行操作, 测量其电位值; 同时制备空白试验溶液, 测量其电位值。分别从工作曲线上查出相对应的氟离子质量浓度的对数, 查反对数得到氟的质量浓度。

6.10.5 试验数据处理

氟含量以氟 (F) 的质量分数 w_4 计, 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (4)$$

式中:

ρ_1 ——测定试验溶液中氟离子质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——测定空白溶液中氟离子质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

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偏差值不大于 20 %。

6.11 氯、氟、硫酸根、甲酸根含量的测定

6.11.1 原理

试样制备成试样溶液后, 进入以离子交换树脂为固定相的离子交换色谱柱, 用适当的淋洗液洗脱, 离子交换树脂上的活性交换基团与试液中的离子及流动相中的淋洗液离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动, 试液中的阴离子与树脂上的交换基团不断地发生交换-洗脱-再交换-再洗脱, 被测阴离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离, 最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。在一定的浓度范围内组分的峰面积(或峰高)正比于组分的浓度, 记录仪(如积分仪)收集此信号给出组分的定量结果。

6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 氯化物标准储备溶液: 1 mL 溶液含氯 (Cl) 1.0 mg。

6.11.2.2 硫酸根标准储备溶液: 1 mL 溶液含硫酸根 (SO_4) 1.0 mg。

6.11.2.3 氟离子标准储备溶液: 1 mL 溶液含氟 (F) 0.1 mg。移取 10.0mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟标准溶液至 100ml 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

6.11.2.4 甲酸根标准储备溶液: 1 mL 溶液含甲酸根 (HCOO) 1 mg。称量 0.151g 甲酸钠, 溶于水, 全部转移至 100ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

6.11.2.5 阴离子混合标准溶液: 1mL 溶液含氯 (Cl)、硫酸根 (SO_4)、甲酸根 (HCOO) 各 0.01mg、含氟 (F) 0.001mg。用移液管移取氯化物标准储备溶液、硫酸根标准储备溶液、氟离子标准储备溶液、甲酸根标准储备溶液各 1mL, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

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

6.11.3 仪器设备

6.11.3.1 离子色谱仪:

- 离子色谱仪精密度：RSD<5 %；
- 色谱柱：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：阴离子抑制器或者电化学自再生阴离子膜抑制器。

6.11.4 试验步骤

6.11.4.1 工作曲线溶液的配制

阴离子混合标准溶液作为工作曲线最高浓度溶液；用移液管移取阴离子混合标准溶液1 mL、2.5 mL、5 mL、10 mL、25 mL分别置于50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。对应氯离子、硫酸根、甲酸根浓度为10μg/mL、5μg/mL、2μg/mL、1μg/mL、0.5μg/mL、0.2μg/mL，氟离子浓度为1μg/mL、0.5μg/mL、0.2μg/mL、0.1μg/mL、0.05μg/mL、0.02μg/mL。

6.11.4.2 试验溶液配制

氯离子检测：称取适当试样（优等品：1.0g，一等品：0.10g），精确至0.0002g，置于100 mL容量瓶中，用水溶解，稀释至刻度，摇匀。

硫酸根检测：称取1.0g试样，精确至0.0002g，置于100 mL容量瓶中，用水溶解，稀释至刻度，摇匀。

氟离子、甲酸根检测：称取0.40g试样，精确至0.0002g，置于100 mL容量瓶中，用水溶解，稀释至刻度，摇匀。

6.11.4.3 测定

将离子色谱仪调整至最佳工作状态，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。

6.11.5 试验数据处理

各阴离子的质量分数以 w_5 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{cV}{m \times 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (5)$$

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（μg/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）。

6.12 钾的测定

6.12.1 原理

四苯硼钠溶液加入微酸性溶液中会生成稳定的四苯硼钾沉淀，当钾离子浓度较低时，在一定时间内四苯硼钾呈悬浮体，使溶液浑浊，可用于溶液的目视比浊法测定。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 乙酸溶液：取冰乙酸 6mL，加水稀释至 100mL，摇匀。

6.12.2.2 四苯硼钠溶液：33.33g/L。称取 33.33g 四苯硼钠溶于 960mL 水中，加 400g/L 氢氧化钠溶液 4mL 和 100g/L 氯化镁（ $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ）溶液 20mL，搅拌 15min，放置 24h 后用滤纸过滤，溶液贮存在棕色瓶或聚乙烯瓶中，在一个月內如发现浑浊，使用前应过滤。

