

ICS 71.060.30

CCS G 11

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

工业氢碘酸

Hydroiodic acid for industrial use

(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等。

本文件主要起草人： 。

工业氢碘酸

警告：按照GB 12268—2012第8章的规定，本产品属于第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

本文件规定了工业氢碘酸的要求、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。

本文件适用于工业氢碘酸。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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 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

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：HI

相对分子质量：127.91（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

工业氢碘酸分为 I 型和 II 型。

注：I 型产品为未加稳定剂氢碘酸产品；II 型产品为加稳定剂氢碘酸产品。

6 要求

6.1 外观：I 型产品为淡黄色至浅棕色液体。II 型产品为无色至淡黄色液体。

6.2 工业氢碘酸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			
		I 型		II 型	
		优等品	一等品	优等品	一等品
氢碘酸含量（以 HI 计）w/%	≥	57.5	57.0	57.5	57.0
游离碘（I）w/%	≤	0.08	0.3	0.08	0.3
氯及溴（以 Cl 计）w/%	≤	0.001	0.005	0.001	0.005
硫酸盐（以 SO ₄ 计）w/%	≤	0.0005	0.002	0.0005	0.002
总磷（以 PO ₄ 计）w/%	≤	0.0005	0.003	—	—
铁（Fe）w/%	≤	0.0001			
砷（As）w/%	≤	0.0001			
重金属（以 Pb 计）w/%	≤	0.0002			
蒸发残渣 w/%	≤	0.01		—	
灼烧残渣 w/%	≤	0.01		—	

7 试验方法

7.1 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，在没有注明其他要求时，均按照HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下用目视法进行判定。

7.3 氢碘酸含量的测定

7.3.1 原理

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，根据标准滴定溶液的消耗量计算游离碘含量。以甲基橙为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定，根据标准溶液的消耗量计算氢碘酸的质量分数。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}]$ ；用按 HG/T 3696.1 配制的硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 准确稀释 10 倍，混匀。现用现配。

7.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 1.0 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.3 甲基橙指示液：1 g/L。

7.3.2.4 淀粉指示液：10 g/L。

7.3.3 试验步骤

称取试样约 7.0 g，精确至 0.0002 g，置于已装有 20 mL 水的 150 mL 磨口锥形瓶中，加水 40 mL 后密封，用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定，浅黄色时加入淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失为终点，记录滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积。继续滴加 0.2 mL 硫代硫酸钠标准溶液、加 2 滴甲基橙指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈黄色即为终点。

7.3.4 试验数据处理

氢碘酸含量以氢碘酸（HI）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{V_1 c_1 M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氢碘酸（HI）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=127.91$ ）；

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 0.3 %。

游离碘含量以碘（I）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{V_2 c_2 M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_2 ——滴定时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_2 ——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（I）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=126.90$ ）；

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 0.02 %。

7.4 氯及溴含量的测定

7.4.1 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。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 30 %过氧化氢。

7.4.2.2 磷酸。

7.4.2.3 硝酸溶液：25 %。

7.4.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

7.4.2.5 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。用移液管移取 1.0mL 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。

7.4.3 试验步骤

7.4.3.1 试样溶液：称取试样 $10.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ ，用水稀释至约 100 mL，加 10 mL 30%过氧化氢、1 mL 磷酸煮沸至无色，冷却，用水冲洗烧杯壁，再加入 0.5 mL 30 %过氧化氢，加热至过氧化氢分解完全，且溶液体积约为 60 mL 时停止加热并冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.3.2 对照溶液配制：优等品对照溶液移取 10.0 mL 氯化物标准溶液、一等品对照溶液移取 50.0 mL 氯化物标准溶液，按照 7.4.3.1 的“用水稀释至约 100 mL……”进行操作，操作至于 100 mL 容量瓶中定容。

比浊：移取试样溶液和对照溶液各取 20.0 mL 于 50 mL 比色管中，加入 1mL 硝酸溶液酸化，再加 1mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。将试样溶液比色管和对照溶液比色管同置于黑色背景上，在自然光下，自上而下观察，其浊度不得深于对照溶液。

7.5 硫酸盐含量的测定

7.5.1 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对溶液以目视比浊法测定。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液：1+2。

7.5.2.2 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 %）。

7.5.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

7.5.2.4 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。

7.5.3 试验步骤

取本品 5.0 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 2.5 mL 硫酸盐标准溶液、一等品移取 10 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。

