

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2822—XXXX
代替 HG/T 2822—2012

制冷机用溴化锂溶液

Lithium bromide solution for refrigerating machine 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 第一部分：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。

本文件代替HG/T 2822-2012《制冷机用溴化锂溶液》，与HG/T 2822-2012，主要技术变化如下：

- 修改了铵盐（以 NH_4 计）、铁（Fe）、钠（Na）和钾（K）、氯化物（以 Cl 计）指标（见 6.2，2012 年版的 5.2）；
- 增加了铁含量测定原子吸收分光光度计法（见 7.8，2012 年版的 5.3）；
- 增加了硫酸盐、氯化物、溴酸盐和铵盐含量测定离子色谱仪法（见 7.11、7.12、7.13 和 7.15，2012 年版的 6.7、6.8、6.9 和 6.10）；
- 增加了铜（Cu）指标及试验方法（见 6.2 和 7.9）。

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。

本文件主要起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- HG/T 2822—1996 首次发布，2005 年第一次修订，2012 年第二次修订；
- 本次为第三次修订。

制冷机用溴化锂溶液

1 范围

本文件规定了制冷机用溴化锂溶液的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件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 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：LiBr

相对分子质量：86.84（按2018年国际相对原子质量）

5 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。

6 要求

6.1 外观：Ⅰ类为黄色透明液体；Ⅱ类为无色透明液体。

6.2 制冷机用溴化锂溶液按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	Ⅰ 类	Ⅱ 类
溴化锂（LiBr） w/% \geq	50.0	50.0
铬酸锂（Li ₂ CrO ₄ ） w/%	0.15~0.25	——
钼酸锂（Li ₂ MoO ₄ ） w/%	——	0.005~0.03
钠（Na）和钾（K） w/% \leq	0.03	0.03
钙（Ca） w/% \leq	0.005	0.005
镁（Mg） w/% \leq	0.001	0.001
铁（Fe） w/% \leq	0.000 1	0.000 1
铜（Cu） w/% \leq	0.000 1	0.000 1
pH（100 g/L 溶液）	9.0~10.5	9.0~10.5
硫酸盐（以 SO ₄ 计） w/% \leq	0.02	0.02
氯化物（以 Cl 计） w/% \leq	0.05	0.05
溴酸盐（以 BrO ₃ 计） w/% \leq	0.003	0.003
碳酸盐（以 CO ₃ 计） w/% \leq	0.02	0.02
铵盐（以 NH ₄ 计） w/% \leq	0.000 1	0.000 1

7 试验方法

警示——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。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，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、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，置于比色管中用目视法判定外观。

7.3 溴化锂含量的测定

7.3.1 原理

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。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 无水乙醇。

7.3.2.2 硝酸溶液：1+4。

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

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 电磁搅拌器。

7.3.3.2 其余同 GB/T 3050—2000 第 5 章。

7.3.4 试验步骤

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。

7.3.5 试验数据处理

溴化锂含量以溴化锂（LiBr）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% - w_{10} \times 2.450 \dots \dots \dots (1)$$

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，单位为克每摩尔（mol/L）；

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

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

w_{10} ——按 7.12 测得试样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 %。

7.4 铬酸锂（I 类）、钼酸锂（II 类）含量的测定

7.4.1 铬酸锂（I 类）含量的测定

7.4.1.1 原理

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，绘制标准曲线，进行测定。

7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.2.1 磷酸溶液：1+1。

7.4.1.2.2 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。

7.4.1.2.3 铬(Cr)标准溶液：1 mL含铬(Cr) 0.01 mg，用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2配制的铬(Cr)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。

7.4.1.3 仪器设备

分光光度计：配有光程为1 cm的比色皿。

7.4.1.4 试验步骤

7.4.1.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铬(Cr)标准溶液，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(Cr)的质量(mg)为横坐标，所对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4.1.4.2 试验

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。用移液管移取10 mL试验溶液置于50 mL容量瓶中，以下按7.4.1.4.1从“加水约至40 mL……于波长543 nm处测定吸光度”进行操作。根据测得的吸光度，由标准曲线上查出相应铬(Cr)的质量。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.4.1.5 试验数据处理

