



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.13—2017  
代替 GB/T 16484.13—2009

---

## 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

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

2017-10-14 发布

2018-05-01 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《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 铈磷钼蓝分光光度法；
- 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。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 16484.13—2009《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法》。

本部分与 GB/T 16484.13—2009 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了方法 2 蒸馏-比色法测定(见第 1 章、第 3 章)；
- 修改了测定范围，原标准测定范围为氯化稀土 0.30%~5.00%、碳酸轻稀土 0.30%~30.00%，修改为方法 1 中氯化稀土的测定范围(质量分数)为 0.30%~5.00%，碳酸轻稀土的测定范围为 0.30%~30.00%；方法 2 中氯化稀土和碳酸轻稀土的测定范围(质量分数)均为：0.005 0%~1.50%。(见第 1 章)。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分起草单位：广东珠江稀土有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、山东淄博加华新材料资

**GB/T 16484.13—2017**

源有限公司、中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司、江苏金石稀土有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司、湖南稀土金属材料研究院、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：邓汉芹、冯新瑞、梁志杰、宋耀、金燕华、章洪丽、王长娇、刘延谟、刘志勇、王佳敏、王林玉、胡华兵、石翠萍、徐宁、张静、董三力、肖红梅、刘荣丽、黄葡英、马永亮、刘武齐、易师、张永进。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16484.13—1996、GB/T 16484.13—2009。

# 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

### 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量的测定。共包含两个方法，方法 1 蒸馏-滴定法，方法 2 蒸馏-比色法。方法 1 中氯化稀土的测定范围(质量分数)为 0.30%~5.00%，碳酸轻稀土的测定范围为 0.30%~30.00%；方法 2 中氯化稀土和碳酸轻稀土的测定范围(质量分数)均为：0.005 0%~1.50%。

### 2 方法 1：蒸馏-滴定法

#### 2.1 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的硫酸标准溶液吸收；过量的硫酸用氢氧化钠标准溶液进行滴定，从而计算出氯化铵的量。

#### 2.2 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水为无氨水，可用离子交换法或蒸馏法制备。

2.2.1 盐酸(1+1)。

2.2.2 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

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

2.2.4 氢氧化钠溶液(250 g/L)：称取 250 g 氢氧化钠，加 1 000 mL 水溶解，充分搅匀，备用。

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

a) 配制：移取氢氧化钠溶液(2.2.4)15 mL，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

b) 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(2.2.3)。用上述氢氧化钠溶液[2.2.5a)]滴定至红色不褪，即为终点。平行滴定 4 份，所消耗的氢氧化钠溶液[2.2.5a)]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：

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

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溶液的体积，单位为毫升(mL)；