

钢铁化学分析

上海第一钢铁厂中心试验室 上海师范大学化学系 合编

上海人民出版社

75.25/
115.2

钢铁化学分析

上海第一钢铁厂中心试验室
上海师范大学化学系 合编

上海人民出版社

钢 铁 化 学 分 析

上海第一钢铁厂中心试验室 合编
上海师范大学化学系

上海人民出版社出版

(上海绍兴路5号)

新华书店上海发行所发行 上海中华印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张 20 字数 467,000

1977年7月第1版 1977年7月第1次印刷

统一书号: 15171·281 定价: 1.15 元

毛主席语录

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

通过实践而发现真理，又通过实践而证实真理和发展真理。

前 言

“无产阶级文化大革命是使我国社会生产力发展的一个强大的推动力。”

我国广大钢铁工人,经受了无产阶级文化大革命的锻炼,更加意气风发,斗志昂扬,目前正在为实现毛主席提出的,周总理在四届人大政府工作报告中重申的,在本世纪内全面实现农业、工业、国防和科学技术的现代化,使我国国民经济走在世界前列的宏伟目标而努力奋斗。

钢铁化学分析是钢铁生产的一个重要环节。近年来,我国从事化学分析的同志,在毛主席的革命路线指引下,坚持“独立自主、自力更生”的方针,大搞群众运动,研制了一种新型的有机显色剂,创造了一个个快速、准确的分析方法,为多炼钢、炼好钢提供了有利条件。

恩格斯指出:“经验自然科学积累了如此庞大数量的实证的知识材料,以致在每一个研究领域中系统地依据材料的内在联系把这些材料加以整理的必要,就简直成为无可避免的。”为了国内近年来在钢铁化学分析方面取得的一些新成果,满足广大分析工作者迫切要求提高技术水平和掌握新的分析方法的需要,我们厂、校结合,化验工人、技术人员和革命教师共同努力,根据多年的工作实践,并吸收高校的一些教改经验,参考国内外发表的有关资料,编写了这本《钢铁化学分析》。

本书共分五章,第一章钢中常见元素的存在状态及其分解,第二章比色分析法,第三章容量分析法,第四章重量分析法,第五章溶液的配制。由于比色分析目前在钢铁分析中占很大比重,而且近年来发展较快,因此在编写中作为重点。

理论的基础是实践,又转过来为实践服务。我们对本书涉及到的一些重要技术条件,大多都作了复试,并对其中某些错误的地方作了修正。在写法上力求理论与实践的统一,使本书既是一本较好的操作规程,又是一本说明有关理论的参考书,因此在编写形式上,不是按元素划分,而是按显色剂或反应的类型,将有关方法加以归类。为了便于分析工作者对所选用的分析方法及某元素的分析情况有较全面的了解,于全书目录之后还专门编列了“钢铁元素分析方法索引”。此外,本书所涉及到的反应式与结构式都尽可能予以列出。

在本书编写过程中,得到了上海材料研究所、上海机械学院、上海化工学院、上海钢铁研究所、上海沪东造船厂、上海第五钢铁厂及中国科学院上海冶金研究所等单位有关同志的热情支持和帮助,在此谨表示感谢。

由于我们认真读马列和毛主席著作不够,加上业务水平有限,在考虑问题和编写过程中,一定有不少缺点和错误,恳切希望同志们批评指正。

编 者 1976年3月

32827

目 录

第一章 钢中常见元素的存在状态及其分解

第一节 钢中常见元素的存在状态	1
第二节 钢铁试样的分解	6

第二章 比色分析法

第一节 比色分析的特点	10
第二节 比色分析的基本原理	11
一、光的吸收定律(比耳定律)	11
二、比耳定律的适用范围	12
三、有色物质对光的选择吸收——波长的选择	14
四、确定被测物质浓度的方法	16
五、浓溶液示差比色法	17
第三节 影响比色分析的因素	18
一、显色反应的选择	19
二、显色剂浓度的影响	20
三、酸度的影响	21
四、时间的影响	22
五、温度的影响	22
六、共存离子的影响及其消除方法	23
七、空白溶液的选择	24
八、光度误差	25
九、其他影响因素	26
第四节 比色分析中的显色剂	27
一、生色理论	27
二、钢铁化学分析中常用的显色剂	31
第五节 光电比色计的构造与使用	31
一、72 型光电分光光度计的构造	32
二、72 型光电分光光度计的使用	34
三、72 型光电分光光度计的检查及常见故障与维修	35
四、581G 型光电比色计的构造和使用	37
第六节 显色剂的应用	38
一、硫氰酸盐的应用	38
(一)硫氰酸盐有色络合物的一般特性及其测定条件	38
(二)应用	41
1. 钼的测定	41
(1)硫氰酸盐比色法测定钢中钼	42

