

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41818—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4500—2013

---

### 工业五氟化碘

Iodine Pentafluoride for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：核工业理化工程研究院华核新技术开发公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：崔学文、李光明、邓建平、李于教、李长富。

# 工业五氟化碘

警告:五氟化碘对皮肤、眼睛和黏膜有强烈的刺激性和腐蚀性,与水或潮湿空气剧烈反应,放出剧毒和腐蚀性烟雾,吸入会中毒。空气中浓度超标时,必须佩戴自吸过滤式防毒面具(全面罩),穿连衣式胶布防毒衣,戴橡胶手套。

## 1 范围

本标准规定了工业五氟化碘的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以氟与碘反应而产生并经纯化处理的工业五氟化碘。该产品主要用于制备氟烷基碘化物、氟表面活性剂、医药中间体等的原料。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 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 分子式和相对分子质量

分子式:IF<sub>5</sub>

相对分子质量:221.90(按2011年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:无色透明液体。

4.2 工业五氟化碘按本标准的试验方法检验应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
五氟化碘(IF <sub>5</sub> )w/%	≥ 99.5	≥ 99.0
游离碘(I <sub>2</sub> )w/%	≤ 0.05	≤ 0.05
金属离子(Mn、Ni、Cr、Fe)含量 w/%	≤ 0.005	≤ 0.010

## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

### 5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,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。

### 5.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

### 5.4 五氟化碘含量的测定

#### 5.4.1 方法提要

五氟化碘与水反应生成氢氟酸和碘酸,用四氯化碳萃取游离碘,水相中的碘酸与过量碘化钾在酸性条件下反应生成单质碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

#### 5.4.2 试剂和材料

##### 5.4.2.1 碘化钾。

##### 5.4.2.2 冰乙酸。

##### 5.4.2.3 四氯化碳。

##### 5.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

##### 5.4.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

#### 5.4.3 仪器、设备

##### 5.4.3.1 分液漏斗:250 mL。

##### 5.4.3.2 取样管:聚四氟乙烯材质。

#### 5.4.4 分析步骤

##### 5.4.4.1 试验溶液的制备

用取样管迅速从取样瓶中取出约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g。立即置于预先盛有 30 mL 水的 100 mL 锥形瓶中(取样管口应位于水中),混匀后全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于制备试验溶液 B 和金属离子含量的测定。

##### 5.4.4.2 萃取

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,置于预先盛有 50 mL 四氯化碳的分液漏斗中,振摇 1 min,静置分层,将有机相小心移入 100 mL 容量瓶中,若水相中仍带有颜色,再于水相中加入 10 mL~20 mL 四氯化碳进行萃取,直至水相无色。收集全部有机相,合并于 100 mL 容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于游离碘含量的测定,保留水相用于五氟化碘含量的测定。

##### 5.4.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 经四氯化碳萃取后的水相,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 10 mL 冰乙酸、1 g~2 g 碘化钾,水封,摇匀,于暗处放置 5 min。快速加入 70 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液,继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消失,并保持 30 s 不显蓝色即为终点。同时做空白试验。

##### 5.4.5 结果计算

五氟化碘含量以五氟化碘( $\text{IF}_5$ )质量分数  $w_1$  计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times 10/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $V_1$  滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $V_0$  滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $c$  硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $m$  试料质量的数值,单位为克(g);  
 $M$  五氟化碘( $\frac{1}{6}\text{IF}_5$ )摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=36.983$ )。

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%。

## 5.5 游离碘含量的测定

### 5.5.1 方法提要

五氟化碘经水解,用四氯化碳萃取水解液中的游离碘。用分光光度计在510 nm处测定四氯化碳萃取液的吸光度,根据其吸光度在工作曲线上查得对应的游离碘的质量。

### 5.5.2 试剂和材料

#### 5.5.2.1 四氯化碳。

#### 5.5.2.2 碘标准储备溶液:1 mL溶液含( $\text{I}_2$ )10.0 mg。

准确称取碘1.00 g,精确到0.000 2 g,置于50 mL烧杯中,用四氯化碳溶解,全部转移至100 mL容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

#### 5.5.2.3 碘标准溶液:1 mL溶液含( $\text{I}_2$ )0.1 mg。

用移液管移取1.00 mL碘标准储备溶液,置于100 mL容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

### 5.5.3 仪器

分光光度计:配有1 cm的比色皿。

### 5.5.4 分析步骤

#### 5.5.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL碘标准溶液,分别置于100 mL容量瓶中,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。用1 cm比色皿,以水为参比,用分光光度计在510 nm波长下测量其吸光度,以碘的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 5.5.4.2 测定

