

常用坩埚的使用和维护

(一) 铂坩埚

1. 铂是一种贵金属，熔点约为 1770 度，质软，使用时不要用手捏，以防变形。也不能用玻璃棒捣刮铂坩埚内壁，以防损伤。也不要将红热的铂坩埚放入冷水中骤冷。
2. 铂坩埚的加热和灼烧，均应在垫有石棉板或陶瓷板的电炉或电热板上进行，或在煤气灯的氧化焰上进行，不能与电炉丝、铁板及还原焰接触，因为在高温下铁易与铂形成合金，还原性气体能与铂形成碳化铂，使铂坩埚变脆。滤纸如在铂坩埚中灼烧，应在低温和空气充足的情况下，让炭化的滤纸完全燃烧后，才能提高温度。
3. Pb、Bi、Sb、Sn、Ag、Hg 的化合物、硫化物、磷和砷的化合物等，在高温时容易被滤纸的炭或火焰的还原气体还原为相应的金属和非金属元素，它们与铂形成合金或化合物，从而损坏铂坩埚。所以，上述金属和非金属及其化合物不能在铂坩埚内灼烧或熔融。
4. 卤素和能析出卤素的物质如王水、HCl，以及某些氧化剂的混合物，对铂坩埚均有侵蚀作用。
5. 碱金属氧化物、氢氧化物、硝酸盐、亚硝酸盐、氰化物、氧化钡等在高温熔融时能侵蚀铂坩埚。用碳酸钠和碳酸钾，对铂坩埚无侵蚀作用。
6. 组分不明的试样不能使用铂坩埚加热或熔融。
7. 铂坩埚内、外壁应经常保持清洁和光亮。使用过的铂坩埚可用 1: 1HCl 溶液煮沸清洗。如清洗不净，可用 K₂S₂O₇ 低温熔融 5—10 分钟，假使用 K₂S₂O₇ 处理无效，可用 Na₂CO₃ 或硼砂熔融。如仍有污点，则可用沙布包 100 筛孔以上的

海沙加水润湿后，轻轻擦拭铂坩埚以恢复其表面的光泽。

8. 热的铂坩埚要用铂坩埚夹取。

9. 铂坩埚变形时，可放在木板上，一边滚动，一边用牛角匙压坩埚内壁整形。

(二) 镍坩埚

1. 镍的熔点为 1455 度，镍的抗碱性和抗侵蚀能力较强，故常用镍坩埚熔融铁合金、矿渣、粘土，耐火材料等。

2. 用镍坩埚熔样温度不宜超过 700 度，因在高温时，镍易被氧化。

3. 镍坩埚不能用于沉淀的灼烧。

4. 镍坩埚适用于 NaOH Na₂O₂、Na₂CO₃ NaHCO₃ 以及含有有 KNO₃ 的碱性溶剂熔融样品，不适用于 KHSO₄ 或 NaHSO₄、K₂S₂O₇ 或 Na₂S₂O₇ 等酸性溶剂以及含硫的碱性硫化物溶剂熔融样品。

5. 熔融状态的 Al、Zn、Pb、Sn、Hg 等金属盐，都能使镍坩埚变脆。硼砂也不能在镍坩埚中熔融。

6. 镍坩埚中常含有微量铬，使用时应注意。

7. 新的镍坩埚应先在马弗炉中灼烧成蓝紫色，除去表面的油污，然后用 1: 20HCl 煮沸片刻，再用水冲洗干净。

(三) 铁坩埚

1. 铁的熔点 1300 度。

2. 铁坩埚在使用前应先进行钝化处理。即先用稀 HCl 洗，后用细砂纸将坩埚擦净，再用热水洗净，然后放入 5%H₂SO₄ 和 1%HN0₃ 的混合液中，浸泡数分钟，再用水洗净，烘干

后在 300 — 400 度的马弗炉中灼烧 10 分钟。

3. 铁坩埚的使用规则与镍坩埚相同。由于铁坩埚价廉，当铁存在不影响分析工作时，采用铁坩埚较合适。

4. 清洗铁坩埚用冷的稀 HCl 即可。

(四) 银坩埚

1、银的熔点 960 度，加热温度不应超过 700 度。

2. 新银坩埚在 300 — 400 度马弗炉中灼烧后用热稀 HCl 洗涤。

3. 银坩埚适用于 NaOH 作熔剂熔融样品，不能用于以 Na₂CO₃ 作熔剂熔融样品。

4. 沉淀硫和灼烧含硫物质时不能使用银坩埚。

5. 红热的银坩埚不能用水骤冷，以免产生裂纹。

(五) 瓷坩埚

1. 可耐热 1200 度左右

2. 适用于 K₂S₂O₇ 等酸性物质熔融样品。

3. 一般不能用于以 NaOH、Na₂O₂、Na₂CO₃ 等碱性物质作熔剂熔融，以免腐蚀瓷坩埚。瓷坩埚不能和氢氟酸接触。

4. 瓷坩埚一般可用稀 HCl 煮沸清洗

(六) 石英坩埚

1. 石英坩埚可在 1700 度以下灼烧，但灼烧温度高于 1100 度石英会变成不透明，因此熔融温度不应超过 800 度。

2、不能和 HF 接触，高温时，极易和苛性碱及碱金属的碳酸盐作用。

3. 石英坩埚适于用 $K_2S_2O_7$, $KHSO_4$ 作熔剂熔融样品和用 $Na_2S_2O_7$ (先在 212 度烘干)作熔剂处理样品。
4. 石英质脆, 易破, 使用时要注意。
5. 除 HF 外, 普通稀无机酸可用作清洗液。

(七) 刚玉坩埚

1. 刚玉坩埚是由多孔熔融氧化铝组成, 质坚而耐熔。
2. 刚玉坩埚适于用无水 Na_2CO_3 等一些弱碱性物质作熔剂熔融样品, 不适于用 Na_2O_2 、 $NaOH$ 等强碱性物质和酸性物质作熔剂(如 $K_2S_2O_7$ 等)熔融样品。

(八) 聚四氟乙烯坩埚

1. 聚四氟乙烯耐热近 400 度, 但一般控制在 200 度左右使用, 最高不要超过 280 度
2. 能耐酸、耐碱, 不受 HF 侵蚀, 主要用于以氢氟酸作溶剂溶样, 如 HF— $HClO_4$ 等。用于以 HF— H_2SO_4 作溶剂时不能冒烟, 否则损坏坩埚。
3. 溶样时不会带入金属杂质, 是其最大优点。
4. 表面光滑耐磨, 不易损坏, 机械强度较好