

ICS 71.060.50
G 12
备案号:37831—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2822—2012
代替 HG/T 2822—2005

制冷机用溴化锂溶液

Lithium bromide solution for refrigerating machine use

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

河北摩尔环保科技有限公司
<http://www.molor.com.cn/>

制冷机用溴化锂溶液

1 范围

本标准规定了制冷机用溴化锂溶液的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于制冷机用溴化锂溶液，主要用作吸收式制冷机的吸收剂。

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，仅所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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

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 23769—2009 无机化工产品水溶液中 pH 值测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式：LiBr

相对分子质量：86.84（按 2010 年国际相对原子质量）

4 分类

按添加缓蚀剂的不同分为两类：Ⅰ类为铬酸锂作缓蚀剂类；Ⅱ类为钼酸锂作缓蚀剂类。

5 要求

5.1 外观：Ⅰ类为黄色透明液体；Ⅱ类为无色透明液体。

5.2 制冷机用溴化锂溶液按本标准的试验方法检测应符合表 1 技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指标	
	I类	II类
溴化锂(LiBr)w/%	≥ 50.0	50.0
pH 值(100 g/L 溶液)	9.0~10.5	9.0~10.5
铬酸锂(Li ₂ CrO ₄)w/%	0.15~0.25	—
钼酸锂(Li ₂ MoO ₄)w/%	—	0.005~0.03
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.10	0.10
硫酸盐(以 SO ₄ 计)w/%	≤ 0.02	0.02
溴酸盐(以 BrO ₃ 计)w/%	≤ 0.003	0.003
铵盐(以 NH ₄ 计)w/%	≤ 0.001	0.001
钠(Na)和钾(K)w/%	≤ 0.05	0.05
钙(Ca)w/%	≤ 0.005	0.005
镁(Mg)w/%	≤ 0.001	0.001
铁(Fe)w/%	≤ 0.001	0.001
碳酸盐(以 CO ₃ 计)w/%	≤ 0.02	0.02

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎! 必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 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。

6.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 溴化锂含量的测定

6.4.1 方法提要

在酸性的乙醇-水溶液中,以银(银-硫化银)电极为测量电极,甘汞电极为参比电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定,借助于电位突跃确定其反应终点。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 无水乙醇。

6.4.2.2 硝酸溶液:1+4。

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

6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 电磁搅拌器。

6.4.3.2 其余同 GB/T 3050—2000 第 5 章。

6.4.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,加 10 mL 硝酸溶液和 10 mL 无水乙醇,将烧杯置于电磁搅拌上,开动搅拌器,把测量电极和参比电极插入溶液中,连接电位计接线,调整电位计零点,记录起始电位值,用硝酸银标准滴定溶液滴定初期预加入一定量的硝酸银

标准滴定溶液,接近终点时,再按 0.1 mL 的量逐次加入(必要时可适当增加),以下按 GB/T 3050—2000 第 4 章 4.6 条中规定进行。

6.4.5 结果计算

溴化锂含量以溴化锂(LiBr)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 - w_4 \times 2.450 \quad (1)$$

式中:

V —滴定试验溶液消耗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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m —试料质量的数值,单位为克(g);

M —溴化锂(LiBr)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=86.84$);

w_4 —按 6.7 测得试样的氯化物的含量(质量分数),以%表示;

2.450—氯换算为溴化锂的系数。

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%。

6.5 pH 值的测定

称取 10 g±0.01 g 试样,加无二氧化碳的水至 100 mL,按 GB/T 23769—2009 的规定进行测定。

6.6 铬酸锂(I类)、钼酸锂(II类)含量的测定

6.6.1 铬酸锂(I类)含量的测定

6.6.1.1 方法提要

在一定的酸性条件下,铬(VI)与二苯碳酰二肼生成黄色配合物,用分光光度计,在 543 nm 波长处测定吸光度,绘制工作曲线,进行测定。

6.6.1.2 试剂

6.6.1.2.1 磷酸溶液:1+1。

6.6.1.2.2 二苯碳酰二肼溶液:2 g/L;

称取 0.2 g 二苯碳酰二肼显色剂,溶于 50 mL 丙酮,加水至 100 mL。

6.6.1.2.3 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.6.1.3 仪器、设备

分光光度计:配有光程为 1 cm 的比色皿。

6.6.1.4 分析步骤

6.6.1.4.1 工作曲线的绘制

用移液管分别移取铬标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 置于 50 mL 的容量瓶中,加水约至 40 mL,加 1.5 mL 磷酸溶液、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温放置 15 min。用 1 cm 的比色皿,以水作参比溶液,在分光光度计上于波长 543 nm 处测定吸光度。以铬的质量(mg)为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.6.1.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 mg,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

