

## КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения рения

Molibdenum concentrates.  
Method for the determination  
of rhenium contentГОСТ  
2082.16—81Взамен  
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.И.С.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/дм<sup>3</sup>.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, раствор 350 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 35 г соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, охлаждают и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг рения;

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и упаривают до объема 50 см<sup>3</sup>, приливают 5—6 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> отмеривают aliquотную часть, содержащую 5—30 мг рения, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, доливают водой до объема 20 см<sup>3</sup>, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают при перемешивании 2 см<sup>3</sup> раствора роданида аммония (калия) и 1 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого 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 см<sup>3</sup> микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не вносят. Во все колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до объема 20 см<sup>3</sup>, охлаждают, приливают по 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, по 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония (калия), по 1 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г;

$V_1$  — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см<sup>3</sup>.

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)*

---

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.16—81)

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

(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/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 35 г соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> горячей концентрированной соляной кислоты (или в соляной кислоте с объемной долей 20 %), охлаждают и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>».

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 ( $d_{сх}$ ) 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.)