(2) 硫氰酸盐、硫脲还原比色法测定高合金钢中钼	44
(3) 硫氰酸盐-乙酸乙酯萃取比色法测定钢中低含量钼	45
2. 钨的测定	46
(1) 硫氰酸盐直接比色法测定钢中钨	47
(2) 氯化四苯肼-氯仿萃取硫氰酸盐比色法测定钢中钨	49
二、杂多酸的应用	51
(一) 杂多酸的一般特性及其测定条件	51
(二) 应用	55
1. 硅的测定	55
(1) 硅钼杂多蓝直接比色法测定钢中硅	56
(2) 硅钼杂多蓝示差比色法测定钢中高含量硅	58
(3) 硅钼杂多蓝直接比色法测定碳钢、低合金钢中低含量硅	59
(4) 铜铁试剂分离, 正丁醇萃取硅钼杂多蓝比色法测定钢中微量硅	60
2. 磷的测定	61
(1) 磷钼杂多蓝直接比色法测定钢中磷	63
(2) 氟化钠-氯化亚锡水浴加热比色法测定生铁中磷	65
(3) 正丁醇-氯仿萃取比色法测定钢中磷	67
3. 砷的测定	68
砷钼杂多蓝萃取比色法测定钢中砷	70
三、变色酸及其偶氮衍生物在分析上的应用	71
(一) 概述	71
(二) 应用	77
1. 钛的测定	77
变色酸比色法测定钢中钛	79
2. 稀土元素的测定	81
(1) 铜试剂沉淀分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中稀土元素	81
(2) 甲基异丁基酮(MIBK) 萃取, 铜试剂沉淀分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中微量稀土元素	83
3. 锆的测定	84
(1) 对溴(氯)苦杏仁酸沉淀-偶氮胂 III 比色法测定钢中锆	85
(2) 钼试剂-苯萃取分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中锆	86
(3) 不分离偶氮胂 III 直接比色法测定钢中锆	88
4. 铌的测定	89
氯代磺酚 S 比色法测定钢中铌	92
四、三苯甲烷型显色剂的应用	94
(一) 概述	94
(二) 应用	100
1. 铝的测定	100
(1) 铬天青 S 直接比色法测定碳钢、低合金钢中铝	104
(2) 铜铁试剂沉淀分离-铬天青 S 比色法测定钢中铝	105
(3) 甲基异丁基酮(MIBK) 分离-铬天青 S 比色法测定碳钢中微量铝	107
2. 铈的测定	108
二甲酚橙比色法测定钢中铈	109
3. 锡的测定	110
茜素紫比色法测定钢中锡	111
五、肟和亚硝基有机化合物的应用	113
(一) 概述	113
(二) 应用	114

