

ICS 71.060.50

G 12

备案号: 16326—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2822—2005

代替 HG/T 2822—1996

制冷机用溴化锂溶液

Lithium bromide solution for refrigerating machine use

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2822—1996《制冷机用溴化锂溶液》。

本标准与原行业标准 HG/T 2822—1996 的主要技术变化如下：

——按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（1996 年版 3.2，本版 4.2）。

——Ⅰ类铬酸锂作缓蚀剂类在原行标基础上，将氯化物指标由不大于 0.25% 调整为不大于 0.15%（1996 年版 3.2，本版 4.2）。

——Ⅱ类钼酸锂作缓蚀剂类用钼酸锂指标取代Ⅰ类中铬酸锂指标（1996 年版 3.2，本版 4.2）。

——原标准溴化锂含量的测定采用硝酸银滴定法，本标准溴化锂含量的测定采用电位滴定法（1996 年版 5.3，本版 5.3）。

——原标准铬酸锂含量的测定采用硫代硫酸钠滴定法，本标准铬酸锂含量的测定采用分光光度法（1996 年版 5.5，本版 5.5.1）。

——本标准增加了钼酸锂含量测定的试验方法。

——原标准氯化物含量的测定采用硫氰酸钠溶液返滴定法，本标准氯化物含量的测定采用电位滴定法（1996 年版 5.6，本版 5.6）。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、常熟科洁中央空调服务有限公司（南通科洁化工厂）、连云港新浦振盛溴化锂厂、武汉钢建建筑安装工程有限责任公司。

本标准主要起草人：弓创周、严峰、李正胜、鲁定华、赵美敬、张平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

——HG/T 2822—1996。

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、运输和贮存。

本标准适用于制冷机用溴化锂溶液,该产品主要用作吸收式制冷机的吸收剂。

分子式:LiBr

相对分子质量:86.84(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分类

按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。

4 要求

4.1 外观: I 类黄色透明液体; II 类无色透明液体。

4.2 制冷机用溴化锂溶液应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	I 类	II 类
溴化锂(LiBr)质量分数, %	≥ 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)质量分数, %	0.20~0.30	—
钼酸锂(Li ₂ MoO ₄)质量分数, %	—	0.005~0.03
氯化物(以 Cl 计)质量分数, %	≤ 0.15	0.15
硫酸盐(以 SO ₄ 计)质量分数, %	≤ 0.04	0.04
溴酸盐(以 BrO ₃ 计)质量分数, %	≤ 0.005	0.005
铵盐(以 NH ₄ 计)质量分数, %	≤ 0.001	0.001
钾(K)和钠(Na)总质量分数, %	≤ 0.05	0.05
钙(Ca)质量分数, %	≤ 0.005	0.005
镁(Mg)质量分数, %	≤ 0.001	0.001
铁(Fe)质量分数, %	≤ 0.001	0.001
碳酸盐(以 CO ₃ 计)质量分数, %	≤ 0.04	0.04

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!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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—1992 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 溴化锂含量的测定

5.3.1 方法提要

同 GB/T 3050—2000 第 3 章。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 无水乙醇。

5.3.2.2 硝酸溶液:1+4。

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

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 电磁搅拌器。

5.3.3.2 其余同 GB/T 3050—2000 第 5 章。

5.3.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 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,放入电磁搅拌子。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。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。

5.3.5 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:

$$W_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 - W_4 \times 2.450 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——测定中消耗的硝酸银标准滴定溶液(5.3.2.3)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)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=86.84$);

W_4 ——按 5.6 测得的氯化物含量的质量分数;

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%。

5.4 pH 值的测定

称取(10±0.01)g 试样,加无二氧化碳的水至 100 mL,按 GB/T 9724 的规定进行测定。

5.5 铬酸锂(I 类)、钼酸锂(II 类)含量的测定

5.5.1 铬酸锂(I 类)含量的测定

5.5.1.1 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。

5.5.1.2 试剂

(1)磷酸溶液:1+1。

(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。

(3)铬标准溶液:每毫升含铬(Cr)0.010 mg。

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

5.5.1.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.5.1.4 分析步骤

(1)工作曲线的绘制

用移液管移取铬标准溶液,依次为 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 分别置于 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 的吸收池,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。以铬的质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

(2)试验溶液的制备

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.2 mg,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

(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 5.5.1.4(1)中,从“加水约至 40 mL……”开始操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铬的质量。

5.5.1.5 结果计算

铬酸锂含量以铬酸锂(Li_2CrO_4)的质量分数 W_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 2.498}{m \times 10/100} \times 100 = \frac{2.498(m_1 - m_0)}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铬质量的数值,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%。

5.5.2 钼酸锂(Ⅱ类)含量的测定

5.5.2.1 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,五价钼与硫氰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。

