

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

20.04.82
м.п. 3.87

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 двуххлористое 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.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г хлорного железа растворяют в 100 см³ 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 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг рения;

раствор Б; готовят следующим образом: отмеривают микробюреткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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°C и спекают при этой температуре 2 ч.

Спек охлаждают, помещают в стакан вместимостью 500—600 см³, приливают 200 см³ 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 см³ и упаривают до объема 50 см³, приливают 5—6 см³ 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 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 25 см³ отмеривают аликвотную часть, содержащую 5—30 мг рения, приливают 10 см³ соляной кислоты, 0,5 см³ раствора хлорного железа, доливают водой до объема 20 см³, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают при перемешивании 2 см³ раствора роданида аммония (калия) и 1 см³ 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 № 3888 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741,

(Продолжение см. с. 64)

Вводная часть. Второй абзац. Исключить значение: 5 н.; дополнить значением: 5 моль/дм³.

(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 двуххлористое 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 сходности (d_{cx}) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля рения, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений (d_{cx})	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.)