铬酸锂含量以铬酸锂(Li₂CrO₄)质量分数 w_2 计，按公式(2)计算：

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

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铬(Cr)的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铬(Cr)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%。

7.4.2 钼酸锂（Ⅱ类）含量的测定

7.4.2.1 原理

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。

7.4.2.2 试剂或材料

7.4.2.2.1 高氯酸。

7.4.2.2.2 硫酸溶液：1+1。

7.4.2.2.3 硫酸铁溶液：50g/L。

7.4.2.2.4 硫氰酸钠溶液：100 g/L。

7.4.2.2.5 氯化亚锡溶液：100 g/L。

7.4.2.2.6 钼（Mo）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（Mo）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。

7.4.2.3 仪器设备

分光光度计：配有光程为1 cm的比色皿。

7.4.2.4 试验步骤

7.4.2.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL钼（Mo）标准溶液，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（Mo）的质量（mg）为横坐标，所对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4.2.4.2 试验

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7.4.2.4.1 “加5 mL硫酸溶液、5 mL高氯酸，……于波长460 nm处测定吸光度” 进行操作。根据测得的吸光度，由标准曲线上查出相应钼（Mo）的质量。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.4.2.5 试验数据处理

钼酸锂含量以钼酸锂（ Li_2MoO_4 ）质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

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

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中钼（Mo）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中钼（Mo）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%。

7.5 钠和钾总含量的测定

7.5.1 原理

采用标准加入法，用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计589.0 nm、766.5 nm波长处，分别测定钠和钾含量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.5.2.2 钠（Na）和钾（K）标准溶液：1 mL溶液含钠（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（Na）、钾（K）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。

7.5.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

7.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钠和钾空心阴极灯。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约5 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液A，用于钠和钾、钙、镁含量的测定。

7.5.4.2 空白试验溶液的制备

在100 mL容量瓶中，加0.5 mL的盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.4.3 试验

用移液管分别移取6份2.5 mL试验溶液A，置于6个100 mL容量瓶中，分别加0.5 mL盐酸溶液，再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL钠（Na）和钾（K）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，用空白试验溶液调零，分别于波长589.0 nm、766.5 nm处，测量吸光度。以钠（Na）、钾（K）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（Na）和钾（K）的质量。

7.5.4.4 试验数据处理

钠和钾总含量以钠（Na）和钾（K）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 + m_2) \times 10^{-3}}{m \times 2.5/250} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠（Na）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（K）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算术平均值的10%。

7.6 钙含量的测定

7.6.1 原理

采用标准加入法，用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长422.7 nm处，测定钙含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.6.2.2 钙（Ca）标准溶液：1 mL溶液含钙（Ca）0.01 mg，用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的钙（Ca）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。

7.6.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

7.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 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。

7.6.4.2 试验

用移液管分别移取6份5 mL试验溶液A（见7.5.4.1），置于6个100 mL容量瓶中，分别加2 mL盐酸溶液，

再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL钙（Ca）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，用空白试验溶液调零，于波长422.7 nm处，测量吸光度。以钙（Ca）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（Ca）的质量。

7.6.4.3 试验数据处理

钙含量以钙（Ca）质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

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

式中：

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

m ——试料（见 7.5.4.1）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算术平均值的10 %。

7.7 镁含量的测定

7.7.1 原理

采用标准加入法，用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长285.2 nm处，测定镁含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.7.2.2 镁（Mg）标准溶液：1 mL溶液含镁（Mg）0.01 mg，用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的镁（Mg）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。

7.7.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

7.7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有镁空心阴极灯。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 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。

7.7.4.2 试验

用移液管分别移取6份25 mL试验溶液A(见7.5.4.1),置于6个100 mL容量瓶中,分别加2 mL盐酸溶液,再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL镁(Mg)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,用空白试验溶液调零,于波长285.2 nm处,测量吸光度。以镁(Mg)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(Mg)的质量。