5.5.2.2 试剂

(1)硫酸溶液:1+1。

(2)高氯酸。

(3)硫酸铁溶液:50 g/L。

(4)硫氰酸钠溶液:100 g/L。

(5)氯化亚锡溶液:100 g/L。

(6)钼标准溶液:每毫升含钼(Mo)0.10 mg。

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

5.5.2.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为1 cm的吸收池。

5.5.2.4 分析步骤

(1)工作曲线的绘制

用移液管移取钼标准溶液,依次为0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,分别置于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硫氰酸钠溶液、10 mL氯化亚锡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温静置1 h,用1 cm的吸收池,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,以钼的质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

(2)测定

称取约2 g试样,精确至0.01 g,全部移入100 mL容量瓶中,控制总体积约40 mL。以下按5.5.2.4(1)中,从“加5 mL硫酸溶液……”开始操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的钼的质量。

5.5.2.5 结果计算

钼酸锂含量以钼酸锂(Li_2MoO_4)的质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 1.812}{m} \times 100 = \frac{0.1812(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钼质量的数值,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%。

5.6 氟化物含量的测定

5.6.1 方法提要

用硝酸将溴离子氧化为溴,并加热蒸出。以下同 GB/T 3050—2000 第 3 章。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 无水乙醇。

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

5.6.2.3 其他试剂同 GB/T 3050—2000 第 4 章。

5.6.3 仪器、设备

5.6.3.1 电磁搅拌器。

5.6.3.2 其余同 GB/T 3050—2000 第 5 章。

5.6.4 分析步骤

称取约 4 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 50 mL 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 15 min。冷却,加水至约 50 mL。加 10 mL 无水乙醇,以下按 GB/T 3050—2000 第 4 章 4.6 条中相关规定进行。

5.6.5 结果计算

氟化物含量以氯(Cl)的质量分数 W_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——测定中消耗的硝酸银标准滴定溶液(5.6.2.2)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)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%。

5.7 硫酸盐含量的测定

5.7.1 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。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 95%乙醇。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+3。

5.7.2.3 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.7.2.4 二水氯化钡溶液:100 g/L。

5.7.2.5 硫酸盐标准溶液:每毫升溶液含有硫酸盐(SO_4)0.10 mg。

移取 10.00 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。

5.7.3 分析步骤

称取 (1 ± 0.01) g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加入 1 mL 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 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL,置于 25 mL 比色管中,加 5 mL 乙醇,1 mL 盐酸溶液。在不断振摇下,滴加 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 0.80 mL 硫酸盐标准溶液,置于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,与试验溶液同时同样处理。

5.8 溴酸盐含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 四氯化碳。

5.8.2.2 硫酸溶液:1+9。

5.8.2.3 溴酸盐标准溶液:每毫升溶液含有溴酸盐(BrO_3^-)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的溴酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 分析步骤

称取(20 ± 0.01)g 试样,置于 150 mL 分液漏斗中,加水至 50 mL,加入 10 滴硫酸溶液,摇匀,放置 10min。加入 5 mL 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 25 mL 比色管中,再向分液漏斗中加入 5 mL 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(10.00 ± 0.01)g 试样,加入 5.00 mL 溴酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

5.9 铵盐含量的测定

5.9.1 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。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 盐酸。

5.9.2.2 无氨的水。

5.9.2.3 无氨的氢氧化钠溶液:100 g/L。

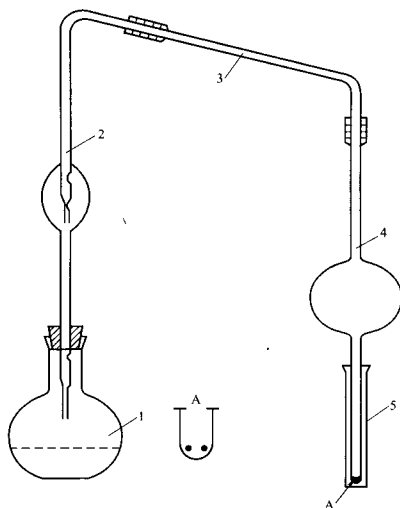
5.9.2.4 纳氏试剂。

5.9.2.5 铵标准溶液:每毫升溶液含铵(NH_3)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铵标准溶液,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。

5.9.3 仪器、设备

铵盐含量测定装置:如图 1 所示。



- 1——蒸馏瓶(250 mL);
 2——气液分离球;
 3——导管;
 4——带有缓冲球的氨吸收管(插入比色管底部的管端处有直径1 mm的小孔,孔的分布如图中所示);
 5——比色管(100 mL)。

图1 铵盐含量测定装置

5.9.4 分析步骤

称取 (1 ± 0.01) 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 无氨氢氧化钠溶液和 2 mL 纳氏试剂,摇匀。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。

5.10 钾和钠总含量的测定

5.10.1 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。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2 钠和钾标准溶液:每毫升溶液含有钠(Na)0.010 mg 和钾(K)0.010 mg。

分别移取 1.00 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,摇匀。该溶液使用前制备。该溶液应贮存在聚乙烯塑料瓶中。

5.10.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠和钾空心阴极灯。

5.10.4 仪器工作条件

5.10.4.1 波长:分别为 589.0 nm、766.5 nm。

5.10.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.10.5 分析步骤

5.10.5.1 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。保留此溶液用于钠、钾、钙、镁含量的测定。

5.10.5.2 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、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钠和钾标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

按 5.10.4 的规定,将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度,以加入标准溶液的钠、钾含量为横坐标,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,交点即为所测试验溶液中钠和钾的含量。

5.10.6 结果计算

钠、钾含量以钠(Na)和钾(K)的质量分数 W_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_5 = \frac{m_1 + m_2}{m \times 2.5/250 \times 1000} \times 100 = \frac{m_1 + m_2}{m} \times 10 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中钠含量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——用作图外延法求出的试验溶液中钾含量的数值,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 0.005%。

5.11 钙含量的测定

5.11.1 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。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.11.2.2 钙标准溶液:每毫升溶液含有钙(Ca)0.010 mg。

移取 1.00 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,摇匀。该溶液使用前制备。

5.11.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

5.11.4 仪器工作条件

5.11.4.1 波长:422.7 nm。

5.11.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.11.5 分析步骤

用移液管分别移取 4 份 5 mL 试验溶液 A(5.10.5.1),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 钙标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

按 5.11.4 的规定,将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度,以加入标准溶液的钙含量为横坐标,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,交点即为所测试验溶液中钙的含量。

5.11.6 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 W_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$W_6 = \frac{m_1}{m \times 5/250 \times 1000} \times 100 = \frac{5m_1}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中钙含量的数值,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 0.000 5%。

5.12 镁含量的测定

5.12.1 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。

5.12.2 试剂

5.12.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.12.2.2 镁标准溶液:每毫升溶液含有镁(Mg)0.010 mg。

移取 1.00 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。

5.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

5.12.4 仪器工作条件

5.12.4.1 波长:285.2 nm。

5.12.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.12.5 分析步骤

用移液管分别移取 4 份 25 mL 试验溶液 A(5.10.5.1),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。

按 5.12.4 的规定,将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度,以加入标准溶液的镁含量为横坐标,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,交点即为所测试验溶液中镁的含量。

5.12.6 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 W_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$W_7 = \frac{m_1}{m \times 25/250 \times 1000} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中镁含量的数值,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 0.000 2%。

5.13 铁含量的测定

5.13.1 方法提要

在酸性条件下,铁(Fe^{3+})与硫氰酸铵生成红色络合物,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。

5.13.2 试剂

5.13.2.1 95%乙醇。

5.13.2.2 过氧化氢。

5.13.2.3 过硫酸铵。

5.13.2.4 正丁醇。

5.13.2.5 盐酸溶液:1+3。

5.13.2.6 硫氰酸铵溶液:250 g/L。

5.13.2.7 铁标准溶液：每毫升溶液含铁(Fe)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 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。

5.13.3 分析步骤

称取 (2.00 ± 0.01) 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，过滤，用少量水洗涤。滤液及洗涤液收集于 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 0.20 mL 铁标准溶液，与试料同时同样处理。

5.14 碳酸盐含量的测定

5.14.1 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。

5.14.2 试剂

5.14.2.1 95%乙醇。

5.14.2.2 无二氧化碳的水。

5.14.2.3 盐酸溶液：1+3。

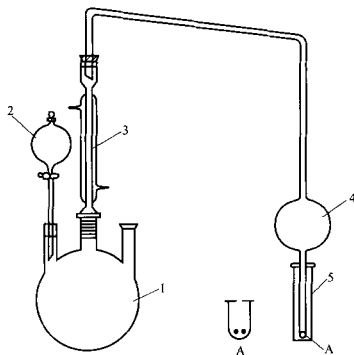
5.14.2.4 氢氧化钡溶液：10 g/L。

5.14.2.5 碳酸盐标准溶液：每毫升溶液含碳酸盐(CO_3)0.10 mg。

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。

5.14.3 仪器、设备

碳酸盐含量测定装置：如图 2 所示。



1——三口蒸馏瓶(250 mL)；

2——滴液漏斗(50 mL)；

3——冷凝管；

4——带有缓冲球的氨吸收管(插入比色管底部的管端处有直径 1 mm 的小孔，孔的分布如图中所示)；

5——比色管(25 mL)。

图 2 碳酸盐含量测定装置

5.14.4 分析步骤

称取 (2.00 ± 0.01) 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 1min,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 ± 0.01) g 试样,加入 4 mL 碳酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

6 检验规则

6.1 本标准中所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同的材料基本相同生产条件,连续生产或同一班组的同一级别的制冷机用溴化锂溶液为一批,每批产品不超过 3 t。

6.3 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。一瓶作为实验室样品,另一瓶避光保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 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。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,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。

6.6 采用 GB/T 1250 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 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、商标、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2000 中规定的“怕晒”标志。

7.2 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、商标、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 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。

8.2 制冷机用溴化锂溶液包装桶内盖盖严,外盖旋紧。

8.3 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。

8.4 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。

8.5 产品保存期自生产之日起为半年,超过保存期应重新检验。