

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

ГОСТ 12347—77

Издание официальное

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

Методы определения фосфора

Alloy and high-alloy steels.
Methods for determination of phosphorus

ГОСТ

12347-77

ОКСТУ 0809

Срок действия	с 01.07.78
	до 01.07.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и экстракционно-фотометрический методы определения фосфора (при массовой доле фосфора от 0,002 до 0,25%) в легированных и высоколегированных сталях.

Визуальный колориметрический метод определения фосфора и титриметрический метод определения фосфора даны в рекомендуемых приложениях 1 и 2.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Определение фосфора в сталях с массовой долей вольфрама до 5%, никеля до 5%, содержащих хром (при отношении массовой доли хрома к массовой доле фосфора не более 200)

2.1.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой фосфорномолибденовой гетерополикислоты $H_3[P(Mo_{12}O_{40})] \cdot n \cdot H_2O$ и последующем восстановлении ее в азотно-хлорнокислом растворе до синего комплексного соединения аскорбиновой кислотой, или в солянокислой среде ионами двухвалентного железа в присутствии соответственно антимонилтартрата калия или гидрохлорида гидроксиамина. Комплекс устойчив не менее 1,5 ч. Применение азотной

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

кислоты для растворения навески препятствует улетучиванию фосфора в виде фосфористого водорода.

Трехвалентный фосфор предварительно окисляют до пятивалентного марганцовокислым калием.

Ванадий при массовой доле его до 5% определению не мешает. Мешают титан, цирконий и ниобий.

Мешающее действие мышьяка устраниют отгонкой его в виде реххlorистого мышьяка.

Марганец мешает определению при массовой доле его более 3%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. Аппаратура, реактивы

Спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другого типа, обеспечивающие такую же точность измерения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1, 1:2, 1:4, 1:10 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:3, 1:100 и плотностью 1,105 г/см³. Для приготовления раствора соляной кислоты плотностью 1,105 г/см³ 560 см³ соляной кислоты разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Аммоний бромистый по ГОСТ 19275—73, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1, 1:100.

Гидроксиамина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, раствор следует хранить в кварцевом или полиэтиленовом сосуде. Для перекристаллизации 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80°C, раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до комнатной температуры, приливают при перемешивании 300 см³ этилового спирта, дают осадку отстояться в течение 1 ч и отфильтровывают его на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера под вакуумом, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высыпают на воздухе.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, дважды перекристаллизованный: 100 г реактива растворяют в 150 см³ воды при нагревании, после чего выливают раствор тонкой

струей в фарфоровую чашку, энергично перемешивая его стеклянной палочкой. Когда раствор охладится до комнатной температуры, чашку с кристаллами охлаждают в холодной проточной воде, изредка перемешивая его стеклянной палочкой. После охлаждения кристаллы отфильтровывают под вакуумом, пользуясь водоструйным насосом, на пористую стеклянную пластинку воронки и промывают 2 раза по 5 см³ ледяной водой.

Осадок на фильтре растворяют в 4—5 приемов в 80 см³ горячей воды и кристаллизацию повторяют. Кристаллы фосфорнокислого калия однозамещенного высушивают при температуре (110±5)°С до постоянной массы.

Стандартные растворы фосфорнокислого калия однозамещенного:

р а с т в о р А с массовой концентрацией фосфора 0,0001 г/см³: 0,4393 г калия фосфорнокислого однозамещенного помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 100 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают;

р а с т в о р Б с массовой концентрацией фосфора 0,00001 г/дм³: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Реакционная смесь: 1,74 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ воды при нагревании, прибавляют 50 см³ азотной кислоты, охлаждают, доливают водой до 250 см³ и перемешивают; готовят перед употреблением.

Калия антимонилтартрат, по нормативно-технической документации; раствор с массовой концентрацией 3 г/дм³.

Железо (III) хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³: 40 г хлорного железа растворяют в 200—300 см³ воды при нагревании, отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Вместо раствора хлорного железа может быть использован азотнокислый раствор железа с массовой концентрацией 17 г/дм³. 8,5 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 400 см³, постепенно прибавляют 150 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, и растворяют навеску при нагревании. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 500 см³, стакан и осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей водой. Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Кислота хлорная, плотностью 1,54 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).