

基本化學

〔下〕

地理系研究班用
趙繼周編

交流版別 請提意見



未經校訂 僅供參考

北京師範大學印
1954—1955學年度第二學期

— 定量部 —

I. 緒言

1. 定量分析的任務：

分析化學包括定性分析及定量分析兩部分，定性分析的目的在于確定一個化合物或混合物中，究竟含有些什麼組份（元素或根）。而定量分析的目的在于測定每一組份的含量，這種含量的表示法平常用重量百分數，但有時因為試樣之特殊情形，如氣體液体也有用容量百分數表示者，鹽酸硫酸也可用適當濃度法表示之。

1. 定量分析所負的任務，甚為廣泛，先是學習及研究其他各門化學的基礎學，它對於化學的發展與化學上各種假說，學說理論及定律的實踐中，發現它們的真偽上起着極重要的作用，生物學，礦物學，生理化學，醫學，藥學，食品化學，農業化學等的發展及研究都與定量分析密切地連繫着，在今後祖國大規模經濟建設的戰線上，礦石開採的價值，原料品質的純度，生產品是否合用，食品的營養價值等，都要賴定量分析作工具。

由上所述，我們可以知道定量分析對於培養一個優秀的化學及生物學教師來說更是重要而不可缺少的。

因此總起來說定量分析是“先行科學”，“工具科學”。

2. 定量分析的方法

定量分析的方法，按照其性質的不同，基本上分為兩種。

(1) 容量分析法：容量分析法按字義上講，「凡欲定量之物質，以容積方法測定者，均屬之。即將濃度已知的試劑，（標準溶液）裝入特製的容量儀器（如滴管）中，由此儀器中將試劑滴入一定量被測定物質的溶液中使試劑與欲測定物質的組份發生化學反應，利用適當的試劑或方法指示反應之終點，反應剛好完成後，由特製的容量儀器精確求知所用試劑的容量，可以用容量分析計算法

算出被測成份的含量」，例如要測定檢灰中總鹼度之含量，則先稱一定量的檢灰樣品溶於水中再加幾滴甲基橙指示劑，然後慢由滴管滴入濃度已知的鹽酸溶液，到反應完成後，甲基橙起了突變，使溶液顯淡橙色，即表示達到終點，由滴入鹽酸溶液的容積可以用容量計算法算出樣品中總鹼度的含量。

容量分析法按照其化學反應性質的不同，又可分為三大類：

甲. 中和法（酸滴定法及鹼滴定法）：藉酸與鹼的中和反應互相定量，用標準鹼溶液以滴定鹼性物質者，叫酸滴定法；用標準鹼溶液以滴定酸性物質者，叫鹼滴定法。其最基本反應可以下式代表之。



乙. 氧化還原法（簡稱氧化還法）：藉氧化劑與還原劑電子得失的氧化還原反應互相定量，此法在容量分析的應用上佔十分重要的地位，由於應用氧化劑之不同，普通分為三種：

(i) 高錳酸鉀法：用高錳酸鉀作標準溶液的滴定法如：

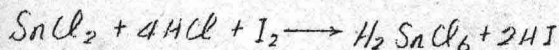


(ii) 重鉻酸鉀法：用重鉻酸鉀作標準溶液的滴定法如：



(iii) 碘滴定法：

(-) 碘量法：用 I_2 作標準溶液直接測定還原性物質者如：



(=) 量碘法： I^- 是還原劑，易受他種較強之氧化劑之氧化而釋出 I_2 ，但因尚無適當簡單方法測定此種反應的終點因此不能用 I^- 直接測定氧化性物質，普通以過量 KI （重量不必準確）與被測定的氧化性物質反應，而以標準硫代硫酸鈉溶液滴定釋出之 I_2 如：