7.7.4.3 试验数据处理

镁含量以镁(Mg)质量分数 w_6 计,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

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

m ——试料(见7.5.4.1)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算术平均值的10%。

7.8 铁含量的测定

7.8.1 原子吸收分光光度计法(仲裁法)

7.8.1.1 原理

采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长248.3nm处,测定铁含量。

7.8.1.2 试剂或材料

7.8.1.2.1 盐酸溶液: 1+1。

7.8.1.2.2 铁(Fe)标准溶液: 1 mL 溶液含铁(Fe) 0.1 mg,用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁(Fe)标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.8.1.2.3 水: 符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.8.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计: 配有铁空心阴极灯。

7.8.1.4 试验步骤

7.8.1.4.1 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。

7.8.1.4.2 试验

称取约20 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。用移液管分别移

取6份25 mL试验溶液，置于6个100 mL容量瓶中，分别加2 mL盐酸溶液，再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL铁（Fe）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，用空白试验溶液调零，于波长248.3 nm处，测量吸光度。以铁（Fe）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，即为试验溶液中铁（Fe）的质量。

7.8.1.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）质量分数 w_7 计，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁（Fe）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算术平均值的10 %。

7.8.2 限量比色法

7.8.2.1 原理

在酸性条件下，铁（Fe³⁺）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。

7.8.2.2 试剂或材料

7.8.2.2.1 95%乙醇。

7.8.2.2.2 过氧化氢。

7.8.2.2.3 过硫酸铵。

7.8.2.2.4 正丁醇。

7.8.2.2.5 盐酸溶液：1+3。

7.8.2.2.6 硫酸氢铵溶液：250 g/L。

7.8.2.2.7 铁（Fe）标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.01 mg，用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2要求配制的铁（Fe）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。

7.8.2.3 试验步骤

称取10.00 g±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，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1.00 mL铁（Fe）标准溶液，与试样同时同样处理。

7.9 铜含量的测定

7.9.1 原理

采用标准加入法，用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长327.4 nm处，测定铜含量。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.9.2.2 铜（Cu）标准溶液：1 mL 溶液含铜（Cu）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜（Cu）标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.9.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.9.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铜空心阴极灯。

7.9.4 试验步骤

7.9.4.1 空白试验溶液制备

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。

7.9.4.2 试验

称取约20 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。用移液管分别移取6份25 mL试验溶液，置于6个100 mL容量瓶中，分别加2 mL盐酸溶液，再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL铜（Cu）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，用空白试验溶液调零，分别于波长327.4 nm处，测量吸光度。以铜（Cu）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，即为试验溶液中铜（Cu）的质量。

7.9.5 试验数据处理

铜含量以铜（Cu）的质量分数 w_8 计，按公式（8）计算：

$$w_8 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铜（Cu）的质量的数值，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不大于算术平均值的10 %。

7.10 pH 的测定

7.10.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

7.10.2 仪器设备

酸度计：分度值为 0.01 pH，配有饱和甘汞电极和玻璃电极或复合电极。

7.10.3 试验步骤

称取 $10.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 200 mL 烧杯中，加 100 mL 无二氧化碳的水，搅拌使其全部溶解后，用 pH 计测定。

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。

7.11 硫酸盐含量的测定

7.11.1 离子色谱仪法（仲裁法）

7.11.1.1 原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的阴离子在阴离子交换柱上发生交换—洗脱—再交换—再洗脱，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，从而测定硫酸盐含量。

7.11.1.2 试剂或材料

7.11.1.2.1 淋洗液：1 L 含 3.6 mmol Na_2CO_3 和 4.5 mmol NaHCO_3 。

7.11.1.2.2 硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐（ SO_4 ）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。

7.11.1.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.11.1.3 仪器设备

离子色谱仪。

7.11.1.4 试验步骤

7.11.1.4.1 试验溶液 B 的制备

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 B，用于硫酸盐、氯化物和溴酸盐含量的测定。

7.11.1.4.2 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。将离子色谱仪调至最佳色谱条件，进样 25 μL 进行测定，记录色谱峰，测量峰面积。以硫酸盐（ SO_4 ）质量（mg）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.11.1.4.3 试验