选用1 cm的比色皿中,用分光光度计在510 nm波长下测定试验溶液B的吸光度,在工作曲线上查得对应的碘的质量。

### 5.5.5 结果计算

游离碘含量以碘( $\text{I}_2$ )的质量分数 $w_2$ 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 50/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $m_1$  从工作曲线上查得的试验溶液中游离碘质量的数值,单位为克(mg);  
 $m$  试料(5.4.4.1)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0.003%。

## 5.6 金属离子(Mn、Ni、Cr、Fe)含量的测定

### 5.6.1 方法提要

将五氟化碘样品水解后,样品中的金属离子(Mn、Ni、Cr、Fe)溶解于溶液中,利用电感耦合等离子体发射光谱仪对溶液中的金属离子进行检测,根据工作曲线,查得各金属离子的含量,从而计算出金属离子含量。

## 5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 二级水:符合 GB/T 6682 2008 规定。

5.6.2.2 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.4 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

## 5.6.3 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

## 5.6.4 分析步骤

### 5.6.4.1 工作曲线绘制

用移液管分别移取锰、镍、铬、铁四种金属离子的标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。以水为参比,用电感耦合等离子体发射光谱仪在各金属离子对应的波长下,测定标准溶液中各金属离子的光谱强度,以各金属离子的质量(mg)为横坐标,对应的各金属离子的光谱强度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 5.6.4.2 测定

用移液管移取 100 mL 试验溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,用电感耦合等离子体发射光谱仪在各金属离子对应的波长下,测定溶液中各金属离子的光谱强度,在对应的工作曲线上查得各金属离子的质量。

注:如果试验溶液 A 中某种金属离子含量偏高或偏低,应在绘制工作曲线时适当调整对应的金属离子标准溶液的移取量,以保证绘制的工作曲线与被测金属离子的量相对应。

## 5.6.5 结果计算

金属离子含量以(Mn、Ni、Cr、Fe)质量分数  $w_3$  计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 + m_2 + m_3 + m_4) \times 10^{-3}}{m \times 100/250} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$  从工作曲线上查得的试验溶液中锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_2$  从工作曲线上查得的试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_3$  从工作曲线上查得的试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_4$  从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$  试料(5.4.4.1)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 0.0015 %。

## 6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验:要求中规定的指标项目为型式检验项目,正常情况下每三个月至少进行一次型式检

验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 更新关键设备或生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大的差异;
- c) 合同规定。

6.1.2 出厂检验:五氟化碘含量为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料,在基本相同的生产条件,连续生产同一级别的工业五氟化碘为一批。每批产品不超过 10 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数采样。采样时,将不锈钢取样管插入五氟化碘包装瓶的液面上口,迅速提取样品置于聚四氟乙烯材质的取样瓶中,取样后快速盖好取样瓶盖。

**警告:**采样时应在通风良好或具备充分局部排风的环境中进行。

6.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的专用钢瓶中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 工业五氟化碘专用钢瓶上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190 规定的“氧化性物质”、“毒性物质”和“腐蚀性物质”标志及 GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”、“怕雨”及“向上”标志。

7.2 每批出厂的工业五氟化碘都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 工业五氟化碘采用专用钢瓶包装。专用钢瓶具有气液相进出口。充装系数不大于 3.0 kg/L。

8.2 工业五氟化碘在运输时单独装运,运输过程中应有遮盖物,防止雨淋和日晒。工业五氟化碘在铁路运输过程中,应符合《铁路危险货物运输规则》的要求;工业五氟化碘在公路运输过程中,应符合《公路危险货物运输规则》的要求。

8.3 工业五氟化碘应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋和日晒。

## 9 安全

### 9.1 取样人员注意事项

操作人员必须经过专门培训,严格遵守操作规程进行采样。操作人员佩戴自吸过滤式防毒面具(全面罩),宜穿连衣式胶布防毒衣,戴橡胶手套。取样时要远离火种、热源,工作场所严禁吸烟。在清除液体和蒸气前不能进行焊接、切割等作业。远离易燃、可燃物,避免产生蒸气或粉尘,避免与水接触。

### 9.2 泄漏处置

9.2.1 发生五氟化碘泄漏时,迅速撤离泄漏污染区人员至安全区,并进行隔离,严格限制出入。

9.2.2 应急处理人员宜戴自给式呼吸器,穿防腐、防毒服,不要直接接触泄漏物,尽可能切断泄漏源。该产品是液体,防止流入下水道、排洪沟等限制性空间。

9.2.3 若大量泄漏,构筑围堤或挖坑收容。用泵转移至槽车或专用收集器内,回收或运至废物处理场所处置。

