# ГОСТ 2082.16-81 Концентраты молибденовые. Метод определения рения (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 2082.16-81

Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения рения

Molibdenum concentrates.
Method for the determination of rhenium content

ОКСТУ 1741

Дата введения 1982-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.П.Хабарова (руководитель темы), С.А.Балахнина, В.К.Ваулина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.02.81 N 1196

3. ВЗАМЕН ГОСТ 2082.16-71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела |
| ГОСТ 2082.0-81 | 1.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 2 |
| ГОСТ 4108-72 | 2 |
| ГОСТ 4139-75 | 2 |
| ГОСТ 4147-74 | 2 |
| ГОСТ 8677-76 | 2 |
| ГОСТ 20490-75 | 2 |
| ГОСТ 27067-86 | 2 |
| ТУ 6-09-5384-88 | 2 |

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 N 1594

6. Переиздание (март 1996 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1986 г. и октябре 1991 г. (ИУС 3-87, 1-92)

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения рения (при массовой доле от 0,001 до 0,12%).

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет соединения рения с роданидом в растворе соляной кислоты 5 моль/дм.

Мешающие определению рения компоненты отделяют спеканием навески концентрата с окисью кальция.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа - по ГОСТ 2082.0-81.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77 и разбавленная 1:1, раствор с объемной долей 20%.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86, раствор 200 г/дм.

Калий роданистый по ГОСТ 4139-75, раствор 200 г/дм.

Барий хлористый по ГОСТ 4108-72, раствор 100 г/дм.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75.

Кальция окись по ГОСТ 8677-76.

Олово двухлористое по ТУ 6-09-5384-88, раствор 350 г/дм; готовят следующим образом: 35 г соли растворяют в 10 см горячей концентрированной соляной кислоты (или в соляной кислоте с объемной долей 20%), охлаждают и разбавляют водой до 100 см.

Железо хлорное по ГОСТ 4147-74, раствор 100 г/дм; готовят следующим образом: 10 г хлорного железа растворяют в 100 см воды, подкисляют соляной кислотой.

Калия перренат.

Стандартные растворы рения:

раствор А; готовят следующим образом: 1,553 г перрената калия растворяют при нагревании в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см раствора А содержит 1 мг рения;

раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 10 см раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см раствора Б содержит 0,01 мг рения.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1-2 г смешивают в фарфоровом тигле с 3-5 г окиси кальция и 0,1-0,2 г марганцовокислого калия, покрывают сверху 2-3 г окиси кальция, помещают в муфельную печь, постепенно повышают температуру печи до 650 °С и спекают при этой температуре 2 ч.

Спек охлаждают, помещают в стакан вместимостью 500-600 см, приливают 200 см воды и кипятят 2 ч, перемешивая и разбивая комки стеклянной палочкой. Раствор фильтруют с помощью водоструйного насоса через воронку Бюхнера. Осадок промывают 5-6 раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды помещают в стакан вместимостью 500-600 см и упаривают до объема 50 см, приливают 5-6 см раствора хлористого бария и нагревают до кипения. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 2-3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 25 см отмеривают аликвотную часть, содержащую 1-30 мкг рения, приливают 10 см соляной кислоты, 0,5 см раствора хлорного железа, доливают водой до объема 20 см, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают при перемешивании 2 см раствора роданида аммония (калия) и 1 см раствора двухлористого олова, доливают до метки водой и снова перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание рения в миллиграммах устанавливают по градуировочному гр

афику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 25 сммикробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не вносят. Во все колбы приливают по 10 см соляной кислоты, доливают водой до объема 20 см, охлаждают, приливают по 0,5 см раствора хлорного железа, по 2 смраствора роданистого аммония (калия), по 1 см раствора хлористого олова, доливают до меток водой, перемешивают и далее поступают так, как указано в п.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор не вводили.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям рения строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

1.1. Массовую долю рения () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - количество рения, найденное по градуировочному графику, мг;

 - объем испытуемого раствора в мерной колбе, см;

 - масса навески концентрата, г;

 - объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.2. Разность результатов параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности 0,95 не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости () и воспроизводимости (), приведенных в таблице.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| Массовая доля рения, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|  | параллельных определений () | анализов () |
| Oт 0,0010 до 0,0020 включ. | 0,0006 | 0,0010 |
| Св. 0,002 " 0,004 " | 0,001 | 0,003 |
| " 0,004 " 0,008 " | 0,002 | 0,003 |
| " 0,008 " 0,016 " | 0,003 | 0,005 |
| " 0,016 " 0,030 " | 0,007 | 0,010 |
| " 0,03 " 0,06 " | 0,02 | 0,04 |
| " 0,06 " 0,12 " | 0,03 | 0,04 |

(Введен дополнительно, Изм. N 2).