1. 镍的测定	114
(1) 过硫酸铵氧化-丁二酮肟比色法测定钢中镍	115
(2) 碘氧化-丁二酮肟比色法测定钢中镍	116
2. 钴的测定	117
(1) 亚硝基 R 盐直接比色法测定钢中钴	119
(2) 氧化锌分离-亚硝基 R 盐比色法测定钢中钴	120
(3) 甲基异丁基酮 (MIBK) 分离-亚硝基 R 盐比色法测定钢中钴	121
六、其他有机显色剂的应用	122
(一) 概述	122
(二) 应用	123
1. 钛的测定	123
二安替比林甲烷 (DAM) 比色法测定钢中钛	123
2. 钒的测定	125
钼试剂 (N-苯甲酰-N-苯基羟胺, NBPHA) 萃取比色法测定钢中钒	127
3. 硼的测定	130
(1) 1-羟基-4-(对甲苯胺基)-蒽醌 (HPTA) 比色法测定钢中硼	135
(2) 次甲基蓝-二氯乙烷萃取比色法测定钢中硼	137
4. 铜的测定	139
(1) 双环己酮草酰双脲 (BCO) 直接比色法测定钢中铜	141
(2) 甲基异丁基酮 (MIBK) 萃取分离-BCO 比色法测定钢中微量铜	143
(3) 二乙氨基二硫代甲酸钠 (DDTC) 直接比色法测定钢中铜	144
(4) 新亚铜灵 (2, 9-二甲基邻啡啉)-氯仿萃取比色法测定钢中铜	145
5. 钴的测定	146
4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1, 3-二氨基苯 (5-Cl-PADAB) 比色法测定钢中钴	147
6. 镁的测定	148
(1) 铜试剂分离-二甲苯胺蓝 II 比色法测定球墨铸铁中镁	151
(2) 铜试剂分离-铬黑 T 比色法测定球墨铸铁中镁	152
七、氧化还原反应的应用	154
(一) 概述	154
(二) 应用	155
1. 锰的测定	155
(1) 高碘酸盐氧化比色法测定钢中锰	156
(2) 过硫酸铵-银盐氧化直接比色法测定钢中锰	158
(3) 过硫酸铵-银盐氧化室温显色比色法测定钢中锰	159
2. 铬的测定	160
二苯基碳酰二肼比色法测定钢中铬	162

第三章 容量分析法

第一节 容量分析的基本原理	164
一、容量分析的特点	164
二、容量分析的主要方法及滴定反应的条件	164
三、滴定过程中被测物质浓度的变化——滴定曲线	165
四、滴定终点的确定——指示剂及其选择	168
五、容量分析的误差	173
六、容量分析中的计算	177
第二节 容量分析的应用	179

一、中和法的应用	182
(一)在水溶液中滴定	182
(二)非水滴定	183
(三)应用	185
1. 氮的测定	185
碱蒸馏容量法测定钢中氮	185
2. 磷的测定	186
酸碱容量法测定钢中磷	186
3. 碳的测定	188
(1)燃烧-容积法测定钢中碳	189
(2)甲醇-丙酮非水测定钢中碳	191
(3)乙醇-乙醇胺非水测定钢中碳	192
(4)钢铁中碳(乙醇-乙醇胺法)硫(碘酸钾法)的光电自动滴定	193
二、氧化还原法的应用	196
(一)氧化还原反应的特点及条件	196
(二)钢铁化学分析中常用的氧化剂和还原剂	202
(三)应用	204
1. 硫的测定	205
燃烧碘量法测定钢中硫	205
2. 铬的测定	208
(1)过硫酸铵、银盐氧化-亚铁容量法测定钢中铬	209
(2)高氯酸氧化-亚铁容量法测定钢中铬	210
3. 钒的测定	211
高锰酸钾氧化-亚铁容量法测定钢中钒	213
4. 锰的测定	214
(1)磷酸、硝酸铵氧化-三价锰容量法测定钢中锰	215
(2)过硫酸铵、银盐氧化-亚砷酸钠、亚硝酸钠容量法测定钢中锰	216
三、络合滴定法的应用	217
(一)氨羧络合剂及其分析特性	217
(二)酸度对络合滴定的影响	220
(三)提高络合滴定选择性的方法	223
(四)络合滴定的方式	225
(五)应用	225
1. 铝的测定	225
(1)铜试剂分离-EDTA 容量法测定钢中高含量铝	228
(2)铜试剂分离-TTHA 容量法测定钢中高含量铝	229
2. 镁的测定	231
氢氧化钠、三乙醇胺、铜试剂分离-EDTA 容量法测定球墨铸铁中镁	231
3. 镍的测定	233
丁二酮肟沉淀分离-EDTA 容量法测定钢中镍	235

第四章 重量分析法

第一节 重量分析概述	237
第二节 重量分析对沉淀的要求	237
一、对沉淀的要求	237
二、沉淀剂的选择和有机沉淀剂	237

三、沉淀条件对沉淀溶解度、类型和纯度的影响	242
第三节 将沉淀转变为称量形式	245
一、过滤和洗涤	245
二、沉淀的烘干和灼烧	246
第四节 重量分析的计算	246
第五节 应用	247
一、二氧化硅重量法测定钢中硅	247
二、硫酸钡重量法测定钢中硫	249
三、丁二酮肟重量法测定钢中镍	250
四、辛可宁重量法测定钢中钨	251