6.6.1.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液置于 50 mL 容量瓶中,以下按 6.6.1.4.1 中,从“加水约至 40 mL……”开始操作。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

根据测得的吸光度,由标准曲线上查出相应铬的质量。

6.6.1.5 结果计算

铬酸锂含量以铬酸锂(Li_2CrO_4)质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 2.498}{m \times 10/100} \times 100 \quad (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

2.498——铬换算为铬酸锂的系数。

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%。

6.6.2 铬酸锂(Ⅱ类)含量的测定

6.6.2.1 方法提要

在酸性介质中,用氯化亚锡将试样中的六价钼还原成五价钼,五价钼与硫氯酸根离子反应生成红色配合物,用分光光度计,在460 nm波长处测定吸光度,绘制工作曲线,进行测定。

6.6.2.2 试剂

6.6.2.2.1 高氯酸。

6.6.2.2.2 硫酸溶液:1+1。

6.6.2.2.3 硫酸铁溶液:50 g/L。

6.6.2.2.4 硫氯酸钠溶液:100 g/L。

6.6.2.2.5 氯化亚锡溶液:100 g/L。

6.6.2.2.6 钼标准溶液:1 mL溶液含钼(Mo)0.1 mg;

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钼标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.6.2.3 仪器、设备

分光光度计:配有光程为1 cm的比色皿。

6.6.2.4 分析步骤

6.6.2.4.1 工作曲线的绘制

用移液管分别移取钼标准溶液0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,置于100 mL的容量瓶中,加水约至40 mL。加5 mL硫酸溶液、5 mL高氯酸、2 mL硫酸铁溶液、15 mL硫氯酸钠溶液、10 mL氯化亚锡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温下静置1 h。用1 cm的比色皿,以水作参比溶液,在分光光度计上于波长460 nm处测定吸光度,以钼的质量(mg)为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.6.2.4.2 测定

称取约2 g试样,精确至0.000 2 g,移入100 mL容量瓶中,控制总体积约40 mL。以下按6.6.2.4.1中“加5 mL硫酸溶液、5 mL高氯酸……”开始操作。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

根据测得的吸光度,由标准曲线上查出相应钼的质量。

6.6.2.5 结果计算

钼酸锂含量以钼酸锂(Li_2MoO_4)质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 1.812}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钼的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钼的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.812——钼换算为钼酸锂的系数。

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0.001%。

6.7 氯化物含量的测定

6.7.1 方法提要

用硝酸将溴离子氧化为溴,并加热蒸出。然后在酸性的乙醇-水溶液中,以银(银-硫化银)电极为测量电极,甘汞电极为参比电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定,借助于电位突跃确定其反应终点。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 无水乙醇。

6.7.2.2 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.7.2.3 其他试剂同 GB/T 3050—2000 第4章。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 电磁搅拌器。

6.7.3.2 其余同 GB/T 3050—2000 第5章。

6.7.4 分析步骤

称取约4g试样,精确至0.01g,置于250mL烧杯中。加入50mL硝酸溶液,在水浴上加热至溶液黄色消失。用少量水冲洗瓶壁,继续加热15min冷却,加水至约50mL。加10mL无水乙醇,以下按GB/T 3050—2000第4章4.6条中相关规定进行。

6.7.5 结果计算

氯化物含量以氯化物(以Cl计)质量分数 w_t 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_t = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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0.01%。

6.8 硫酸盐含量测定

6.8.1 方法提要

在盐酸介质中,加入氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀,与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液比较。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 95%乙醇。

6.8.2.2 盐酸溶液:1+3。

6.8.2.3 氯化亚锡溶液:400g/L。

6.8.2.4 氯化钡溶液:100g/L。

6.8.2.5 硫酸盐标准溶液:1mL溶液含有0.01mgSO₄;

用移液管移取1mL按HG/T 3696.2配制的硫酸盐标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.8.3 分析步骤

称取1.00g±0.01g试样,置于50mL烧杯中,加入1mL盐酸溶液,滴加氯化亚锡溶液至溶液无

色(Ⅱ类不加氯化亚锡进行处理),转移至50mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取10mL,置于25mL比色管中,加5mL乙醇,1mL盐酸溶液。在不断振摇下,滴加3mL氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置10min,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取4.00mL硫酸盐标准溶液,置于25mL比色管中,加水至10mL,与试验溶液同时同样处理。