丙. 沉澱法：藉試劑與欲測定物質之成份間離子的反應生成難溶的沉澱而定量如 $Ag^+ + CNS^- \rightarrow AgCNS \downarrow$

(2) 重量分析法：重量分析法，按字義上講，「凡被定量之物質，以天秤測得者均屬之，即將一定量之被測定物質樣品用適當方法，把欲測定之組份（元素或根）做成純粹而穩定的狀態離析出來，用天平加以稱量，由此重量用重量分析計算法算出被測組份之含量」。例如：欲測定一可溶性之銀化合物中的銀含量即可稱一定量之銀化合物，用適當的溶劑使其溶解，再加入氯化物使銀生成氯化銀沉澱，過濾，灼燒此沉澱後稱量其重量用重量分析計算法算出銀之含量。

容量分析法較重量分析法快速，結果準確，但目前容量法還不能適合於一切測定時，重量法還佔重要的地位。

(3) 準確度，精密度，有效數字。

準確度是一個測量所得的數值與真正數值間符合的程度，精密度則是對同一個樣品測定若干次所得若干個數值之間相符合的程度。

既然準確度是在求與真正數值間符合的程度，精密度是在求對同一樣品作若干次測定後而各若干數值間符合之程度，那麼反過來說，其所以有不符合現象者，乃一定是在測定中，有誤差的存在，一般說來，引起誤差的原因很多，如儀器在製造上的不準確或因環境之變化（如氣壓溫度）等所引起之誤差，藥品之不純，測定方法之不良，每個人的技術不同或偶然的錯誤等等都會引起誤差，因此對準確度及精密度的表示法，就以誤差的大小表示之，例如

某鐵礦含鐵量：真正數值 = 47.05%

測得數值： $\left. \begin{array}{l} 1. 47.08\% \\ 2. 47.26\% \end{array} \right\}$ 平均 47.17%

$\therefore$ 分析絕對誤差 = $47.17 - 47.05 = 0.12\%$

$$\text{分析相對誤差} = \frac{0.12}{47.05} \times 1000 = 2.5\% \text{ (每十分2.5)}$$

通常，一個分析的準確度，即用相對誤差表示之，如上例即分析結果之準確度 = 2.5%。由此可知誤差愈小，準確度愈大。

在上例中二次測得數值間之絕對差 = $47.26 - 47.08 = 0.18$

$$\text{相對差} = \frac{0.18}{47.17} \times 1000 = 3.5\%$$

(十分3.5)。

3.5%。即為此二結果數值之精密度。

所謂真正數值，也不是固定不變的，它是用高度準確的方法經過多次的測定而被人們認為真正的，但是在科學的發展中，有了更新的更準確的測定法時，真正數值也要隨之改正。

一般來說真正數值常不易求得，因此分析結果的好壞，多用精密度來表示。

對於初習定量分析者，我們要求每一被測定之物質作兩次分析，其分析結果之精密度應在下列數字之內。

(1) 關於用重量百分數表示結果者則用絕對差表示精密度。

成份之百分數

二次試驗結果之差

80—100

0.30

40—80

0.25

20—40

0.20

10—20

0.12

5—10

0.08

1—5

0.05

0.1—1

0.03

例如，你分析某鐵礦中鐵含量，二次測得之結果

1. 47.08%

2. 47.26%

其組成之百分數在40—80之間，其差為47.26—47.08

$= 0.18$ 此數值在規定數值 0.25 範圍之內即可平均二值報告之。

若經分析之結果 $1.47.05\%$

$2.47.30\%$

其二數值之差為 0.30 超出規定範圍之外則應重作。

(2) 關於求標準溶液之濃度時，則用相對差表示其精密度，要求在每千分二之內。

準確度與精密度密切地連繫着，但二者之間有很明顯之區別，要達到優良的準確度必得有優良的精密度；反之優良的精密度，並不表示優良的準確度。因為在數次分析一樣品的過程中可能犯同一的誤差。