第五章 溶液的配制

第一节 溶液的浓度及其计算	255
第二节 容量分析中标准溶液的配制和标定	258
第三节 比色分析中标准溶液的配制	268

附 录

一、弱酸的电离常数表	274
二、弱碱的电离常数表	275
三、标准电极电位表	275
四、难溶化合物的溶度积	276
五、常见金属离子同某些氨羧络合剂络合物的稳定常数(对数)	278
六、不同 pH 时某些氨羧络合剂的 $\lg \alpha_H$	278
七、不同 pH 时金属离子与 EDTA 络合物的表观稳定常数(对数)	279
八、金属离子与某些络合指示剂络合物的稳定常数(对数)	279
九、金属氢氧化物沉淀 pH 值	280
十、常用的缓冲溶液	280
十一、酸碱指示剂	281
十二、混合酸碱指示剂	285
十三、常用的氧化还原指示剂	287
十四、金属指示剂	287
十五、用铜试剂(二乙氨基二硫代甲酸钠, DDTG)萃取某些金属离子的条件	292
十六、用铜铁试剂(N-亚硝基-苯胍铵)萃取某些金属离子的条件	292
十七、用噻吩甲酰三氟丙酮(TTA)萃取某些金属离子的条件	293
十八、用甲基异丁基酮(MIBK)萃取某些金属离子的条件	294
十九、常用酸和氨水的近似当量	294
二十、常用掩蔽剂掩蔽金属离子的条件	295
二十一、金属离子的掩蔽剂	296
二十二、基准物质及其干燥温度	299
二十三、防毒常识	300

二十四、分析允许误差范围·····	302
二十五、容积法定碳分析值补正系数表·····	304
二十六、各种温度下的水蒸汽压力·····	305
二十七、国际原子量表·····	306

钢铁元素分析方法索引

一、碳的测定

- I. 燃烧-容积法测定钢中碳189
- II. 甲醇-丙酮非水测定钢中碳191
- III. 乙醇-乙醇胺非水测定钢中碳192
- IV. 钢铁中碳(乙醇-乙醇胺法)硫(碘酸钾法)的光电自动滴定193

二、硫的测定

- I. 燃烧碘量法测定钢中硫205
- II. 硫酸钡重量法测定钢中硫249

三、磷的测定

- I. 磷钼杂多蓝直接比色法测定钢中磷63
- II. 氯化钠-氯化亚锡水浴加热比色法测定生铁中磷65
- III. 正丁醇-氯仿萃取比色法测定钢中磷67
- IV. 酸碱容量法测定钢中磷186

四、硅的测定

- I. 硅钼杂多蓝直接比色法测定钢中硅56
- II. 硅钼杂多蓝示差比色法测定钢中高含量硅58
- III. 硅钼杂多蓝直接比色法测定碳钢、低合金钢中低含量硅59
- IV. 铜铁试剂分离, 正丁醇萃取硅钼杂多蓝比色法测定钢中微量硅60
- V. 二氧化硅重量法测定钢中硅247

五、锰的测定

- I. 高碘酸盐氧化比色法测定钢中锰156
- II. 过硫酸铵-银盐氧化直接比色法测定钢中锰158
- III. 过硫酸铵-银盐氧化室温显色比色法测定钢中锰159
- IV. 磷酸、硝酸铵氧化-三价锰容量法测定钢中锰215
- V. 过硫酸铵、银盐氧化-亚砷酸钠、亚硝酸钠容量法测定钢中锰216

六、铝的测定

- I. 铬天青S直接比色法测定碳钢、低合金钢中铝104
- II. 铜铁试剂沉淀分离-铬天青S比色法测定钢中铝105
- III. 甲基异丁基酮(MIBK)分离-铬天青S比色法测定碳钢中微量铝107
- IV. 铜试剂分离-EDTA容量法测定钢中高含量铝228
- V. 铜试剂分离-TTHA容量法测定钢中高含量铝229