6.9 溴酸盐含量的测定

6.9.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的溴酸盐使溶液中的溴离子氧化而析出游离的溴,用四氯化碳萃取游离的溴,溴使四氯化碳层呈黄色,与同方法处理的溴酸盐标准比色溶液比较。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 四氯化碳。

6.9.2.2 硫酸溶液:1+9。

6.9.2.3 溴酸盐标准溶液:1mL溶液含有0.10mg BrO₃。

用移液管移取10mL按HG/T 3696.2配制的溴酸盐标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.9.3 分析步骤

称取20.00g±0.01g试样,置于150mL分液漏斗中,加水至50mL,加入10滴硫酸溶液,摇匀,放置10min。加入5mL四氯化碳,振摇1min,静置5min,如此振摇、静置反复三次。静置分层后,将四氯化碳放入25mL比色管中,再向分液漏斗中加入5mL四氯化碳,振摇1min,静置5min,如此振摇、静置反复三次。静置分层后,将四氯化碳放入同一比色管中。四氯化碳层所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是称取10.00g±0.01g试样,加入3.00mL溴酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

6.10 铵盐含量的测定

6.10.1 方法提要

在碱性介质中,铵盐经反应生成氨气,经吸收后与纳氏试剂反应呈黄色,与同方法处理的铵标准比色溶液比较。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸。

6.10.2.2 无氨的水。

6.10.2.3 无氨的氢氧化钠溶液:100g/L。

6.10.2.4 纳氏试剂。

6.10.2.5 铵标准溶液:1mL溶液含铵(NH₄)0.01mg;

用移液管移取1mL按HG/T 3696.2配制的铵标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.10.3 仪器、设备

铵盐含量测定装置:如图1所示。

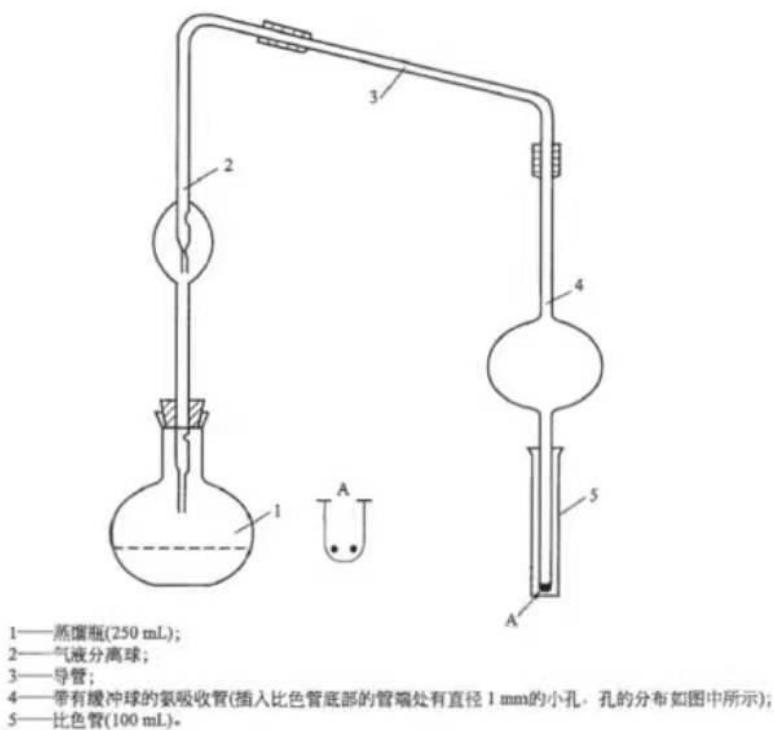


图1 铵盐含量测定装置

6.10.4 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 加 50 mL 无氨的水和 20 mL 无氨的氢氧化钠溶液, 立即接好装置, 加热蒸馏。用装有 1 滴盐酸和 50 mL 水的 100 mL 比色管接收馏出液约 50 mL 。向接收液中加 2 mL 无氨的氢氧化钠溶液和 2 mL 纳氏试剂, 摆匀。所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 1.00 mL 铵标准溶液, 与试料同时同样处理。

6.11 钠和钾总含量的测定

6.11.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上, 以空气-乙炔火焰, 采用标准加入法, 用波长 589.0 nm 线、 766.5 nm 线分别测定钠和钾含量。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 盐酸溶液: 1+1。