7.6 总磷含量测定

7.6.1 原理

在硝酸介质中，磷酸根与钼酸铵生成磷钼黄，用乙酸丁酯萃取，根据有机相的颜色判断其含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 无水乙醇。

7.6.2.2 乙酸丁酯。

7.6.2.3 盐酸溶液：5 %。

7.6.2.4 硝酸溶液：13 %。

7.6.2.5 钼酸铵溶液：100 g/L。

7.6.2.6 氯化亚锡-抗坏血酸溶液。称取 0.5 g 氯化亚锡，置于干燥的烧杯中，加 8 mL 盐酸溶解，用水稀释至 50 mL，加 0.7 g 抗坏血酸，摇匀。使用前配制。

7.6.2.7 饱和 2,4 - 二硝基酚指示液。

7.6.2.8 磷酸盐标准溶液：1 mL 溶液含磷酸盐 (PO_4) 0.01 mg。移取 1.00 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐 (PO_4) 标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 分液漏斗：梨型，标称容量为 50 mL。

7.6.3.2 分光光度计。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 试验溶液的制备

称取试样 $1.00\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ ，置于蒸发皿中，水浴蒸干后冷却，缓慢滴加 10 mL 30%过氧化氢、再次水浴蒸干，冷却，用水冲洗并溶解蒸发皿中残渣，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.4.2 目视比色法

移取 20.0 mL 试验溶液，置于分液漏斗中，加 5 mL 水及2滴饱和2,4 - 二硝基酚指示液，滴加硝酸溶液至黄色刚刚消失，用水稀释至 10 mL 。在溶液中加入 10 mL 硝酸溶液[此时溶液酸度 $c(\text{H})$ 为 $1.0\text{ mol/L}\sim 1.2\text{ mol/L}$]，加 2 mL 钼酸铵溶液，放置 20 min 。准确加入 10 mL 乙酸丁酯，振摇 30 s ，静置分层。弃去水相，有机相用盐酸溶液洗涤2次，每次 5 mL ，弃去水相。在有机相中加入 0.5 mL 氯化亚锡-抗坏血酸溶液，轻轻摇动，静置分层。弃去水相后加 1 mL 无水乙醇，摇匀。试验溶液的有机相所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：优等品移取 0.30 mL 硫酸盐标准溶液、一等品移取 2.00 mL 磷酸盐标准溶液，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。

7.6.4.3 分光光度法（仲裁法）

7.6.4.3.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL 、 0.10 mL 、 0.50 mL 、 1.00 mL 、 2.00 mL 磷酸盐标准溶液，分别置于5个分液漏斗中，加水至约 20 mL ，然后分别按照7.6.4.2中“加 5 mL 水及2滴饱和2,4 - 二硝基酚指示液……”开始操作，直至“……弃去水相后加 1 mL 无水乙醇，摇匀”结束。有机相用分光光度计于 720 nm 波长出，用 1 cm 吸收池，以试剂空白为参比，分别测定吸光度。以各工作曲线溶液中磷酸盐的质量（ mg ）为横坐标，对应吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.6.4.3.2 测定

按照7.6.4.2进行操作制备试验溶液的有机相，同时制备试样的试剂空白溶液有机相。以试样的试剂空白溶液有机相为参比，测定试验溶液的有机相的吸光度，在工作曲线上查得对应的磷酸盐的质量（ mg ）。

7.6.4.3.3 试验数据处理

总磷含量以磷酸盐（ PO_4 ）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——由工作曲线上查得试验溶液中磷酸盐质量的数值，单位为毫克（ mg ）；

m_0 ——由工作曲线上查得空白试验溶液中磷酸盐质量的数值，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 0.0002% ，一等品不大于 0.0005% 。

7.7 铁含量的测定

7.7.1 原理

同GB/T 3049—2006中第3章。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 硫酸溶液：1+1.

7.7.2.2 其他试剂或材料同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

7.7.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为4 cm或5 cm的比色皿。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 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 100mL 容量瓶中 Iron 含量为 10 μg~100 μg 的标准系列溶液，绘制工作曲线。

7.7.4.2 试验

称取20g样品（其中铁含量在60mL中不超过500 μg），注入蒸发皿中，加0.8mL硫酸溶液，在水浴上蒸发至干，加少量水冲洗蒸发皿壁，在水浴上蒸发至干，另取同样体积的试剂空白溶液，用水稀释至约60mL，

称取约20.0 g样品，精确至0.001 g，置于蒸发皿中，加0.8mL硫酸溶液，在水浴上蒸发至干，加少量水冲洗蒸发皿壁，在水浴上蒸发至干，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。