七、铬的测定

- I. 二苯基碳酰二肼比色法测定钢中铬162
- II. 过硫酸铵、银盐氧化-亚铁容量法测定钢中铬209
- III. 高氯酸氧化-亚铁容量法测定钢中铬210

八、镍的测定

- I. 过硫酸铵氧化-丁二酮肟比色法测定钢中镍115
- II. 碘氧化-丁二酮肟比色法测定钢中镍116
- III. 丁二酮肟沉淀分离-EDTA容量法测定钢中镍235
- IV. 丁二酮肟重量法测定钢中镍250

九、铜的测定

- I. 双环己酮草酰双脒(BCO)直接比色法测定钢中铜141
- II. 甲基异丁基酮(MIBK)萃取分离-BCO比色法测定钢中微量铜143
- III. 二乙氨基二硫代甲酸钠(DDTO)直接比色法测定钢中铜144

IV. 新亚铜灵(2, 9-二甲基邻啡罗啉)-氯仿萃取比色法测定钢中铜	145
十、钨的测定	
I. 硫氰酸盐直接比色法测定钢中钨	47
II. 氯化四苯腈-氯仿萃取硫氰酸盐比色法测定钢中钨	49
III. 辛可宁重量法测定钢中钨	251
十一、钼的测定	
I. 硫氰酸盐比色法测定钢中钼	42
II. 硫氰酸盐、硫脲还原比色法测定高合金钢中钼	44
III. 硫氰酸盐-乙酸乙酯萃取比色法测定钢中低含量钼	45
十二、钒的测定	
I. 钽试剂(N-苯甲酰-N-苯基羟胺, NBPHA)萃取比色法测定钢中钒	127
II. 高锰酸钾氧化-亚铁容量法测定钢中钒	213
十三、钛的测定	
I. 变色酸比色法测定钢中钛	79
II. 二安替比林甲烷(DAM)比色法测定钢中钛	123
十四、硼的测定	
I. 1-羟基-4-(对甲苯胺基)-蒽醌(HPTA)比色法测定钢中硼	135
II. 次甲基蓝-二氯乙烷萃取比色法测定钢中硼	137
十五、铌的测定	
I. 氯代磺酚 S 比色法测定钢中铌	92
II. 二甲酚橙比色法测定钢中铌	109
十六、钴的测定	
I. 亚硝基 R 盐直接比色法测定钢中钴	119
II. 氧化锌分离-亚硝基 R 盐比色法测定钢中钴	120
III. 甲基异丁基酮(MIBK)分离-亚硝基 R 盐比色法测定钢中钴	121
IV. 4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1, 3-二氨基苯(5-Cl-PADAB)比色法测定钢中钴	147
十七、锆的测定	
I. 对溴(氯)苦杏仁酸沉淀-偶氮胂 III 比色法测定钢中锆	85
II. 钽试剂-苯萃取分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中锆	86
III. 不分离偶氮胂 III 直接比色法测定钢中锆	88
十八、稀土的测定	
I. 铜试剂沉淀分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中稀土元素	81
II. 甲基异丁基酮(MIBK)萃取, 铜试剂沉淀分离-偶氮胂 III 比色法测定钢中微量稀土元素	83
十九、镁的测定	
I. 铜试剂分离-二甲苯胺蓝 II 比色法测定球墨铸铁中镁	151
II. 铜试剂分离-铬黑 T 比色法测定球墨铸铁中镁	152
III. 氢氧化钠、三乙醇胺、铜试剂分离-EDTA 容量法测定球墨铸铁中镁	231
二十、氮的测定	
碱蒸馏容量法测定钢中氮	185
二十一、砷的测定	
砷钼杂多蓝萃取比色法测定钢中砷	70
二十二、锡的测定	
茜素紫比色法测定钢中锡	111

第一章 钢中常见元素的存在状态及其分解

本书主要是研究钢中各种元素的化学分析方法。因此首先了解钢中常见元素的存在状态及其影响,不仅对把握分析对象、明确检验目的有益,而且对研究和选定测定方法、选择适宜的溶剂、确保试样分解完全也是有帮助的。

第一节 钢中常见元素的存在状态

本书除了阐明元素在钢中的存在形式、对钢的性能影响、通常在钢中的含量以及它们的化学稳定性外,还对各元素在化学分析中容易产生的影响作简要的叙述。当然,这里所指的影响一般不包括对测定方法本身主反应的化学干扰。

