

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

工业碘化钾

Potassium iodide for industrial use

征求意见稿

—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

## 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：。

本文件为首次发布。

# 工业碘化钾

## 1 范围

本文件规定了工业碘化钾的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业碘化钾。

注：该产品主要用于半导体行业，金属加工行业等，也用作催化剂和制备其他碘化物和染料的原料等。

## 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—2008 包装储运图示标志

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

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：白色晶体。

5.2 工业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		
		优等品	一等品	合格品
碘化钾（KI，以干基计）w/%	≥	99.0	97.5	85.0
pH（50 g/L 水溶液）		6.0~9.0		
干燥减量 w/%	≤	1.0	2.0	5.0
氯、溴和量（以 Cl 计）w/%	≤	0.5	1.0	--
碘酸盐和碘		合格		--
硫酸盐（以 SO <sub>4</sub> 计）w/%	≤	0.05	0.2	---
钙（Ca）/（mg/kg）	≤	20	30	50
铁（Fe）/（mg/kg）	≤	5	10	15
汞（Hg）/（mg/kg）	≤	0.5		
砷（As）/（mg/kg）	≤	5.0		
镉（Cd）/（mg/kg）	≤	1.0		
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	1.0		
铬（Cr）/（mg/kg）	≤	1.0		

## 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、制剂和制品，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

用水溶解试样，在酸性条件下，用碘酸钾标准溶液滴定，碘化钾被氧化为碘单质，继续用碘酸钾标准滴定溶液进行滴定，通过三氯甲烷层中碘的颜色消失判断终点。

#### 6.3.2 试剂或材料

##### 6.3.2.1 盐酸。

##### 6.3.2.2 三氯甲烷。

6.3.2.3 碘酸钾标准滴定溶液： $c(1/6\text{KIO}_3) \approx 0.3 \text{ mol/L}$ 。

### 6.3.3 试验步骤

称取约0.5 g经6.5干燥后的试样（精确至0.000 2 g），置于250 mL锥形瓶中，用10 mL水溶解，加35 mL盐酸，用碘酸钾标准滴定溶液滴定，当溶液颜色由深棕变为浅棕色，加入5 mL三氯甲烷，继续滴定，同时强烈震荡，直至三氯甲烷层颜色变为无色，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：

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

式中：

$V$ ——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)；

$c$ ——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)；

$M$ ——碘化钾（1/3KI）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=55.33$ )；

$m$ ——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 0.3 %。

## 6.4 pH 的测定

### 6.4.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

### 6.4.2 仪器设备

酸度计：精度为0.02 pH单位，配有复合电极（或玻璃电极和饱和甘汞电极）。

### 6.4.3 试验步骤

称取 5.00 g±0.01 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，用酸度计进行测定。

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。

## 6.5 干燥减量的测定

### 6.5.1 仪器设备

电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

### 6.5.2 试验步骤

用预先在 105 °C±2 °C下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 3 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于电热恒温干燥箱中，打开盖，在 105 °C±2 °C下干燥至质量恒定。

### 6.5.3 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：

$m_1$ ——干燥前称量瓶和试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——干燥后称量瓶和试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——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 0.1 %。

## 6.6 氯、溴和量的测定

### 6.6.1 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，通过与标准比浊溶液比较，确定样品中的氯和溴的和量。

### 6.6.2 试剂或材料

#### 6.6.2.1 磷酸。

#### 6.6.2.2 30%过氧化氢。

#### 6.6.2.3 硝酸溶液：1+3。

#### 6.6.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

#### 6.6.2.5 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.5 mg。

用移液管移取 50.00 mL 按 HG/T3696.2 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。现用现配。

### 6.6.3 试验步骤

称取 1.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），溶于 100 mL 水中，加 1 mL 30 % 过氧化氢、1 mL 磷酸，煮沸至溶液无色，冷却，加 0.5 mL 30 % 过氧化氢，加热至过氧化氢分解完全，冷却，稀释至 100 mL。取 10 mL，稀释至 20 mL 后，用 1 mL 硝酸溶液酸化，加 1 mL 硝酸银溶液，稀释至 25 mL，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（优等品）或 2.00 mL 氯化物标准溶液（一等品），置于 20 mL 比色管中，与样品同时同样处理。

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，自上向下观察。

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

## 6.7 碘酸盐和碘的测定

### 6.7.1 试剂或材料

#### 6.7.1.1 硫酸溶液：1+5。

6.7.1.2 淀粉指示液：5 g/L。

6.7.2 试验步骤

称取0.50 g±0.01 g试样，溶于10 mL已冷却的沸水中，加2滴硫酸溶液与0.2 mL淀粉指示液，避光放置，2 min内不显蓝色即为合格。

6.8 硫酸盐、钙、铁、汞、砷、镉、铅、铬含量测定

6.8.1 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。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 硝酸溶液：1+1，使用优级纯硝酸配制。

6.8.2.2 混合标准溶液 I：1 mL 溶液分别含硫（S）、钙（Ca）、铁（Fe）0.01 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 µg/mL）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.8.2.3 混合标准溶液 II：1 mL 溶液分别含汞（Hg）、砷（As）、镉（Cd）、铅（Pb）、铬（Cr）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 µg/mL）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1 标准曲线绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液 I、混合标准溶液 II 分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 硝酸溶液后以水定容至刻度，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 2

元素	推荐测定波长（nm）	元素	推荐测定波长（nm）
S	180.731	Cr	267.716
Ca	317.933	Fe	238.204
Hg	194.164	As	188.980
Pb	220.353	Cd	214.439

6.8.4.2 测定

称取约 1.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入适量水溶解，再加入 8 mL 硝酸溶液，置于电热板上低温加热至紫色烟冒尽且溶液为无色（剩余体积约为 15 mL），冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

测定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。

#### 6.8.4.3 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（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0)f_i \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$\rho_i$ ——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）；

$\rho_0$ ——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）；

$f_i$ ——待测元素换算系数，硫酸盐（以  $\text{SO}_4$  计）含量计算中  $f_{\text{SO}_4}=2.9961$ ，其他待测元素换算系数为 1；

$k$ ——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 %。

### 7 检验规则

7.1 本文件要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，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。工业碘化钾每批产品不超过 1 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塑料袋中，避光、密封。瓶或袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、级别、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 工业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、级别、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”“怕晒”标志。



8.2 每批出厂的工业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、级别、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 工业碘化钾内包装采用双层高强度聚乙烯袋；外包装采用纸箱或纸板桶。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，可供需协商确定。

9.2 工业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、受潮和曝晒。

9.3 工业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。

---