6.11.2.2 钠和钾标准溶液: 1 mL 溶液含有钠(Na) 0.01 mg 和钾(K) 0.01 mg ;

用移液管分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钠、钾标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。该溶液使用前制备。该溶液应贮存在聚乙烯塑料瓶中。

6.11.2.3 二级水: 符合 GB/T 6682—2008 规定。

6.11.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计: 配有钠和钾空心阴极灯。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 5 g 试样, 精确至 0.01 g , 置于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。此溶液为试验溶液 A, 用于钠和钾、钙、镁含量的测定。

6.11.4.2 空白试验溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中, 加入 0.5 mL 的盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。

6.11.4.3 测定

用移液管分别移取 4 份 2.5 mL 试验溶液 A, 置于 4 个 100 mL 容量瓶中, 分别加入 0.5 mL 盐酸溶液, 再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 钠和钾标准溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件, 分别于波长 589.0 nm、766.5 nm 处, 用空气-乙炔火焰, 用空白试验溶液调零, 测量吸光度。以钠、钾质量(mg)为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线, 将曲线反向延长与横坐标相交处, 即为所测试验溶液中钠和钾的质量。

6.11.5 结果计算

钠和钾总含量以钠(Na)和钾(K)的质量分数 w_5 计, 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 + m_2) \times 10^{-3}}{m \times 2.5 / 250} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钾的质量的数值, 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不大于 0.005 %。

6.12 钙含量的测定

6.12.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上, 用波长 422.7 nm 线, 以空气-乙炔火焰, 采用标准加入法测定。

6.12.2 试剂

6.12.2.1 盐酸溶液: 1+1。

6.12.2.2 钙标准溶液: 1 mL 溶液含有钙(Ca)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钙标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。该溶液使用前制备。

6.12.2.3 二级水: 符合 GB/T 6682—2008 规定。

6.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计; 配有钙空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 空白试验溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 的盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。

6.12.4.2 测定

用移液管分别移取 4 份 5 mL 试验溶液 A(6.11.4.1), 置于 4 个 100 mL 容量瓶中, 分别加入 2 mL 盐酸溶液, 再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 钙标准溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件, 于 422.7 nm 波长处, 用空白试验溶液调零, 测量吸光度。以钙质量(mg)为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线, 将曲线反向延长与横坐标相交处, 即为试验溶液中钙的质量。

6.12.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)质量分数 w_5 计, 数值以%表示, 按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 5 / 250} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钙的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m——试料(6.11.4.1)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0.0005%。

6.13 镁含量的测定

6.13.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上,用波长285.2 nm线,空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.13.2.2 镁标准溶液:1 mL溶液含有镁(Mg)0.01 mg;

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的镁标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

6.13.2.3 二级水:符合GB/T 6682—2008规定。

6.13.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计;配有镁空心阴极灯。

6.13.4 分析步骤

6.13.4.1 空白试验溶液的制备

在100 mL容量瓶中,加入2 mL的盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.13.4.2 测定

用移液管分别移取4份25 mL试验溶液A(6.11.4.1),置于4个100 mL容量瓶中,分别加入2 mL盐酸溶液,再分别加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL镁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,于285.2 nm波长处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以镁质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中镁的质量。

6.13.5 结果计算

镁含量以镁(Mg)质量分数*w_T*计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_T = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \quad (7)$$

式中:

m₁——从工作曲线上查出的试验溶液中镁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m——试料(6.11.4.1)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0.0002%。

6.14 铁含量的测定

6.14.1 方法提要

在酸性条件下,铁(Fe³⁺)与硫氰酸铵生成红色配合物,用正丁醇萃取,有机层所呈红色与同时同样处理的铁标准溶液进行比较。

6.14.2 试剂

6.14.2.1 95%乙醇。

6.14.2.2 过氧化氢。

6.14.2.3 过硫酸铵。

6.14.2.4 正丁醇。

6.14.2.5 盐酸溶液:1+3。

6.14.2.6 硫氰酸铵溶液:250 g/L。

6.14.2.7 铁标准溶液:1 mL溶液含有铁(Fe)0.01 mg;

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的铁标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至

刻度，摇匀。该溶液使用前制备。

6.14.3 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加 2 mL 盐酸溶液、 50 mL 乙醇和 1 mL 过氧化氢，置于水浴上，蒸发至干。残渣溶于 10 mL 水，收集于 50 mL 比色管中。加入 1 mL 盐酸、 30 mg 过硫酸铵、 2 mL 硫氰酸铵溶液，加水至 25 mL ，摇匀。用 10 mL 正丁醇萃取，有机层所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 2.00 mL 铁标准溶液，与试样同时同样处理。