7.7.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

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优等品不大于 0.00004 %，一等品和合格品不大于 0.0001 %。

7.8 砷含量的测定

7.8.1 原子荧光法（仲裁法）

7.8.1.1 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。

7.8.1.2 试剂或材料

7.8.1.2.1 盐酸（优级纯）。

7.8.1.2.2 硝酸（优级纯）。

7.8.1.2.3 盐酸溶液：1+19。

7.8.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

7.8.1.2.5 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。

7.8.1.2.6 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。

7.8.1.2.7 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。

7.8.1.2.8 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。

7.8.1.3 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。

7.8.1.4 试验步骤

7.8.1.4.1 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。

7.8.1.4.2 工作曲线的绘制

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 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 。

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（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，绘制工作曲线或计算回归方程。

注：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。

7.8.1.4.3 试验

称取约2 g样品，精确至0.0002 g，置于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中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7.8.1.4.2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。

7.8.1.5 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（ $\mu\text{g/L}$ ）；

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%。

7.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

7.8.2.1 原理

同 GB/T 23947.1—2009 第2章。

7.8.2.2 试剂或材料

同 GB/T 23947.1—2009 第3章。

7.8.2.3 仪器设备

同 GB/T 23947.1—2009 第4章。

7.8.2.4 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。

7.8.2.5 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%。

7.9 重金属

7.9.1 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。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸。

7.9.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.9.2.3 氨水溶液：1+14。

7.9.2.4 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。

7.9.2.5 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。

7.9.2.6 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。

7.9.2.7 酚酞指示液：10 g/L 的乙醇溶液。

7.9.3 试验步骤

称取 $10.0\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样，注入蒸发皿中，在水浴上蒸干，加 1 mL 盐酸及 5 mL 水，加热 2 min，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。

标准比色溶液的配制：移取 2.0 mL 铅标准溶液，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标准比色溶液所呈颜色。

7.10 蒸发残渣

7.10.1 仪器设备

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

7.10.2 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。

7.10.3 试验数据处理

蒸发残渣以质量分数 w_6 计，按公式（7）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

7.11 灼烧残渣的测定

7.11.1 原理

样品经加热挥发后，在高温下灼烧至质量恒定。

7.11.2 试剂或材料

硫酸。

7.11.3 仪器设备

高温炉：温度能控制在 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.11.4 试验步骤

称取约 20 g 样品，精确至 0.01 g。置于已于 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至恒量的蒸发皿中，加入 0.25 mL 硫酸，在沸水浴或电炉上加热（勿使溶液沸腾），直至样品完全挥发，在电炉上继续加热至硫酸雾逸尽。于 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

7.11.5 试验数据处理

灼烧残渣含量的质量分数 w_7 计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——灼烧至质量恒定的残渣和石英皿的的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——灼烧至质量恒定的石英皿的的质量的数值，单位为克（g）；

m ——样品的的质量的数值，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 0.002 %。

8 检验规则

8.1 第 6 章规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 检验时，应选用材料相同，生产条件基本相同、连续生产或同一班组生产的同一类型的工业氢碘酸为一批，每批产品不超过 3 t。

8.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数，按照 GB/T 6680 的规定进行采样。槽车从上口取样，采样时将采样器垂直插入槽车 2/3 处进行采样，采样总量不少于 800 mL。将所采的样品混匀后分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的棕色玻璃瓶中或外套黑色袋子的塑料瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、类型、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，保存时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 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 6 章规定的指标要求。

8.5 当检验结果存在不符合第 6 章规定的指标要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果有一项指标不符合，则整批产品为不合格。

9 标志、标签和随行文件

9.1 工业氢碘酸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、类型、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“向上”“怕晒”标志。储罐、专用槽车上应有 GB 190—2009 第 3 章中规定的“腐蚀性物质”标签及危险化学品管理相关要求的标志、标签。

9.2 每批出厂的工业氢碘酸均应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业氢碘酸产品应装在耐酸性物质腐蚀的包装容器、储罐或专用槽车中，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 II 类包装性能试验。

10.2 工业氢碘酸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。运输过程中应防止曝晒和猛烈撞击。严禁与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同车混运。

10.3 工业氢碘酸的贮存应符合 GB 15603 的规定。严禁与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同贮。

11 保存期

在符合规定的条件下包装和贮存，I 型产品的保质期为 6 个月；II 型产品的保质期为 1 年，逾期需复检，复检合格后仍可使用。