有效數字：數乃表示一定之量者，凡一個定量分析的計算結果，其表現的準確度與精密度與適當保留數字的多寡有密切關係，常常因為數字的保留不恰當，而使一個很好的分析結果，變為無意義，所以「說有效數字，乃符合實際的，而有意義的數字也。」譬如普通的分析天秤只能準確到 0.1 毫克 (0.0001 克) 因此在分析天秤上稱量的結果，應該用四位小數的數值來表示，如 12.1230 克這個數值共有六位有效數字，這六個有效數字即表示用分析天秤實際上能稱出的量， 12.1230 克中前五位表示準確肯定，最後一位表示不肯定，換句話說，最後一位是大約的估計的，若果有兩個人用同一個天秤同一份樣品可能稱的結果只在最後一位不同，如第一人称之量為 12.1230 第二人称之量可能為 12.1231 。

如果把 12.1230 克寫成 12.123 克就不對了，因為這樣就表示稱量結果的精密度僅為 ± 1 毫克而不是 ± 0.1 毫克，同樣地，在分析天秤上稱量的結果也不應記錄至第五位小數，因為第四位小數已不肯定，所以第五位小數更無意義了。

又如在容量分析的滴定中滴管之刻度最高能準確到 ± 0.01 毫升，如 25.41 毫升，只有四位有效數字，如果寫為 25.4 或 25.412 毫升，是同樣的不準確。

有效數字中“0”的用途有二：其一為用作有效數字如在10.03或12.1230中皆為有效數字，再一為用作非有效數字如在小數點前並無整數時緊接在小數點後的“0”，如在0.0019克中只有1,9兩數字是有效數字，而零的作用僅表示19的位置，因為0.0019克也可寫成1.9毫克，同時也可用 1.9×10^{-3} 克表示，又如亞佛加特羅常數為 6.023×10^{23} 則只有四個有效數字 10^{23} 不過表示 6.023 的位置而已。

一般定量分析所測得的結果，最多準確到0.1%，（即每千分有一份）的相對誤差，所以最多用四位有效數字來報告一個分析結果，在表示兩次分析的平均結果時，應具體的考慮到兩個結果的一致性，而用適當的有效數字來表示它的平均值，例如兩次分析所得的百分數是62.04和62.26，如果把平均值寫成62.15那就毫無意義了，因為這裡第三位數字已不可靠，需到第四位就更沒有意義了，這個結果的平均所以應寫成62.2%，如果兩次分析的結果各為62.03%及62.09%那麼平均值即可寫成62.06%。總之在報告結果時，最多保留一位不肯定的數字。

在計算過程中有效數字的保留，應採用4捨5入法。

複習題一

1. 定量分析的方法有那幾種，它們的基本區別是什麼？
2. 什麼是準確度？什麼是精密度？二者通常各以何種方式來表示？
3. 指出下列數值中有效數字的個數：
 - ① 坩堝重10.9506克
 - ② 無灰濾紙灰重0.00003克
 - ③ 亞佛加特羅常數 6.023×10^{23}
 - ④ 碳酸鈣分子量100.09
 - ⑤ 一樣品重0.2530克

II. 分析天秤

1. 天秤的構造：

(1) 天秤箱，係支於三銅腳上，每一銅腳裝於電木（或銅質）柱內。後腳高度固定，前兩腳可以隨意轉動調節高度，以校正天秤之水平。

(2) 天秤箱之前面有門，可以上下啟閉，許多天秤，且於箱之兩側，裝設玻璃門，此兩側門供取放砝碼及欲稱量之物質，較為便利。

(3) 天秤樑，係支架於箱之中央立柱上，樑頂鑲有平玻璃片，樑之中央，有一銅質或瑪瑙質之刀口，此刀口落於柱頂所鑲之玻璃片時，天秤樑即可自由擺動。

(4) 天秤樑向左右伸出，沿兩臂上，刻有度数，樑之左右末端，各有瑪瑙質或銅質之刀口，其上各懸有鐮形架，每鐮形架，後鑲有玻璃片一，天秤擺動時，即落於秤樑兩端之刀口上。天秤盤即懸於此鐮形架下，左右各一。

(5) 天平樑之中點附一指針，當其擺動時，指針即在立柱前之標尺間擺動。

(6) 天平樑之兩末端附有校正螺旋，若天秤盤上未置物擺動時，指針在標尺零度兩邊擺動距離不相等，則藉校正螺旋調節之。

(7) 在標尺前，有一酒精水平儀，以定天秤之水平。

(8) 天秤箱中央之立柱內，裝有機件，藉箱前之平柄管理之，扭動平柄，秤樑可昇可降，昇時用以支起秤樑，使略高於刀口與玻璃片相接處，天平不用時，扭動該機件，使支住秤樑，否則擺動過久，將使刀口變鈍而減低天秤之靈敏度。

(9) 指針或天秤樑上，附有小錘或重體乃用以調節秤樑及其附屬物之重心者，天秤樑之重心，須略在玻璃片水平以下，

俾可保持適當之感量，此於安置天秤時，即安正之，以後不須改變，學者慎勿冒昧移動。

(10) 天秤盤下，有二盤托，用箱前之鈕鍵管理之，當物係或砝碼置於盤上時，可微托盤底而減少秤標之擺動度。

(11) 天秤箱之一邊，恒裝置一活動細杆，可以沿秤標伸入，其上可掛一細絲狀鋁質跨碼，利用此活動杆，可將跨碼隨意置於秤標之刻度上，秤標上每一記有數字之刻度，相當於一毫克，故用跨碼可以免去在天秤盤上放置10毫克以下之小数砝碼。

(12) 分析用的砝碼，包括許多大小不同的金屬塊，1克以上的砝碼，係塗漆或鍍金之黃銅質，1克以下的11-數砝碼常為鉑鋁銀等金屬作成，最常見者為鋁質。

跨碼則為鋁線製成，一套砝碼之面值通常為：

50 克	20 克	10 克	10 克
5 克	2 克	1 克	1 克
0.5 克	0.2 克	0.1 克	0.1 克
0.05 克	0.02 克	0.01 克	0.01 克 跨碼(其重=0.01克)

2. 使用天秤時應注意的事項：

- (1) 天秤台，天秤箱，天秤盤中一切塵埃，須隨時刷除。
- (2) 稱量前，須觀察天秤是否水平，若不水平，則應矯正之。
- (3) 被稱物品之溫度，須與室溫相同，設被稱物品之溫度較高時，必須放冷後方可稱量，大約在室內放二十分鐘後即可。
- (4) 不可直接置被稱之物品放天秤盤上，須放入表玻皿，或稱瓶內稱之。欲增減被稱之物品時，不論其為固體或液體，皆宜在天秤箱外行之。
- (5) 被稱之物品，如為液體或揮發性之固體時須用帶塞之稱瓶稱之。設揮發性之蒸汽有腐蝕性者，則稱瓶之起閉，皆須在天秤室外行之。

(6) 稱量時，稱量者，須坐於天秤標尺中央之對面，以便觀察時，免生視差。

(7) 開或停天秤時，皆須緩緩行之。設天秤不動，則開天秤箱之傍門，以手揮風，而助其擺動，但不可使其擺幅過大，以免有損天秤。

(8) 在稱量時，物品放於左盤，砝碼放於右盤。

(9) 用砝碼時，先取大致相近者試之，看指針的擺動即可知應再繼續增或減砝碼。

(10) 砝碼之增減，皆須用拵行之，切勿直接用手取放。

(11) 每放入或取出砝碼或物品以前，應將秤標托起。

(12) 加跨碼或移動時皆須將天秤關閉後行之。

(13) 天秤上之砝碼，在未取下以前，須注意砝碼箱內之空位，然後取下各砝碼，一一添於各相當之空位內，藉以校正，以免誤差。

(14) 稱量完畢後，慎勿遺留任何物品於天秤盤上，經清刷後，務須將天秤各門關閉。

(15) 天秤有錯亂情形或遺失砝碼時，須立即報告導師。

3. 稱量的方法及稱量練習

稱量的方法，按照指針在標尺間擺幅的大小，通常分為兩種，即長擺法及短擺法。

(1) 長擺法：長擺法按標尺的刻度來講指針擺動的擺幅，由標尺中央依起算，偶在左右五刻度以上，因為擺幅甚大，故指針在擺動中受空氣之阻力及天秤機件的摩擦力而擺幅逐漸減小。換句話說也就是指針若先向左擺動時，其擺幅較指針返回右方時為大，依次逐漸減小，這樣一來吾人欲知當指針停止時，指針在標尺上所在的位置，若以指針正在擺動時用數學方法計算此位置時，必須用長擺法或零與之法求之。因為當指針擺動時，若無天

天平化學

秤無特殊裝置欲使指針很快的停止，非常不易。

零吳，平衡吳，其求法完全相同，其區別普通為零吳乃天秤空盤時指針在標尺刻度左右擺動的中吳，平衡吳乃為稱物質時指針擺動的中吳，在一個稱量中，先求零吳（每次稱量前必先求零吳，因零吳常受環境之改變而改變）再求平衡吳，平衡吳與零吳一致時，稱量即告完成，此時所加砝碼的重即被稱物質的重，零吳及平衡吳的求法用下例說明之：

平秤指針之擺動在標尺中央零吳之左一般的取一負值，在其右取一正值，如向左擺至 5.6 刻度處再擺至右方 5.8 再左 5.2 處再右 5.4 處，再左 4.7 處則：

$$\begin{array}{rcl} -5.6 & \longrightarrow & +5.8 \\ -5.2 & \longleftarrow & \\ -4.7 & \longleftarrow & +5.4 \\ \hline \text{平均}-5.2 & & +5.6 \end{array}$$

$(-5.2 + 5.6) \div 2 = +0.2$ 即所求零吳在標尺中央零點右方 0.2 刻度處。

求零點或平衡吳時指針左右擺動次數之和必為奇數，次數愈多愈接近真正零吳或平衡點，通常採取擺動三或五次較佳。

此量稱法，適合於甚精確的測量工作，如砝碼之校準，天秤靈敏度的測定等，此稱量法，費時間較多，同時稱量技術需很熟練，對一般樣品成份的分析勿需採用之。

(2) 短擺法：短擺法係指針在標尺間擺動的擺幅較短，普通希望擺幅由標尺中央零吳計算向左右擺動 3—5 刻度，因擺幅較短所以指針擺動時受空氣的阻力及機件之摩擦力也較小因之在稱量法上與長擺法畧有區別，這種稱量法既省時間，同時可以達到普通分析一樣品的成份所要達到的精密度的目的，因之在我們的工作中常採用之。按照稱量的目的不同分為下列兩種。

甲直接稱量法：直接稱量法即係直接將被稱之物放於天秤之左盤，將砝碼放於右盤而稱量之，在放入被稱物及砝碼之前，先求秤空盤時的零點，然後放入被稱物及砝碼後再求天秤的平衡點，平衡與零點一致時，則砝碼之重即被稱物之重，但要着重指出的，即短擺法求零點及平衡點與長擺法不同，短擺法求零點或平衡點時，只需指針在標尺中央零點左右擺動各一次，取其平均值即可，例如：指針在標尺中央零點左方擺動至3.5刻度處，返回至右方3.1處則零點（或平衡點） $= (-3.5 + 3.1) \div 2 = -0.2$ ，即所求的零點在標尺中央零點左方0.2刻度處，這種稱量法多用於重量分析法中坩堝的稱量及灼燒後沉澱的稱量，有時稱樣品也常用之。

