



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.13—2009
代替 GB/T 16484.13—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法

Chemical analysis methods of rare earth chloride and light rare earth carbonate—
Part 13: Determination of ammonium chloride content—
Distillation-titrimetry

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分 22 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：15 个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法；
- 第 5 部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：硫酸根量的测定；
- 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法；
- 第 14 部分：磷酸根量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法；
- 第 17 部分：碳酸稀土中水分量的测定；
- 第 18 部分：碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法；
- 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 23 部分：碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 16484 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 16484.13—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氯化铵量的测定》。

本标准与 GB/T 16484.13—1996 相比主要变化如下：

- 实验用水由二次蒸馏水代替无氨蒸馏水；
- 氢氧化钠浓度由 500 g/L 调整为 250 g/L，加入量由 40 mL 调整为 18 mL；
- 碳酸轻稀土测定范围由 0.30%~5.00% 调整为 0.30%~30.00%；
- 根据测定范围调整了称样量；
- 分析试液制备采取适量称大样，溶解定容后，再分取部分样品进行测定；
- 氯化铵含量计算公式中，相对摩尔质量由 0.050 5 调整为 53.46；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款；
- 对标准文本进行了编辑性修改。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分由广东珠江稀土有限公司起草。

本部分参加起草单位：山东淄博加华新材料资源有限公司、包钢稀土科技股份有限公司。

本部分主要起草人：邓汉芹、梁志杰、宋耀。

本部分参加起草人：刘延漠、王林玉、董三力、马永亮。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16484.13—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 13 部分：氯化铵量的测定

蒸馏-滴定法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氯化铵含量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氯化铵含量的测定。测定范围分别为：氯化稀土为 0.30%~5.00%；碳酸轻稀土为 0.30%~30.00%。

2 方法原理

在氯化稀土、碳酸轻稀土(加入盐酸溶解)的水溶液中,加入过量氢氧化钠溶液,加热蒸馏,分解出的氨和水蒸气用过量硫酸标准溶液吸收;过量的硫酸用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定,从而计算出氯化铵的含量。

3 试剂

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 酚酞指示剂:称取 0.1 g 酚酞溶于 100 mL 的乙醇(3+2)中。

3.4 氢氧化钠溶液(250 g/L):称取 250 g 氢氧化钠,加 1 000 mL 水溶解,加入 3.1 g 氯化钡,静置 2 h~3 h,加入 9.4 g 硫酸钠,充分搅匀,静置 24h,备用。

3.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})\approx 0.2$ mol/L。

3.5.1 配制:移取氢氧化钠溶液(3.4)15 mL,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5.2 标定:称取 0.50 g 预先在 105 °C 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾,精确至 0.000 1 g,于 300 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水溶解,滴加数滴酚酞指示剂(3.3)。用氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)滴定至红色不褪,即为终点。平行滴定四份,所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的体积极差值不大于 0.10 mL 时,取其平均值。按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c_1 = \frac{m}{204.22 \times V_1 \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

204.22——邻苯二甲酸氢钾的相对摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

3.6 溴甲酚绿-甲基红指示剂:称取 0.1 g 的溴甲酚绿溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。再称取 0.1 g 的甲基红溶于 100 mL 的乙醇(3+2)中。两者混合。

3.7 硫酸标准溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)\approx 0.2$ mol/L。

3.7.1 配制:移取 5 mL 硫酸(3.2),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.7.2 标定:移取 25.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)于 250 mL 锥形瓶中,加入 80 mL 水,滴加 3 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂(3.6),以硫酸标准溶液(3.7)滴定至红色为终点。平行滴定四份,所消耗

的硫酸标准溶液(3.7)的体积极差值不大于 0.10 mL 时,取其平均值。按式(2)计算硫酸标准溶液的实际浓度:

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c_2 ——硫酸标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——移取氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——消耗硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 仪器

蒸馏装置。

5 试样

- 5.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。
- 5.2 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

氯化铵含量范围(质量分数)/%	试料/g	分取试液体积/mL
0.30~1.50	10.00	50.00
>1.50~5.00	5.00	20.00
>5.00~30.00	5.00	10.00

6.2 测定次数

称取两份试样进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试样的溶解

- 6.4.1.1 氯化稀土试料:将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,用水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 6.4.1.2 碳酸轻稀土试料:将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水,滴加盐酸(3.1)溶解,完全溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 蒸馏

按表 1 移取试液从加料口注入预先盛有氢氧化钠溶液(3.4)的蒸馏瓶中,加入一定量的水,使蒸馏瓶中的溶液体积约 100 mL 左右。接好蒸馏装置,加热蒸馏至沸并保持 40 min。冷凝管出口(浸入液面以下),以预先盛有 15.00 mL 硫酸标准溶液(3.7)和 60 mL 水的锥形瓶接收。反应完毕,用水冲洗冷凝管壁 5 次,至吸收液体积为 150 mL 左右。

6.4.3 滴定

在吸收溶液(6.4.2)中,加 5 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂(3.6),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)

滴定至溶液刚呈蓝绿色即为终点。

7 分析结果的计算与表述

按式(3)计算氯化铵的质量分数(%)：

$$w(\text{NH}_4\text{Cl}) = \frac{(c_2V_2 - c_1V_1) \times 10^{-3}}{m} \times 53.46 \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- c_2 ——硫酸标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V_1 ——滴定时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_2 ——硫酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- m ——试料的质量，单位为克(g)；

53.46——氯化铵的相对摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%，重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得：

表 2

氯化铵质量分数/%	重复性限(r)/%
1.51	0.10
3.35	0.30
10.00	0.80
23.33	1.50
注：重复性限(r)为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列的允许差。

表 3

氯化铵含量范围(质量分数)/%	允许差/%
0.30~1.50	0.20
>1.50~5.00	0.50
>5.00~10.00	0.80
>10.00~20.00	1.50
>20.00~30.00	2.00

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时，应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。