用移液管移取10 mL试验溶液B，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。进样25 μ L进行测定，记录色谱峰，测量峰面积。根据峰面积从标准曲线上查出相应的硫酸盐（SO₄）的质量。

7.11.1.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐（以 SO₄ 计）的质量分数 w_9 计，按公式（9）计算：

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中硫酸盐（SO₄）的质量的数值，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不大于算术平均值的10 %。

7.11.2 限量比浊法

7.11.2.1 原理

在盐酸介质中，加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进行比较。

7.11.2.2 试剂或材料

7.11.2.2.1 95 %乙醇。

7.11.2.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.11.2.2.3 氯化亚锡溶液：400 g/L。

7.11.2.2.4 氯化钡溶液：250 g/L。

7.11.2.2.5 硫酸盐（SO₄）标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO₄ 计）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐（SO₄）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。

7.11.2.3 试验步骤

称取1.00 g \pm 0.01 g试样，置于50 mL烧杯中，加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4.00 mL硫酸盐（SO₄）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。

7.12 氯化物含量的测定

7.12.1 电位滴定法（仲裁法）

7.12.1.1 原理

用硝酸将溴离子氧化为溴，并加热蒸出。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电位突跃确定其反应终点。

7.12.1.2 试剂或材料

7.12.1.2.1 无水乙醇。

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

7.12.1.2.3 其他试剂同 GB/T 3050—2000 第 4 章。

7.12.1.3 仪器设备

同 GB/T 3050—2000 第 5 章

7.12.1.4 试验步骤

称取约 10 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中。加 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。

7.12.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯化物（以 Cl 计）质量分数 w_{10} 计，按公式（10）计算：

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

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，单位为克每摩尔(mol/L)；

m ——试样质量的数值，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 0.005 %。

7.12.2 离子色谱仪法

7.12.2.1 原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的阴离子在阴离子交换柱上发生交换—洗脱—再交换—再洗脱，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，从而测定氯化物含量。

7.12.2.2 试剂或材料

7.12.2.2.1 淋洗液：1 L 含 3.6 mmol Na_2CO_3 和 4.5 mmol NaHCO_3 。

7.12.2.2.2 氯（Cl）标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯（Cl）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。

7.12.2.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.12.2.3 仪器设备

离子色谱仪。

7.12.2.4 试验步骤

7.12.2.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 氯（Cl）标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。将离子色谱仪调至最佳色谱条件，进样 25 μ L 进行测定，记录色谱峰，测量峰面积。以氯（Cl）质量（mg）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.12.2.4.2 试验

用移液管移取 5 mL 试验溶液 B（见 7.11.1.4.1）量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。进样 25 μ L 进行测定，记录色谱峰，测量峰面积。根据峰面积从标准曲线上查出相应的氯（Cl）的质量。

7.12.2.5 试验数据处理

氯化物含量以氯化物（以 Cl 计）的质量分数 w_{10} 按公式（11）计算：

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中氯（Cl）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料（见 7.11.1.4.1）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 10 %。

7.13 溴酸盐含量的测定

7.13.1 离子色谱仪法（仲裁法）

7.13.1.1 原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的阴离子在阴离子交换柱上发生交换—洗脱—再交换—再洗脱，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，从而测定溴酸盐含量。

7.13.1.2 试剂或材料

7.13.1.2.1 淋洗液：1 L 含 3.6 mmol Na₂CO₃ 和 4.5 mmol NaHCO₃。

7.13.1.2.2 溴酸盐(BrO_3)标准溶液: 1 mL 溶液含溴酸盐(以 BrO_3 计) 0.01 mg, 用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的溴酸盐(BrO_3)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。

7.13.1.2.3 水: 符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.13.1.3 仪器设备

离子色谱仪。

7.13.1.4 试验步骤

7.13.1.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 溴酸盐(BrO_3)标准溶液, 置于 6 个 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。将离子色谱仪调至最佳色谱条件, 进样 25 μL 进行测定, 记录色谱峰, 测量峰面积。以溴酸盐(BrO_3)质量(mg)为横坐标, 对应的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