6.15 碳酸盐含量的测定

6.15.1 方法提要

盐酸与碳酸盐反应生成的二氧化碳，与氢氧化钡生成白色沉淀，与同时同样处理碳酸盐标准溶液进行比浊。

6.15.2 试剂

6.15.2.1 95% 乙醇。

6.15.2.2 无二氧化碳的水。

6.15.2.3 盐酸溶液：1+3。

6.15.2.4 氢氧化钡溶液： 10 g/L 。

6.15.2.5 碳酸盐标准溶液： 1 mL 溶液含有 0.10 mg 碳酸盐（以 CO_3 计）。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的碳酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前制备。

6.15.3 仪器、设备

碳酸盐含量测定装置：如图 2 所示。

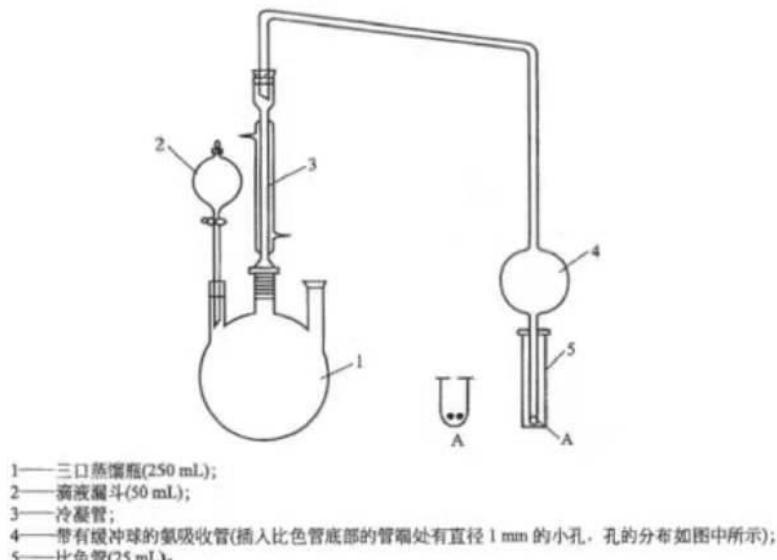


图 2 碳酸盐含量测定装置

6.15.4 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于三口蒸馏瓶中。加 50 mL 无二氧化碳的水，加热煮沸 1 min ，以赶尽系统内的空气。向滴液漏斗中加入 5 mL 盐酸溶液，打开旋塞，放尽盐酸溶液后立即关闭。用盛有 10 mL 清亮氢氧化钡溶液和 2 mL 乙醇的 25 mL 比色管接收馏出液近刻度为止。用水稀释至刻度，摇匀。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是称取 1.00 g±0.01 g 试样,加入 2 mL 碳酸盐标准溶液,与试样同时同样处理。

7 检验规则

- 7.1 本标准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 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制冷机用溴化锂溶液为一批。每批产品不超过 3 t。
- 7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将桶内产品混匀,用玻璃采样管插入至桶深 3/4 处,待样品充满后将上端封闭,取出。所采样品总量不得少于 500 g。将采得的样品混匀后,分装于两个清洁干燥的聚乙烯塑料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。
- 7.4 制冷机用溴化锂溶液应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。
- 7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,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标准的要求时,则整批产品为不合格。
- 7.6 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

- 8.1 制冷机用溴化锂溶液包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号及标志、本标准编号及 GB 191—2008 中规定的“怕晒”标志。
- 8.2 每批出厂的制冷机用溴化锂溶液都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号及标志及本标准编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 制冷机用溴化锂溶液采用塑料桶包装。每桶净含量 25 kg 或 30 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。
- 9.2 制冷机用溴化锂溶液包装桶内盖盖严,外盖旋紧。
- 9.3 制冷机用溴化锂溶液在运输过程中应有遮盖物,避免阳光直晒。
- 9.4 制冷机用溴化锂溶液应贮存在阴凉干燥处,避光、密封,不得与空气接触。
- 9.5 制冷机用溴化锂溶液在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期不少于 6 个月。

HG/T 2822—2012

中华人民共和国

化工行业标准

制冷机用溴化锂溶液

HG/T 2822—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1 字数 25 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 1337

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

版权所有 违者必究

河北摩尔环保科技有限公司
<http://www.molor.com.cn/>