

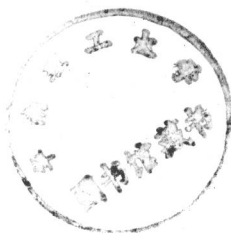


中华人民共和国国家标准

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

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of ammonium chloride content



C9709691

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氯化铵量的测定

GB/T 16484.13—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字

1996 年 12 月第一版 1996 年 12 月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-13324 定价 5.00 元

*

标 目 300—76

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氯化铵量的测定

GB/T 16484.13—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of ammonium chloride content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氯化铵含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氯化铵含量的测定。测定范围：0.30%~5.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

在氢氧化钠存在下，于蒸馏瓶内通过水蒸气加热试样，用过量的标准溶液吸收分解出的氨和水蒸气，过量硫酸从氢氧化钠标准溶液滴定从而计算出氯化铵的含量。

4 试剂

4.1 盐酸(1+1)。

4.2 氢氧化钠溶液：将40 mL 氢氧化钠溶液(500 g/L)，通过蒸馏装置先除氨。

4.3 溴甲酚绿-甲基红指示剂。

4.4 无氨蒸馏水：在蒸馏瓶内加入1 000 mL 普通蒸馏水，加0.1 mL 硫酸，加热蒸馏，弃去100 mL 初馏液，接取其蒸馏出液保存于带磨口的玻璃瓶中。

4.5 氯化铵标准溶液：称取经100℃烘2 h的光谱纯氯化铵2.000 0 g溶于2 000 mL 无氨蒸馏水中，此溶液1 mL含2 mg 氯化铵。

4.6 氢氧化钠标准滴定溶液(0.2 mol/L)

4.6.1 配制：称取20 g 氢氧化钠溶解于2 500 mL 水中，加入0.25 g 氯化钡，静置2~3 h，加入0.25 g 硫酸钠，充分搅匀，静置24 h，清液移入塑料瓶中。

4.6.2 标定：称取0.500 0 g 预先在105℃烘干2 h的苯二甲酸氢钾于锥形瓶中，加入100 mL 无氨蒸馏水(4.4)溶解，滴加了滴酚酞指示剂，用上述氢氧化钠溶液滴定至红色不褪，即为终点。平行滴定三份，取其平均值。

按公式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{m}{0.2042 \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——氢氧化钠标准溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

m ——苯二甲酸氢钾的质量, g。

4.7 硫酸标准溶液 [$c(1/2H_2SO_4)=0.2\text{ mol/L}$]

4.7.1 配制: 移取 25.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)于 250 mL 锥形瓶中, 加入 80 mL 无氨蒸馏水, 滴加 3 滴溴甲酚绿-甲苯红(4.3)混合指示剂, 以硫酸标准溶液(4.7)滴定至红色为终点, 平行测定三份, 所消耗的硫酸标准溶液(4.7)体积的极差不超过 0.1 mL 时, 取其平均值。

按公式(2)计算硫酸标准溶液的实际浓度:

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_2 ——硫酸标准溶液的实际浓度, mol/L;

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——移取氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——消耗硫酸标准溶液的体积, mL。

5 仪器

5.1 碱式滴定管。

5.2 水蒸馏装置。

6 试样

将试样破碎, 迅速置于称量瓶中, 立即称量。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定, 取其平均值。

7.2 试料

按表 1 称取试料, 精确至 0.000 1 g。

表 1

氮含量, %	试料, g
0.3~1.5	5.000 0
>1.5~5.0	1.000 0

7.3 测定

将试料(7.2)置于 100 mL 烧杯中, 氯化稀土试料用 10 mL 水溶解, 碳酸稀土试料加 10 mL 水, 10 mL 盐酸(4.1), 搅拌溶解, 试液从加料口注入预先盛有氢氧化钠的溶液(4.2)的蒸馏瓶中, 用水冲洗器壁九次, 接好仪器装置, 加热蒸馏至沸并保持 30 min, 冷凝管出口以预先盛有 20 mL 硫酸标准溶液(4.7)的锥形瓶接收, 至接收液为 200~250 mL, 取下, 加 5 滴溴甲酚绿-甲红混合指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)滴定至蓝绿色即为终点。

8 分析结果的计算与表述

按公式(3)计算试料中氯化铵的百分含量:

$$\text{NH}_4\text{Cl}(\%) = \frac{(c_1V_1 - c_2V_2) \times 0.0505}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： c_1 ——硫酸标准溶液的摩尔浓度，mol/L；
 V_1 ——硫酸标准溶液的体积，mL；
 c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；
 V_2 ——滴定时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；
 m ——试料的质量，g。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2		%
氯化铵含量		允许差
0.3~1.50		0.20
>1.50~5.00		0.30

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由广州珠江冶炼厂起草。

本标准主要起草人宋现来。