由于碳、氮这两种元素在钢中形成多种相应的化合物,情况比较复杂,将在第二节中叙述。

一、硅

硅在钢中主要以固溶体状态存在,其形式为 Fe_2Si 、 FeSi 或更复杂的化合物 FeMnSi ,也有少部分硅酸盐状态的夹杂物,在高碳硅钢中可能有少量 SiC 形成。

硅和氧的亲合力仅次于铝和钛,而强于锰、铬和钒。所以在炼钢过程中,硅用作还原剂和脱氧剂。硅还能增强钢的抗张力、弹性、耐酸性和耐热性,又能增大钢的电阻系数。故钢中含硅量一般不小于 0.10%,作为一种合金元素来考虑,一般不低于 0.40%,而硅钢中含硅量可高达 4% 以上。

硅只能与氢氟酸作用,与其他矿酸不起作用,但能溶于强碱的溶液中。钢中大多数的硅化物是能够溶于酸的,但如遇有周期表中 IV、V、VI 副族和部分过渡元素的难溶硅化物时,则只有用 $\text{HNO}_3\text{--HF}$ 或 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{--H}_3\text{PO}_4$ 混合酸才能分解。

硅对化学分析的影响,主要表现为当钢中硅含量较高时在溶样过程中产生 SiO_2 沉淀。其消除方法有两种:一是加氢氟酸成 SiF_4 气体逸掉;二是冒烟脱水后成 SiO_2 沉淀滤除。

二、锰

锰在钢中主要成 MnS 状态存在,当生成 MnS 后有多余的锰时,也可组成 Mn_3C ,此外也有少量的 MnSi 、 FeMnSi 等存在。

锰在炼钢中通常作为脱氧剂及脱硫剂而特意加入。锰和硫作用可防止热脆,从而提高钢的可锻性。锰在钢中一般含量为 0.3~0.8%,含量超过 0.8% 即作为锰合金钢。当锰钢内锰含量超过 10% 时,特别耐磨。

锰可溶于稀的矿酸中。

锰对化学分析的影响,主要有两个方面:一是锰含量高时在低酸度介质中遇强氧化剂易产生棕色浑浊;二是锰含量高时使溶液中其他元素的氧化难于完全,如高锰钢中磷的氧化就是如此。遇此情况需考虑适当的氧化方法或进行分离。

三、铝

铝在钢中主要以金属固溶体状态存在,少部分以氧化铝和氮化铝等化合物形式存在。所谓酸溶铝系指金属铝和氮化铝而言。酸不溶铝主要指氧化铝。但氧化铝也能部分被酸分解,而且随溶样的酸度和温度不同而有差异。

铝是钢的良好脱氧剂、去气剂和致密剂。铝作为合金元素加入钢中可提高钢的抗氧化性,改善钢的电磁性能,提高渗氮钢的耐磨性和疲劳强度等。铝在一般钢中的含量为0.01~0.1%,在低碳结构钢中铝含量为0.5~1%,而作为合金元素加入时,铝量可高达0.7~10%。

铝不溶于极稀和很浓的硝酸或硫酸中,易溶于盐酸。

铝在化学分析中,有两点是应该注意的。其一,在盐酸介质中 AlCl_3 在过热状态下易逸出。其二,铝与铁、铬、钛等元素常伴随在一起,加之铝是具有两性性质的元素,因此在分离和测定铝时至今仍有一定困难。

四、钼

钼在钢中以固溶体和碳化物(Mo_2C , MoC)的形态存在。在冶炼过程中钼不易被氧化。

钼作为合金元素加入钢中,能增加钢的强度而不降低其可塑性和韧性,同时能使钢在高温下有足够的强度,且改善钢的各种性能,如耐蚀性、冷脆性。在耐热钢和工具钢中,钼的含量约为0.15~0.70%,一般结构钢中钼含量在1%以下,而在不锈钢及某些高速钢、耐热钢中可高达6%以上。

由于钼在钢中主要以碳化物形式存在,故不溶于稀硫酸和盐酸,而溶于硝酸(高纯钼还需补加几滴过氧化氢才能溶解)。对稳定的钼碳化物需加热至硫酸冒烟才能分解。因此测定钼时应予注意。

