УДК 622.346.2-15:546.719.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения рения

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of rhenium content

ГОСТ 2082.16—81

Взамен
ГОСТ 2082.16—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения рения (при содержании от 0,001 до 0,1 %).

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

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2080.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, раствор 200 г/дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор 200 г/дм³.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, раствор 350 г/дм³; готовят следующим образом: 35 г соли растворяют в 10 см³ горячей соляной кислоты, охлаждают и разбавляют водой до 100 см³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г хлорного железа растворяют в 100 см^3 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^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг рения;

раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг рения.

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^3, приливают 200 см^3 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^3 и упаривают до объема 50 см^3, приливают 5—6 см^3 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^3, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 25 см^3 отмеривают аликвотную часть, содержащую 5—30 мг рения, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 0,5 см^3 раствора хлорного железа, доливают водой до объема 20 см^3, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают при перемешивании 2 см^3 раствора роданида аммония (калия) и 1 см^3 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 графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 25 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не вносят. Во все колбы приливают по 10 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 20 см³, охлаждают, приливают по 0,5 см³ раствора хлорного железа, по 2 см³ раствора роданистого аммония (калия), по 1 см³ 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.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю рения (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где C — количество рения, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см³.

Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля рения, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,002	0,0006
Св. 0,002 » 0,004	0,001
» 0,004 » 0,008	0,002
» 0,008 » 0,016	0,004
» 0,016 » 0,03	0,008
» 0,03 » 0,06	0,02
» 0,06 » 0,12	0,03

Изменение № 1 ГОСТ 2082.16—81 Концентраты молибденовые. Метод определения рения

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3885 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 64)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.16—81)

Вводная часть. Второй абзац. Исключить значение: 5 н.; дополнить значением: 5 моль/дм^3.

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.16—81 Концентраты молибденовые. Метод определения рения

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании от 0,001 до 0,1 %» на «при массовой доле от 0,001 до 0,12 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2080.0—81 на ГОСТ 2082.0—81.

Раздел 2. Заменить ссылку: СТ СЭВ 222—75 на ГОСТ 27067—86;

второй абзац изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, раствор с объемной долей 20 %»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Олово двухлористое по ТУ 6—09—5384—88, раствор 350 г/дм³; готовят следующим образом: 35 г соли растворяют в 10 см³ горячей концентрированной соляной кислоты (или в соляной кислоте с объемной долей 20 %), охлаждают и разбавляют водой до 100 см³».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «содержащую 5—30 мг рения» на «содержащую 1—30 мкг рения».

Пункт 4.1. Последний абзац и таблицу исключить.

(Продолжение см. с. 30)

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля рения, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 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

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru