



定量分析仪器与操作方法

3.1 滴定分析仪器与操作方法

滴定分析用的玻璃仪器主要有滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等可测量溶液体积的仪器,及锥形瓶、量筒、称量瓶和烧杯等非定容仪器。各仪器的用途不同,操作方法有别。

3.1.1 滴定管

滴定管是用于滴加溶液并确定溶液体积的玻璃仪器。它的上部为带刻度的细长玻璃管,下端为滴液的尖嘴,中间是用于控制滴定速度的旋塞或乳胶管(配以玻璃珠)。滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管两种(图 3-1)。酸式滴定管可用于装酸性、中性及氧化性溶液,但不宜装碱性溶液,因为碱性溶液能腐蚀玻璃磨口和旋塞。碱式滴定管用来装碱性及无氧化性溶液。能与乳胶管起反应的溶液,如高锰酸钾、碘和硝酸银等溶液,不能加入碱式滴定管中。目前市面上还有一种带聚四氟乙烯旋塞的通用型滴定管,这种滴定管可克服上述酸、碱式滴定管存在的旋塞易堵塞、乳胶管易老化及只宜装某些溶液的缺点,使用起来比较方便。

滴定管的容量有大有小,最小的为 1mL,最大的为 100mL,还有 50mL、25mL 和 10mL 的滴定管。常用的是 50mL 和 25mL 滴定管。滴定管的容量精度分为 A 和 B 两级,A 级的精度较高。表 3-1 所示为国家规定的不同容量大小的滴定管的容量允差^①。

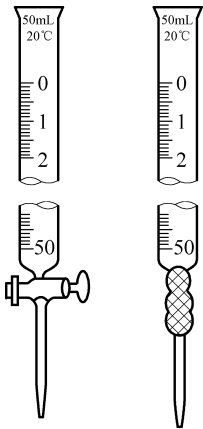


图 3-1 酸式(左)与碱式(右)滴定管

表 3-1 常用滴定管的容量允差(20℃)

标示总容量/mL		2	5	10	25	50	100
分度值/mL		0.02	0.02	0.05	0.1	0.1	0.2
容量允差(±)/mL	A 级	0.010	0.010	0.025	0.05	0.05	0.10
	B 级	0.020	0.020	0.050	0.10	0.10	0.20

^① 摘自国家标准 GB12805—1991。

1. 滴定管的准备

滴定管一般用自来水冲洗,零刻度线以上部位可用毛刷刷洗,零刻度线以下部位如不干净,则应采用洗液洗(碱式滴定管应除去乳胶管,用橡胶乳头将滴定管下口堵住)。污垢少时可加入约 10mL 洗液,双手平托滴定管的两端,不断转动滴定管,使洗液润洗滴定管内壁,操作时管口对准洗液瓶口,以防洗液外流。洗完后,将洗液分别由两端放出。如果滴定管太脏,可将洗液装满整根滴定管浸泡一段时间。为防止洗液流出,在滴定管下方可放一烧杯。最后用自来水、蒸馏水洗净。洗净后的滴定管内壁应被水均匀润湿而不挂水珠。如挂水珠,应重新洗涤。

滴定管洗涤好后,可在其中装入蒸馏水至零刻度以上,并垂直地夹在滴定管架上,静置几分钟,观察是否漏水。然后试着滴定一下,看是否能灵活控制滴定速度。若滴定管漏水或操作不灵活,应进行下述处理:

对于酸式滴定管,应在旋塞与塞套内壁涂少许凡士林。涂凡士林时,不要涂得太多,以免堵住旋塞孔;也不要涂得太少,达不到转动灵活和防止漏水之目的。涂凡士林后,将旋塞直接插入旋塞套中。插时旋塞孔应与滴定管平行,此时旋塞不要转动,这样可以避免将凡士林挤到旋塞孔中去。然后,向同一方向不断旋转旋塞,直至旋塞周围呈均匀透明状为止。旋转时,注意应有一定的向旋塞小的一端挤的力,避免来回移动旋塞,使塞孔被堵。最后将橡胶圈套在旋塞小端的沟槽上。若旋塞孔或出口尖嘴被凡士林堵塞,可将滴定管充满蒸馏水后(若室温较低,应加温蒸馏水),将旋塞打开,用洗耳球在滴定管上部挤压,将凡士林排出。

若为碱式滴定管,应检查橡胶管是否老化、玻璃珠大小是否合适。橡胶管老化则更新,玻璃珠过大(不便操作)或过小(会漏溶液)也应更换,以达到控制灵活、不漏溶液的目的。

若为带聚四氟乙烯旋塞的通用型滴定管,则通过调节螺丝即可。

2. 装溶液与排气

将待装的溶液摇匀,并注意使凝结在容器(一般为试剂瓶或容量瓶)内壁上的水珠混入溶液。再用该溶液润洗已清洗的滴定管内壁三次,每次用 10~15mL 溶液。然后将瓶中的溶液直接倒入滴定管中(注意不要借用其他容器,如烧杯、漏斗等来转移,以免带来误差),直至充满至零刻度以上为止。

倒好溶液后,应检查尖嘴部分和橡胶管(碱式滴定管)内是否有气泡。若碱式滴定管中有气泡,可用右手拿滴定管,左手拇指和食指捏住玻璃珠部位,使橡胶管向上弯曲翘起,并捏挤橡胶管,使溶液从管口喷出,排除气泡(图 3-2)。排除酸式滴定管及通用型管中的气泡,可用右手拿滴定管,左手迅速打开旋塞,使溶液冲出管口,流入水槽,同时右手可上下抖动滴定管。排除酸式滴定管滴嘴部分的气泡,也可采用碱式滴定管排气的方法,但在排气前需要在尖嘴上先接一根长约 10cm 的橡胶管。排完气后,补加溶液至零刻度以上,再在水槽内调节液面至零刻度或稍下处,读取刻度值。

3. 滴定管的读数

滴定管读数前,应看看滴嘴上是否挂着液珠。滴定后,若滴嘴上挂有液珠,则无法准确确定滴定体积。读数时一般应遵循下列原则:

(1) 将滴定管从滴定管架上取下,用右手大拇指和食指捏住滴定管上部(即滴定管及溶液的重心以上),其他手指从旁辅助,使滴定管自然垂直,然后再读数。将滴定管夹在滴定管架上读数的方法,一般不宜采用,因为这样很难保证滴定管垂直和准确读数。

(2) 由于水的附着力和表面张力的作用,滴定管内的液面呈弯月形,无色和浅色溶液的弯月面比较清晰。读数时,视线应与弯月面下缘的最低点相切,即视线应与弯月面下缘的最低点在同一水平面上,如图 3-3 所示。对于有色溶液(如 KMnO_4 、 I_2 等),其弯月面不够清晰,读数时,视线应与液面两侧的最高点相切,这样才较易读准。



图 3-2 碱式滴定管排气泡的方法

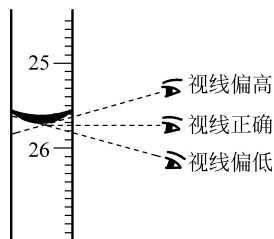


图 3-3 读数视线的位置

(3) 在滴定管装满或放出溶液后,必须等待 1~2min,使附着在内壁的溶液流下来后,再读数。如果放出溶液的速度较慢(如接近化学计量点时就是如此),那么可只等 0.5~1min,即可读数。注意在每次读数前,都看一下管壁内有没有挂水珠,管的尖嘴处有无悬液滴,管嘴内有无气泡。

(4) 必须读至 0.01mL 位。滴定管上两个小刻度之间为 0.1mL,要正确估读其 1/10 的值,需经严格训练方能做到。一般可以这样来估计:当液面在此两小刻度线中间时,最后一位即为 0.05mL;若液面在两小刻度的 1/3 处,即为 0.03mL 或 0.07mL;当液面在两小刻度的 1/5 时,即为 0.02mL 或为 0.08mL 等。

(5) 对于有蓝带的滴定管,读数方法与上述相似。当蓝带滴定管内盛有溶液时,将出现两个弯月面的上下两个尖端相交,此上下两尖端相交点的位置,即为蓝带管的读数正确位置。

(6) 为便于读数,可采用读数卡,它有利于初学者练习读数。读数卡是用贴有黑纸或涂有黑色长方形(约 $3\text{cm} \times 1.5\text{cm}$)的白纸板制成。读数时,将读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下约 0.5cm 处,此时即可看到弯月面的反射层全部成为黑色,如图 3-4 所示。然后,读此黑色弯月面下缘的最低点。对有色溶液须读其两侧最高点时,须用白色卡片作为背景。

4. 滴定操作

使用酸式滴定管时,左手握滴定管,其无名指和小指向手心弯曲,轻轻地贴着出口部分,用其余三指控制旋塞的转动,如图 3-5 所示。注意不要向外用力,以免推出旋塞造成漏水,而应使旋塞稍有向手心的回力。通用型滴定管的操作与此类似。

若用碱式滴定管滴定,仍以左手握管,其拇指在前,食指在后,其他三个手指辅助夹住出口管。用拇指和食指捏住玻璃珠所在部位,向右边挤橡胶管,使玻璃珠移至手心一侧,这样,溶液即可从玻璃珠旁边的空隙流出(图 3-5)。注意不要用力捏玻璃珠,不要使玻璃珠上下

移动。也不要捏玻璃珠下部橡胶管,以免空气进入而产生气泡。

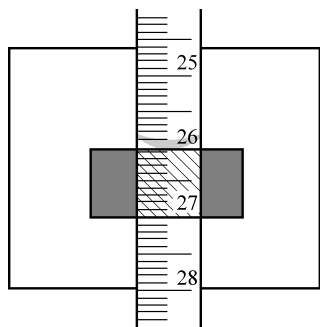


图 3-4 用读数卡读数

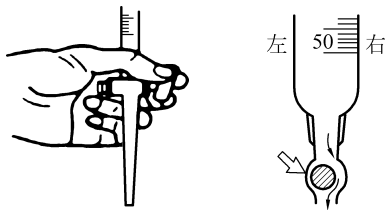


图 3-5 酸式滴定管和碱式滴定管的操作

滴定时要边滴边摇瓶,使滴定剂与被滴物迅速反应。若在锥形瓶中进行滴定,用右手的拇指、食指和中指抓住锥形瓶颈部,其余两指辅助在下侧,使瓶底离滴定台高 $2\sim 3\text{cm}$,滴定管的滴嘴伸入瓶内约 1cm 。左手控制滴定管滴加溶液,右手按顺(或反)时针方向摇动锥形瓶,如图 3-6 所示。

在烧杯中滴定时,将烧杯放在滴定台上,调节滴定管的高度,使其下端伸入烧杯内约 1cm 。滴定管下端应在烧杯中心的左后方处(放在中央影响搅拌,离杯壁过近不利搅拌均匀)。左手滴加溶液,右手用玻璃棒搅拌溶液(图 3-7)。玻璃棒应作圆周搅动,不要碰到烧杯壁和底部。当滴至接近终点需半滴半滴加入溶液时,可用玻璃棒下端承接悬挂的半滴溶液于烧杯中。但要注意,玻璃棒只能接触液滴,不能接触管尖。

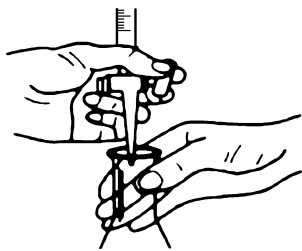


图 3-6 在锥形瓶中滴定的操作姿势

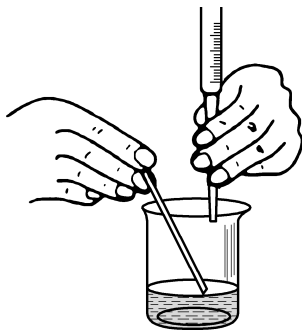


图 3-7 在烧杯中滴定的操作姿势

此外,在滴定时还应注意以下几点:

- (1) 最好每次滴定都从 0.00mL 开始,或接近 0 的某一刻度开始,这样可以减少滴定误差。
- (2) 滴定时要站立好或坐端正(有时为操作方便也可坐着滴定),眼睛注视溶液滴落点周围颜色的变化。不要去观看滴定管内液面刻度变化,而不顾滴定反应的进行。
- (3) 滴定过程中,左手不能离开旋塞,而任溶液自流。右手摇瓶时,应微动腕关节,使溶液向同一方向旋转,不能前后振动,以免溶液溅出。摇瓶速度以使溶液旋转出现一旋涡为宜。摇得太慢,会影响化学反应的进行;摇得太快,易致溶液溅出或碰坏滴嘴。

(4) 开始滴定时, 滴定速度可稍快, 呈“见滴成线”状, 即每秒 3~4 滴。但不要滴得太快, 以致滴成“水线”状。在接近终点时, 应一滴一滴加入, 即加一滴摇几下, 再加, 再摇。最后是每加半滴, 摇几下锥形瓶, 直至溶液出现明显的颜色变化为止。

(5) 掌握半滴溶液的加入法。若为用酸式滴定管滴定, 可轻轻转动旋塞, 使溶液悬挂在滴嘴上, 形成半滴, 用锥形瓶内壁将其沾落, 再用洗瓶吹洗。对于碱式滴定管, 加半滴溶液时, 应先松开拇指与食指, 将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上, 再放开无名指和小指, 这样可避免管尖出现气泡。

加入半滴溶液时, 也可使锥形瓶倾斜后再沾落液滴, 这样液滴可落在锥形瓶的较下处, 便于用锥形瓶内的溶液将其涮至瓶中。如此可避免吹洗次数太多, 造成被滴定物过度稀释。

3.1.2 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶(图 3-8), 带有磨口玻璃塞或塑料塞。颈上有标度刻线, 一般表示在 20℃ 时当液体充满至标度刻线时液体的准确体积, 其容量允差见表 3-2。

表 3-2 常用容量瓶的容量允差(20℃)

标示容量/mL		5	10	25	50	100	200	250	500	1000
容量允差(±)/mL	A 级	0.02	0.02	0.03	0.05	0.10	0.15	0.15	0.25	0.40
	B 级	0.04	0.04	0.06	0.10	0.20	0.30	0.30	0.50	0.80

容量瓶主要用于配制准确浓度的溶液或定量地稀释溶液, 其使用方法及注意事项如下:

1. 检查容量瓶

检查容量瓶一是要看瓶塞是否漏水, 其次是看标度刻线位置离瓶口是否太近。漏水则无法准确配制溶液; 标线离瓶口太近则不便混匀溶液。因此, 都不宜使用。

检查瓶塞是否漏水的方法如下: 加自来水至标度刻线附近, 盖好瓶塞后, 左手用食指按住塞子, 其余手指拿住瓶颈标线以上部分, 右手用指尖托住瓶底边缘, 如图 3-9 所示。将瓶倒立 2min, 如不漏水, 将瓶直立, 转动瓶塞 180° 后, 再倒立 2min 检查, 如不漏水, 便可使用。

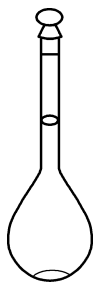


图 3-8 容量瓶

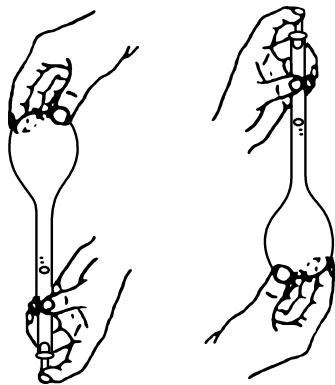


图 3-9 检查漏水和混匀溶液操作

使用容量瓶时,不要将其磨口玻璃塞随便取下放在台面上,以免沾污,可将瓶塞系在瓶颈上。若瓶塞为平头的塑料塞子,可将塞子倒置在台面上。

2. 配制溶液

用容量瓶配制溶液时,最常用的方法是先称出固体试样于小烧杯中,加蒸馏水或其他溶剂将其溶解,然后将溶液定量转入容量瓶中。定量转移溶液时,右手拿玻璃棒,左手拿烧杯,使烧杯嘴紧靠玻璃棒,而玻璃棒则悬空伸入容量瓶口中,棒的下端应靠在瓶颈内壁上,使溶液沿玻璃棒和内壁流入容量瓶中(图 3-10)。待烧杯中的溶液流完后,将玻璃棒和烧杯稍微向上提起,并使烧杯直立,再将玻璃棒放回烧杯中。然后,用洗瓶吹洗玻璃棒和烧杯内壁,再将溶液转入容量瓶中。如此吹洗、转移的操作,一般应重复 3 次以上,以保证定量转移。然后加蒸馏水至容量瓶的 $3/4$ 左右容积时,用右手食指和中指夹住瓶塞的扁头,将容量瓶拿起,

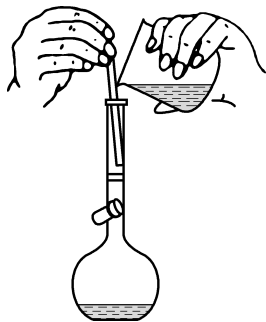


图 3-10 转移溶液的操作

朝同一方向摇动几周,使溶液初步混匀。继续加蒸馏水至距离标度刻线约 1cm 处后,等 1~2min 使附在瓶颈内壁的溶液流下后,再用滴管滴加蒸馏水至弯月面下缘与标度刻线相切(注意,勿使滴管接触溶液)。也可用洗瓶加蒸馏水至刻度。无论溶液有无颜色,均加蒸馏水至弯月面下缘与标度刻线相切为止。加蒸馏水至标度刻线后,盖上干的瓶塞,用左手食指按住塞子,其余手指拿住瓶颈标线以上部分,而用右手的全部指尖托在瓶底边缘(图 3-9),将容量瓶倒转,使气泡上升至顶,同时可使瓶振荡以混匀溶液。再将瓶直立过来,又再将瓶倒转,使气泡上升到顶部,振荡溶液。如此反复 10 次左右。

3. 稀释溶液

用移液管移取一定体积的溶液于容量瓶中,加蒸馏水至标度刻线,然后按上述方法混匀溶液。

4. 不宜长期保存溶液

配好的溶液若需要长期保存,应将其转移至磨口试剂瓶中,不要将容量瓶当作试剂瓶使用。

5. 使用完毕应立即用水洗干净

若长期不用,在洗净擦干磨口后,用纸片将磨口隔开。

此外,容量瓶不能在烘箱中烘烤,也不能在电炉等加热器上直接加热。如需使用干燥的容量瓶,可在洗净后用乙醇等有机溶剂荡洗,然后晾干或用电吹风的冷风吹干。

3.1.3 移液管和吸量管

移液管是中间有一较大空腔的细长玻璃管,管颈上部刻有一标线[图 3-11(a)],在标明的温度下,若使溶液的弯月面与移液管标线相切,再让溶液按一定的方法自由流出,则流出液的体积与管上标明的体积相同。因此,移液管是用于准确量取一定体积溶液的玻璃仪器,

其容量允差见表 3-3。

表 3-3 常用移液管的容量允差(20℃)

标示容量/mL		2	5	10	20	25	50	100
容量允差(±)/mL	A 级	0.010	0.015	0.020	0.030	0.030	0.050	0.080
	B 级	0.020	0.030	0.040	0.060	0.060	0.100	0.160

吸量管是带有分刻度的玻璃管,如图 3-11(b)、(c)、(d)所示。它一般用于量取较小体积的溶液。常用的吸量管有 1mL、2mL、5mL、10mL 等规格,吸量管量取溶液的准确度不如移液管。需要注意的是,有些吸量管的分刻度不是刻到管尖,而是离管尖尚有 1~2cm。

移液管和吸量管的使用方法如下:

1. 润洗

移取溶液前,可用吸水纸将洗干净的移液管或吸量管的管尖端内外的水除去,然后用待吸溶液润洗 3 次。吸取溶液时,用左手拿洗耳球,将食指或拇指放在洗耳球的上方,其余手指自然地握住洗耳球,用右手的拇指和中指拿住移液管或吸量管标线以上部分,无名指和小指辅助拿住移液管,将洗耳球对准移液管口,如图 3-12 所示,再将管尖伸入溶液中吸取,待溶液被吸至管体积的约 1/4 处(注意勿使溶液流回,以免稀释溶液)时,移开,润洗,然后让溶液从尖口放出、弃去,如此反复润洗 3 次。润洗是保证移取的溶液与待吸溶液浓度一致的重要步骤。

2. 移取溶液

移液管经润洗后,可直接插入待吸液液面下 1~2cm 处吸取溶液。注意管尖不要伸入太浅,以免液面下降后造成空吸;也不宜伸入太深,以免移液管外部附有过多的溶液。吸液时,应使管尖随液面下降而下降。当洗耳球慢慢放松时,管中的部分不要伸入太浅,以免液

面下降后造成空吸;也不宜伸入太深,以免移液管外部附有过多的溶液。吸液时,应使管尖随液面下降而下降。当洗耳球慢慢放松时,管中的液面徐徐上升,待液面上升至标线以上时,迅速移去吸耳球。与此同时,用右手食指堵住管口,左手改拿盛待吸液的容器。然后,将移液管往上提起,使之离开液面,并使容器倾斜约 30°,让其内壁与移液管尖紧贴,此时右手食指微微松动,使液面缓慢下降,直到视线平视时弯月面与标线相切,这时立即用食指按紧管口。移开待吸液容器,左手改拿接收溶液的容器,并将接收容器倾斜 30°左右,使内壁紧贴移液管尖。接着放松右手食指,使溶液自然地顺壁流下,如图 3-13 所示。待液面下降到

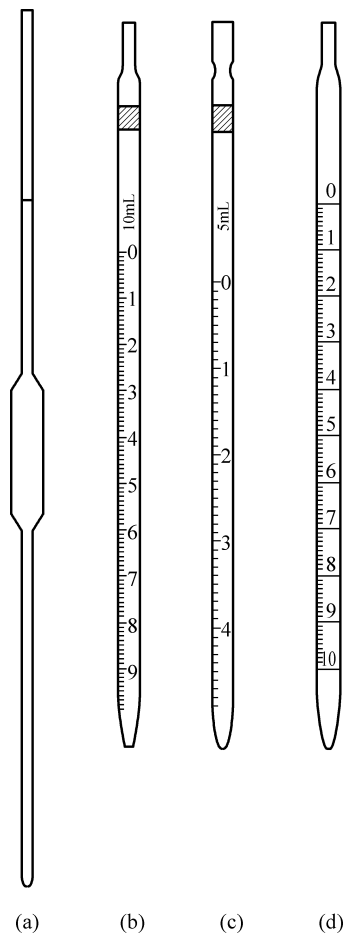


图 3-11 移液管(a)和吸量管(b,c,d)

管尖后,等 15s 左右,移出移液管。这时管尖部位仍留有少量溶液,对此,除特别注明“吹”字的以外,此管尖部位留存的溶液是不能吹入接收容器中的,因为在工厂生产检定移液管时没有把这部分体积算进去。需要指出的是,由于一些移液管尖部做得不很圆滑,因管尖部位留存溶液的体积可能会因接收容器内壁与管尖接触的位置不同而有所差别。为避免出现这种情况,可在等待的 15s 过程中,左右旋动移液管,这样管尖部位每次留存的溶液体积就会基本相同。

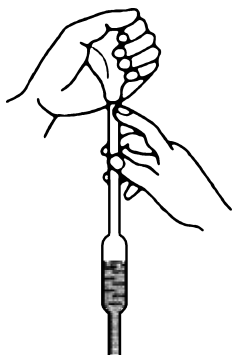


图 3-12 吸取溶液的操作

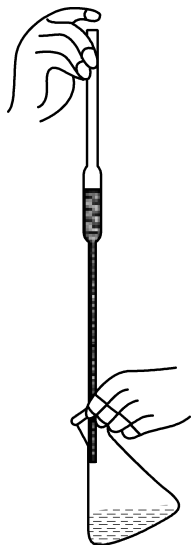
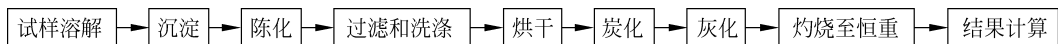


图 3-13 放出溶液的操作

用吸量管移取溶液的操作与用移液管移取基本相同。对于标有“吹”字的吸量管,在放出溶液时,应将存留管尖部位的溶液吹入接收容器内。有些吸量管的刻度离管尖尚有 1~2cm,放出溶液时也应注意。实验中,要尽量使用同一支吸量管,以免带来误差。

3.2 沉淀重量分析法的操作与仪器

重量分析法是指通过称量经适当方法处理所得的与待测组分含量相关的物质的质量来求得物质含量的方法。沉淀重量分析法是利用沉淀反应使待测组分先转变成沉淀,再转化成一定的称量形式的称量分析法。它的分析过程因沉淀类型及性质不同而异,对于晶型沉淀(如 BaSO_4) 的重量分析,一般分析过程如下:



可见,它的操作与滴定分析法相比有较大区别,下面稍作介绍。

3.2.1 试样溶解

溶解方法主要有两种:一种是用蒸馏水或酸等溶解;另一种是高温熔融后再用溶液

溶解。

3.2.2 沉淀

通过加入沉淀试剂使待测组分沉淀下来。为了得到较纯净、较易过滤的沉淀,操作时应遵循一定的原则。例如,对于晶形沉淀,沉淀操作时应使沉淀溶液适当稀;应将溶液加热;应缓慢加入沉淀试剂,且要一边加一边用玻璃棒不断搅拌。

3.2.3 陈化

沉淀完全后,盖上表面皿,放置过夜或在水浴上保温 1h 左右。陈化的目的是使小晶体长成大晶体,不完整的晶体转变成完整的晶体,同时减少共沉淀杂质。

3.2.4 过滤和洗涤

重量分析法使用定量滤纸过滤,每张滤纸的灰分质量为 0.08mg 左右,可以忽略。过滤 BaSO_4 可采用慢速或中速滤纸。

过滤用的玻璃漏斗锥体角度应为 60° ,颈的直径不能太大,一般应为 3~5mm,颈长为 15~20cm,颈口处磨呈 45° ,如图 3-14 所示。漏斗的大小应与滤纸的大小相适应。应使折叠后的滤纸上缘低于漏斗上沿 0.5~1cm,绝不能超出漏斗边缘。

滤纸一般按四折法折叠,即先将滤纸整齐地对折,然后再对折,这时不要把两角按压对齐,如图 3-15(a)所示。将其打开后成为顶角稍大于 60° 的圆锥体,如图 3-15(b)所示。然后将滤纸放入洁净且干燥的漏斗中,如果滤纸与漏斗不十分密合,可以稍稍改变滤纸折叠的角度,直到与漏斗密合为止。再用手按压滤纸,将第二次的折边折严,这样所得圆锥体的半边为三层,另半边为一层。然后取出滤纸,将三层厚的紧贴漏斗的外层撕下一角,保存于干燥的表面皿上备用。注意在折叠滤纸前,应先将手洗干净、擦干,以免弄脏滤纸。

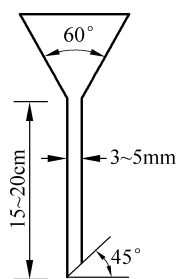


图 3-14 漏斗规格

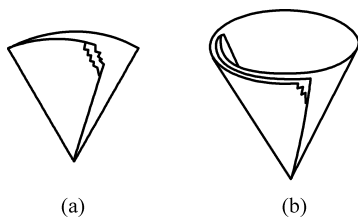


图 3-15 滤纸折叠的方法

将折叠好的滤纸放入漏斗中,三层的一边应放在漏斗出口短的一边。用食指按紧三层的一边,用洗瓶吹入少量蒸馏水将滤纸润湿,然后,轻按滤纸边缘,使滤纸与漏斗间密合(注意三层与一层之间处也应与漏斗密合)。再用洗瓶加蒸馏水至滤纸边缘,此时漏斗颈内应充满蒸馏水,当漏斗中的蒸馏水流完后,颈内仍保留着水柱,且无气泡。若漏斗颈内不形成完整的水柱,可以用手堵住漏斗下口,稍掀起滤纸三层的一边,用洗瓶向滤纸与漏斗间的空隙里加蒸馏水,直到漏斗颈和锥体的大部分被蒸馏水充满,然后按紧滤纸边,放开堵住出口的

手指,此时水柱应可形成。最后再用蒸馏水冲洗一次滤纸,然后将漏斗放在漏斗架上,下面放一洁净的烧杯接滤液,并使漏斗出口长的一边紧靠杯壁。过滤前漏斗和烧杯上均应盖好表面皿。

过滤一般分三步进行。首先采用倾泻法过滤上清液,如图 3-16 所示;其次是洗涤沉淀并将沉淀转移到漏斗内;最后就是清洗烧杯和洗涤漏斗内的沉淀。过滤时应随时检查滤液是否透明,如不透明,说明有穿滤。这时必须换另一洁净烧杯接滤液,在原漏斗上将穿滤的滤液进行第二次过滤。如发现滤纸穿孔,则应更换滤纸重新过滤,而第一次用过的滤纸应保留。

采用倾泻法是为了避免沉淀堵塞滤纸上的空隙,影响过滤速度。等烧杯中的沉淀沉下以后,借助玻璃棒将清液倒入漏斗中。玻璃棒的下端应对着滤纸三层厚的一边,并尽可能接近滤纸,但不要触及滤纸。倒入溶液的体积一般不要超过滤纸圆锥体的 $2/3$,或液面离滤纸上边缘不少于 5mm,以免少量沉淀因毛细管作用越过滤纸上缘,造成损失。此外,沉淀离滤纸边缘太近也不便洗涤。若一次倾泻不能将清液转移完,应待烧杯中的沉淀沉下后再次倾泻。

暂停倾泻溶液时,烧杯嘴应沿玻璃棒向上滑动,使烧杯逐渐恢复正放状态,以免烧杯嘴上的液滴流失。盛有沉淀和溶液的烧杯应按如图 3-17 所示方法放置,以利沉淀和清液分开,便于转移清液。同时玻璃棒不要靠在烧杯嘴上,以免烧杯嘴上的沉淀沾在玻璃棒上部。

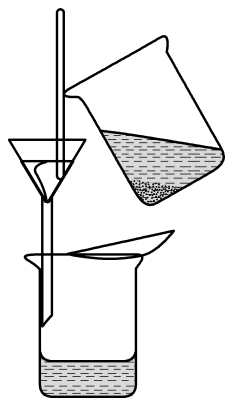


图 3-16 倾泻法过滤

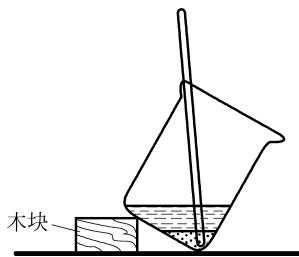


图 3-17 过滤时盛沉淀和溶液的烧杯的放置方法

将清液转移完后,应对沉淀进行初步洗涤。洗涤时,每次用约 10mL 洗涤液吹洗烧杯内壁,使黏附着的沉淀集中到杯底部,每次洗涤完后,用倾泻法过滤溶液,如此反复洗涤 3~4 次。然后再加少量洗涤液于烧杯中,搅动沉淀使之混匀,立即将沉淀和洗涤液一起通过玻璃棒转移至漏斗内。再加少量洗涤液于杯中,搅拌混匀后再转移至漏斗里,如此重复几次,使沉淀基本都被转移至漏斗中,再按如图 3-18 所示的方法将残留的沉淀吹洗至漏斗中,即用左手拿起烧杯,使烧杯嘴向着漏斗,右手把玻璃棒从烧杯中取出平放在烧杯口上,并使玻璃棒伸出烧杯嘴 2~3cm。然后用左手食指按住玻璃棒的较高部位,倾斜烧杯使玻璃棒下端指向滤纸三层一边,用右手拿洗瓶吹洗整个烧杯内壁,使洗涤液和沉淀沿玻璃棒流入漏斗中。