五、钨

钨在钢中主要以简单碳化物 WC 、 W_2C 、 W_3C 或复式碳化物 $\text{Fe}_2\text{C}\cdot\text{WC}$ 、 $\text{Fe}_3\text{C}\cdot 3\text{WC}$ 、 $3\text{W}_2\text{C}\cdot 2\text{FeC}$ 以及钨化铁 Fe_2W 等形式存在,部分钨能在铁中以固溶体状态存在。

钨在钢中的作用,主要是增加钢的回火稳定性、红硬性、热强性以及由于形成特殊碳化物而增加其耐磨性。高速钢及硬质合金必须含有较多量的钨。钢中钨含量大小相差很大,可从0.3%到20%。

除硝酸与氢氟酸的混合酸以及高氯酸与磷酸的混合酸外,钨不溶于其他任何酸中。

含钨钢通常易溶于盐酸(1:1)或硫酸(1:4)中。当用盐酸和硫酸处理钢样时,金属钨及其碳化物以重质黑色粉末沉于容器底部,需缓慢滴加硝酸氧化使其转化为钨酸。

钨对化学分析的影响是严重的,主要是因为钨含量高时极易水解产生浑浊。要将其完全分离是困难的,并且用钨酸的形式分离时还会有吸附。消除这种影响的方法有三种:一是加柠檬酸、酒石酸或磷酸掩蔽;二是冒烟使钨酸脱水后滤除;三是用强碱使钨转变为可溶性的钨酸盐。

六、钒

钒和硫、氮、氧都有极强的亲和力,能形成相应的极为稳定的化合物,但在钢中主要以碳化物(V_4C_3 , V_2C)形态存在,在铁中也有以固溶体状态存在的。

钒可用作晶粒细化的脱氧剂,同时使钢具有特殊的机械性能,提高钢的抗张强度和屈服点,尤其是提高钢的高温强度。钢中钒含量一般为0.2~0.3%,在高速钢中可达4%。

钒可溶于硝酸或盐酸的混合酸中,钒的碳化物是很稳定的,用硫酸或盐酸处理时几乎完全不溶解,只有以硝酸(或过氧化氢)氧化并经硫酸冒烟处理后才能溶解。

钒对化学分析的影响主要有两个方面:一是钒离子是有色的(五价黄色,四价蓝色),比色时需考虑色泽空白;二是五价钒是氧化剂不稳定,易被还原,对某些有机显色剂有氧化作用。另外,五价钒能与磷和钼一起生成络合物使磷的测定结果偏低,故常用亚铁将其还原成低价以消除干扰。

七、钛

钛是化学上极为活泼的金属元素之一,它和氮、氧、碳都有极强的亲和力,因此它是一种良好的脱氧去气剂和固定氮和碳的有效元素。部分的钛与碳形成碳化物(TiC)使钢的硬度提高。一般认为钛在钢中含量超过0.025%时方可作为合金元素来考虑。一般高合金钢中钛含量在0.1~1.0%范围,高至2%以上和低于0.1%以下的为数不多。

钛可溶于盐酸、浓硫酸、王水和氢氟酸中。但钛的氮化物和氧化物化学惰性较大,需经硫酸冒烟才能使其分解。因此,在处理这类试样时应注意残渣回收,即所谓“酸不溶钛”问题。

钛对化学分析的影响,主要是四价钛在低酸度溶液中极易水解形成白色偏钛酸沉淀或胶体,后者难溶于酸中。因此在分析过程中应使溶液保持一定酸度以防止钛水解,或采用加络合剂的办法(如在萃取法测磷时,用氢氟酸)掩蔽钛。三价钛离子呈紫色,不稳定,易被空气和氧化剂氧化成四价。

八、铌

铌在钢中主要以金属化合物 Fe_3Nb 和碳化物 NbC 等状态存在。铌作为合金元素加入钢中能显著提高钢的强度和抗腐蚀性,改善钢的焊接性能。钢中铌含量通常为0.1~1%左右,普通低合金钢中铌含量低于0.05%,而在高温用的结构钢中含铌量可达3%。

铌不溶于盐酸、硝酸及硫酸中,但易溶于氢氟酸和硝酸、盐酸的混合酸中。在熔融的碱中铌迅速氧化而生成铌酸盐。当用酸分解钢样时铌极易水解成铌酸析出沉淀,影响分析的进行。但在酒石酸盐、柠檬酸盐、草酸盐或氢氟酸、过氧化氢存在下,铌能形成可溶性络合物。