7.13.1.4.2 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B (见 7.11.1.4.1), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。进样 25 μL 进行测定, 记录色谱峰, 测量峰面积。根据峰面积从标准曲线上查出相应的溴酸盐(BrO_3)的质量。

7.13.1.5 试验数据处理

溴酸盐含量以溴酸盐(以 BrO_3 计)的质量分数 w_{11} 计, 按公式(12)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中溴酸盐(BrO_3)的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m ——试料(见 7.11.1.4.1)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算术平均值的 10 %。

7.13.2 限量比色法

7.13.2.1 原理

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。

7.13.2.2 试剂或材料

7.13.2.2.1 四氯化碳。

7.13.2.2.2 硫酸溶液: 1+9。

7.13.2.2.3 溴酸盐(BrO_3)标准溶液: 1 mL 溶液含溴酸盐(以 BrO_3 计) 0.1 mg, 用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的溴酸盐(BrO_3)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。

7.13.2.3 试验步骤

称取 $20.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 置于 150 mL 分液漏斗中, 加水至 50 mL, 加 10 滴硫酸溶液, 摇匀, 放置 10 min。加 5 mL 四氯化碳, 振摇 1 min, 静置 5 min, 反复操作三次。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 1 min, 静置 5 min, 反复操作三次。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 $10.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 加入 3.00 mL 溴酸盐(BrO_3)标准溶液, 与试料同时同样处理。

7.14 碳酸盐含量的测定

7.14.1 原理

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。

7.14.2 试剂或材料

7.14.2.1 95% 乙醇。

7.14.2.2 无二氧化碳的水。

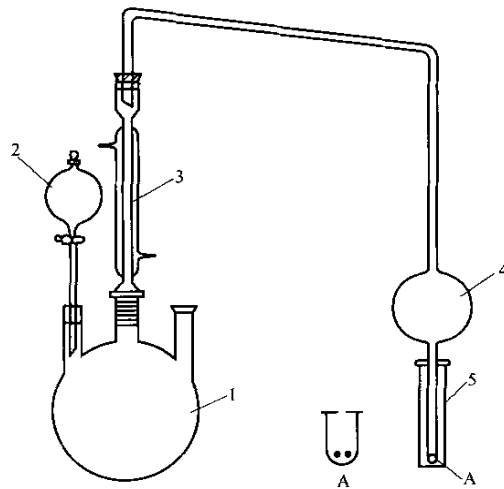
7.14.2.3 盐酸溶液: 1+3。

7.14.2.4 氢氧化钡溶液: 10 g/L。

7.14.2.5 碳酸盐(CO_3)标准溶液: 1 mL 溶液含 0.1 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(CO_3)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。

7.14.3 仪器设备

碳酸盐含量测定装置见图1。



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 1 碳酸盐含量测定装置

7.14.4 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，充分除尽系统内空气。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 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，加入2 mL碳酸盐(CO_3)标准溶液，与试样同时同样处理。

7.15 铵盐含量的测定

7.15.1 离子色谱仪法（仲裁法）

7.15.1.1 原理

试验溶液进入阳离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的铵离子在阳离子交换柱上发生交换—洗脱—再交换—再洗脱，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，从而测定铵盐含量。

7.15.1.2 试剂或材料

7.15.1.2.1 淋洗液：1 L 含 30 mmol/L 甲烷磺酸。

7.15.1.2.2 铵(NH_4)标准溶液：1 mL 溶液含铵(NH_4) 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铵(NH_4)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。

7.15.1.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

7.15.1.3 仪器设备

离子色谱仪。

7.15.1.4 试验步骤

7.15.1.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL铵(NH₄)标准溶液,置于6个100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将离子色谱仪调至最佳色谱条件,进样25 μL进行测定,记录色谱峰,测量峰面积。以铵(NH₄)质量(mg)为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