6.12.2.3 氯化钾溶液：9.5 mg/L。

称取氯化钾 9.5 mg 于 1000 mL 量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀。

6.12.3 试验步骤

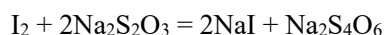
准确称取试样 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ ，置 100 mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，取 4mL，加乙酸溶液 1mL，混匀，加四苯硼钠溶液 5mL，立即振摇并放置 10min，与标准比浊溶液比较，不得更浓。

标准比浊溶液的配制：移取氯化钾溶液适量，加乙酸溶液 1mL，混匀，加四苯硼钠溶液 5mL，立即振摇并放置 10min。

6.13 硫代硫酸钠的测定

6.13.1 原理

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



6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 硫酸溶液：20%。

6.13.2.2 淀粉指示液：10g/L。

6.13.2.3 碘标准滴定溶液： $c(1/2I_2) = 0.001 \text{ mol/L}$ 。移取 $c(1/2I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 碘标准滴定溶液 10.0mL 加入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，再取此溶液 10.0 mL 加入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

6.13.3 试验步骤

6.13.3.1 显色法

称取 $0.80 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，溶于 10 mL 无二氧化碳的水中，加 1mL 硫酸溶液、5mL 淀粉指示液，优等品加 0.1mL 碘标准滴定溶液，一等品加 0.25mL 碘标准滴定溶液摇匀，放置 30s。溶液所呈蓝色不得完全消失。

6.13.3.2 滴定法

称取试样约 20 g（精确至 0.002 g），溶于 100 mL 无二氧化碳的水中，加 1mL 硫酸溶液、加淀粉指示液 5 mL，用碘标准滴定溶液滴定至溶液显浅黄色。

硫代硫酸钠含量以硫代硫酸钠（ $Na_2S_2O_3$ ）的质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{cVM}{m \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (6)$$

式中：

c ——碘标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

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

M ——硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=158.11$ ）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

6.14 钡盐含量的测定

6.14.1 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。

6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。

6.14.2.2 无二氧化碳的水。

6.14.3 试验步骤

称取试样 $0.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ ，用 10 mL 无二氧化碳的水的水溶解，加2滴硫酸溶液， 1 min 内溶液不应浑浊。

6.15 铁含量的测定

6.15.1 分光光度法（仲裁法）

6.15.1.1 原理

同GB/T 3049—2006中第3章。

6.15.1.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006中第4章。

6.15.1.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.15.1.4 试验步骤

6.15.1.4.1 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 $10 \mu\text{g} \sim 100 \mu\text{g}$ 的标准系列溶液，绘制工作曲线。

6.15.1.4.2 测定

取试样10 g，加水50 mL溶解后，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。

6.15.1.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_7 计，按公式(7)计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(7)$$

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0.00005%。

6.15.2 目视比色法

6.15.2.1 原理

用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在pH值为2~9时， Fe^{2+} 与1,10-菲罗啉生成橙红色络合物。

6.15.2.2 试剂或材料

6.15.2.2.1 盐酸溶液：15%。

6.15.2.2.2 抗坏血酸溶液：20 g/L。

6.15.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

6.15.2.2.4 邻菲罗啉溶液：2g/L。

6.15.2.2.5 铁标准溶液，每升含有0.100g的铁(Fe)。称取硫酸铁铵

$[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 0.863g，置于1000mL容量瓶中，加水溶解后，加硫酸2.5mL，用水稀释至刻度，摇匀，作为储备液。

6.15.2.2.6 铁标准溶液，每升含有0.010g的铁(Fe)。精密移取储备液10.0mL，置于100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

6.15.2.3 试验步骤

取试样 $2.00 g \pm 0.01 g$ ，加水15 mL溶解后，用盐酸溶液调节溶液的pH值至2后，加1 mL抗坏血酸溶液、5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液、1mL邻菲罗啉溶液，稀释至25mL，摇匀，放置15 min。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：优等品移取0.6 mL铁标准溶液、一等品移取1.0 mL铁标准溶液，分别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。

6.16 重金属

6.16.1 原理

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

6.16.2 试剂或材料

6.16.2.1 盐酸。

6.16.2.2 硫酸溶液：1+1。

6.16.2.3 氨水溶液：1+14。

6.16.2.4 乙酸盐缓冲溶液（ $\text{pH}\approx 3.5$ ）。配制：称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，加 45 mL 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 100 mL。