九、锆

锆在钢中主要以固溶体以及氮化物、氧化物或碳化物状态存在。

锆在钢中含量一般较低(低于0.35%),但对钢的影响很大,主要用它来提高钢的强度和使焊接性能变得良好。

锆能溶于氢氟酸和浓硫酸中。锆的化合物较难分解,通常需经熔融处理才能分解完全。

锆的正常价为四价，但锆在水溶液中不会以 Zr^{4+} 离子存在，通常是与氧形成锆酰离子或与氟形成氟锆酸络离子而存在。在硫酸溶液中锆主要以络离子形式存在。锆和钛相似，在低酸度的溶液中易水解，因此必须使溶液保持有足够的酸度或者加入络合剂。

十、铬

铬在钢中的状态较为复杂，有金属状态（存在于铁固溶体中）、碳化物（ Cr_4C 、 Cr_7C_3 、 Cr_3C_2 等）、硅化物（ Cr_2Si 等）、氮化物（ CrN 、 Cr_2N 等）、氧化物（ CrO_3 ）等状态，其中以铬的碳化物（特别是 Cr_5C_2 和 Cr_3C_2 ）和氮化物状态较为稳定。

铬能增强钢的机械性能和耐磨性，也可增加钢的淬透性及淬火后的抗变形能力，从而增加钢的硬度、弹性、抗磁性、抗张力、耐腐蚀性和耐热性。

铬能溶于热的盐酸及稀硫酸中，与浓硝酸作用时由于在其表面生成一层氧化薄膜而钝化，以致不能溶解。一般处于固溶体中的铬易溶于盐酸、稀硫酸或高氯酸中，但铬的碳化物或氮化物，通常需用浓硝酸处理或经硫酸、高氯酸加热至冒烟处理才能破坏，有的甚至需在硫酸冒烟时滴加硝酸才能破坏。

铬对化学分析的影响，主要有两方面：一是铬离子是有色的（三价绿色，六价黄色），比色时需考虑色泽空白；二是高价铬离子有氧化性，对某些有机显色剂有氧化作用，遇此应将其还原到低价，亦可用高氯酸冒烟加盐酸使铬成 CrO_2Cl_2 驱除，以消除其影响。

十一、镍

镍在钢中主要以固溶体状态存在。

普通钢中的含镍量在 0.3% 以下，主要是由废钢带入，不起合金元素的作用。含镍量在 0.8% 以上的钢就可算为镍钢。镍作为合金元素能使钢具有高级的机械性能，即可使钢具有韧性、防腐抗酸性、高导磁性，并使晶粒细化、提高淬透性、增加硬度等。在许多特殊钢和合金中镍含量更高，加在奥氏体钢中的镍量超过 8%，使钢具有耐腐蚀性和良好的可焊性，耐热钢的含镍量超过 20%，含镍 25% 的钢具有抗熔融碱的特殊性能，而含镍 36% 的高镍钢对热膨胀以及电磁的敏感性很强。

由于镍在钢中并不形成稳定的化合物，所以大多数含镍钢和合金钢都可溶于酸中。镍和盐酸或稀硫酸反应较慢，但在热浓硫酸中及稀硝酸中溶解较快，浓硝酸易使镍钝化，所以溶解低镍钢时用硝酸（1:3）或盐酸（1:1）；高镍钢用稀硝酸；高镍铬钢用盐硝混合酸或高氯酸；而镍铬钼钢用 $H_2O_2:HF:HCl=20:10:3$ 的混合酸在常温下溶解。

镍在化学分析中的影响，主要是离子有色对比色有影响，含量高时需考虑色泽空白。

十二、钴

钴在钢中并不形成碳化物，而是一种石墨化促成元素，绝大部分以固溶体状态存在于钢中。

高合金耐热钢中加入 5~6% 钴后，可增加钢在高温下强度极限及蠕变极限。高速钢中含有 5~10% 的钴时能增强钢的红热硬度和切削工具的工作能力，因此含有大量钴的钢种素以硬质合金著称。而用于原子能和某些工业的钢种含钴量要求低于 0.01% 左右。由此可见，钴在钢中含量范围较大。