7.15.1.4.2 试验

称取约20 g试样,精确至0.01 g,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。进样25 μL进行测定,记录色谱峰,测量峰面积。根据峰面积从标准曲线上查出相应的铵(NH₄)的质量。

7.15.1.5 试验数据处理

铵盐含量以铵盐(以NH₄计)的质量分数 w_{12} 计,按公式(13)计算:

$$w_{12} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (13)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铵(NH₄)的质量的数值,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不大于算术平均值的10%。

7.15.2 限量比色法

7.15.3 原理

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。

7.15.4 试剂或材料

7.15.4.1 盐酸。

7.15.4.2 无氨的水。

7.15.4.3 无氨的氢氧化钠溶液: 100 g/L。

7.15.4.4 纳氏试剂。

7.15.4.5 铵(NH₄)标准溶液: 1 mL溶液含铵(NH₄) 0.01 mg,用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2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。该溶液现用现配。

7.15.5 仪器设备

铵盐含量测定装置见图2。

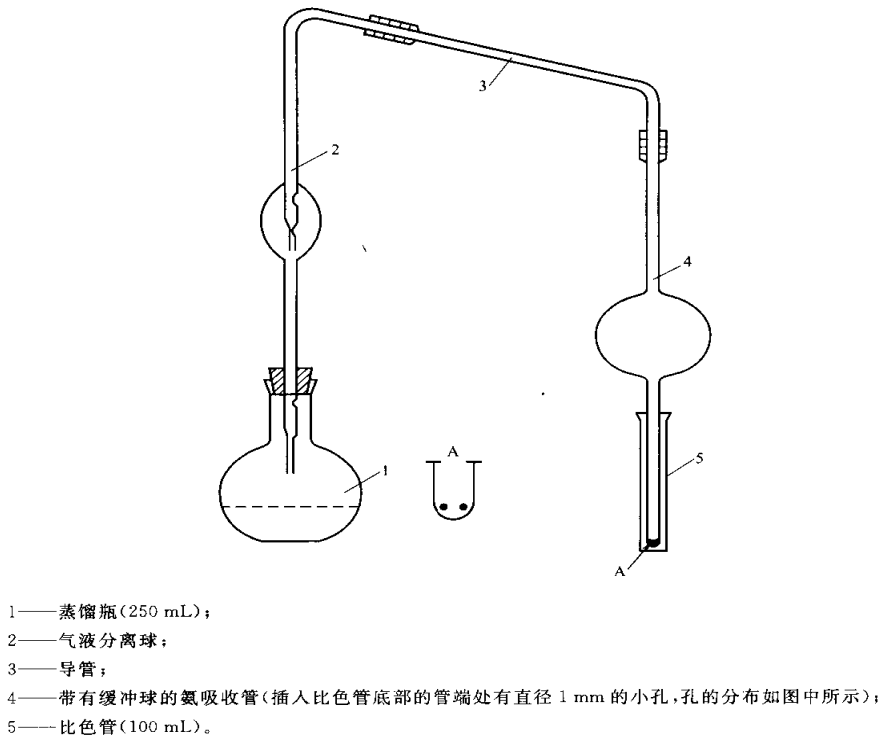


图2 铵盐含量测定装置

7.15.6 试验步骤

称取10.00 g±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1.00mL铵（NH₄）标准溶液，与试料同时同样处理。

8 检验规则

- 8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。
- 8.2 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类别的制冷机用溴化锂溶液为一批。每批产品不超过 10 t。
- 8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样玻璃管插入至桶深 3/4 处采样，将采得的样品混匀，总量不少于 500 mL，分装于两个清洁干燥的塑料瓶中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

8.4 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。

8.5 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。

9 标志、标签

9.1 制冷机用溴化锂溶液包装桶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、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的制冷机用溴化锂溶液产品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、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 制冷机用溴化锂溶液采用塑料桶包装，包装桶内盖盖严，外盖旋紧。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。。

10.2 制冷机用溴化锂溶液在运输过程中应有遮盖物，，防止雨淋、受热、受潮，避免阳光直晒。。

10.3 制冷机用溴化锂溶液应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。