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

6.16.2.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.10 mg。配制：用移液管移取 10.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。置于冰箱内保存。有效期一个月。

6.16.2.7 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg。配制：移取 1.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 10.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。本溶液仅供当日使用。配制与储存用的玻璃容器均不得含铅。

6.16.2.8 酚酞指示液：10 g/L 的乙醇溶液。

6.16.3 试验步骤

6.16.3.1 试样溶液的制备

取试样 $2.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ ，加硫酸溶液 2 mL，缓缓加热（用电陶炉缓慢升温）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 0.5 mL，加热至残渣为白色不冒白烟为止。放冷，转移至 25 mL 比色管中，稀释至 25 mL，作为试样溶液。

移取 15 mL 于 25 mL 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。

6.16.3.2 测定

标准比色溶液的配制：移取 1.00 mL 铅标准溶液，加入 25 mL 的比色管中，加试样溶液 5 mL，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。

分别向试样溶液与标准比色溶液的比色管中加水至 25 mL 刻度，各加入 2 滴硫化钠溶液，摇匀，放置 10 min。

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标准比色溶液所呈颜色。

7 检验规则

7.1 第 6 章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同一等级工业碘酸钾为一批，每批产品不得大于 5t。

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插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 200 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶（或塑料袋）中，密封，瓶（袋）上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，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 应采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法对检验结果进行判定。所有检验结果符合本文件要求，则该批产品合格。

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

8 标志和随行文件

8.1 工业碘化钠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 191—2025 表 5 中“避免日晒”、“避免雨淋”和“向上”标志。

8.2 每批出厂的工业碘化钠均应附有质量证明书，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。也可按照供需双方协商确定。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业碘化钠采用双层包装，内层用聚乙烯包装袋包装，袋口扎紧；外侧采用全纸桶。25kg/桶或根据客户特殊要求进行包装。

9.2 工业碘化钠在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和暴晒，严禁与强氧化性物质混运。

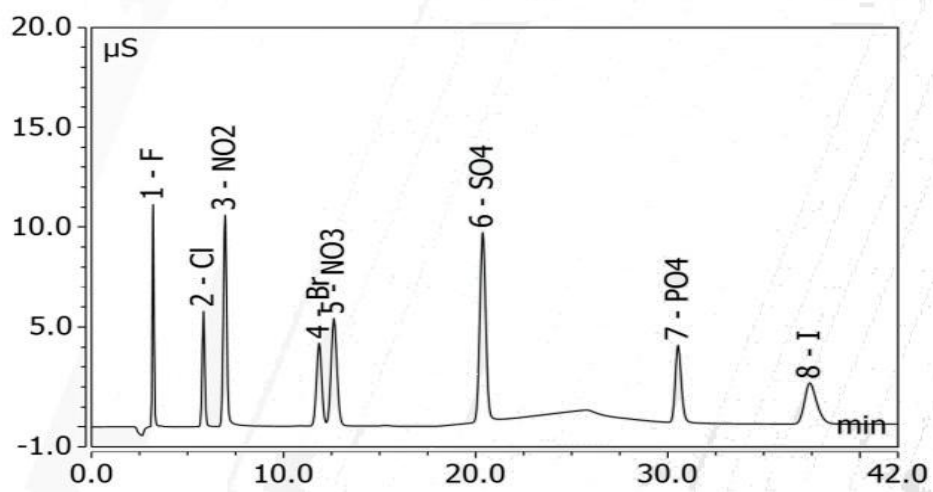
9.3 工业碘化钠应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与强氧化性物质混贮。

附录 A
(资料性)
离子色谱仪操作条件和色谱图示例

A.1 推荐的离子色谱仪操作条件 1 见表 A.1，对应的色谱图见图 A.1。

表A.1

项目	操作条件					
仪器	赛默飞离子色谱仪，型号：AQUION RFIC					
色谱柱	IonPac AS11-HC，4mm×250mm					
保护柱	IonPac AG11-HC，4mm×50mm					
淋洗液罐	Dionex EGC III KOH					
淋洗液	氢氧化钾，梯度洗脱					
淋洗液流速	1.0mL/min					
捕获柱	CR-ATC 500					
柱温	30°C					
抑制器	ASRS 300 4mm					
抑制器电流	75mA					
进样体积	10μL					
运行时间	65min					
梯度时间 (min)	0	6	30	55	55.10	65
KOH 浓度 (mM)	2	2	30	30	2	2



图A.1 离子色谱图（条件1示例）