乙間接稱量法（稱試樣法）：稱試樣法即係將欲分析的樣品放入稱瓶中，再將此稱瓶放於天秤之左盤，砝碼放於右盤，稱量之，稱準後，把一部分樣品由稱瓶中移入燒杯或其他器皿中，再稱稱瓶至準確，二次稱量之差即為移入燒杯中樣品之重，若需取數份樣品時，可繼續稱量之，這種稱量法，勿須求天秤的零點，以標尺之零點作零點即可，稱量前調整天秤指針在標尺中央零點左右擺動相等時（或其差不超過一刻度時）即可進行稱量，這種稱量法，由零點之不正確，及其他原因帶來的誤差，可在（樣品+稱瓶）-稱瓶重量之差中抵消，例如：分析煅灰中總堿量時：煅灰樣品+稱瓶之重 $= 24.998$ 克，取一部份樣品於燒杯中後，再稱其重量 $= 23.806$ 克，故第一份樣品之重為 $24.998 - 23.806 = 1.192$ 克，再繼續取一部分樣品於另一燒杯中後再稱其重量 $= 22.793$ 克則第二份樣品之重應為 $23.806 - 22.793 = 1.013$ 克，如此稱出兩份樣品即進行分析。

III. 容量分析

前文已經說過：“容量分析乃將濃度已知的試劑（標準溶液）裝入特製的容量儀器（如滴管）中，由此儀器中將試劑滴入一定量被測定物質的溶液中，使試劑與被測定物質的組份發生化學反應，利用適當的試劑或方法，指示反應之終點，反應剛好完成後，由特製的容量儀器精確求知所用試劑的容量，可以用容量分析計算法，算出被测成份的含量”。

欲達到算出被测成份的含量的目的，必須掌握一系列必要的知識，經過一系列必要的操作求得一系列必要的數據，再由此一系列的數據，按照容量計算法計算被测成份的含量。因此在未實際分析練習之前，先談一談分析過程中需要知道的知識及操作的技術，是完全必要的，若能熟悉這些知識則分析可以順利進行。

1. 容量分析所需的重要儀器

(1) 滴管：滴管為容量分析中最重要的儀器，標準溶液容積之數據即由滴管求得之，容積之單位為毫升（ml）。

滴管為內徑大小均勻之硬質玻璃管所製，尋常所用，多為50毫升大小者，外壁刻度，壁上之刻度，0在上50ml在下，其間每毫升之區分常小到0.1毫升，實際應用時可估計至0.01毫升。

滴管下端有附玻璃活塞者，有用橡皮管連接者，前者利用玻璃之啓閉控制溶液之流速，而後者則用橡皮管內所裝之玻璃珠控制之，前者謂之玻璃滴管，不宜裝入鹼性溶液，宜於裝入酸性及腐蝕橡皮管之溶液，因之有時也稱酸管，後者謂之簡單滴管，宜於裝入鹼性溶液，故有時也叫鹼管。

甲 滴管之準備：滴管內溶液放出後，管壁上不應有餘液遺留，故在使用之前，洗淨滴管非常重要，一般採用溫熱之洗液洗滌之（註一）。

定 量 部

玻塞滴管洗滌時，即裝入溫熱之洗液令其放置 5—10 分鐘，將洗液放回洗液瓶中，以備再用（洗液經多次使用變成綠色者，即可棄去重作）然後用自來水沖洗數次，若發現滴管壁上仍有水珠遺留，則再用洗液洗滌之，（註二）若無水珠遺留，則最後須用蒸餾水沖洗數次，以備應用。

簡單滴管洗滌時，則將橡皮管除去，將滴管下端插入水壺中由滴管上端傾入溫熱之洗液，照上法洗滌之。

玻塞滴管之玻塞，需塗以凡士林，塗上凡士林則玻塞啓閉時較為靈活，同時若有細小洩漏現象，也可藉以避免，塗凡士林時，原先將玻塞取下拭乾，然後在玻塞無孔的兩面（或在玻塞無孔的兩端）塗以極薄層之凡士林，塗好凡士林後，將玻塞押入壺塞中，轉動玻塞使凡士林均勻的散佈於玻塞與壺塞間，但凡士林絕不可充塞於玻塞及壺塞之孔道中，若有充塞現象，則應取出充塞之凡士林，另行塗抹。

上述準備工作完成後，可將滴管裝滿蒸餾水，啓開玻塞（或用手指緊握簡單滴管下端橡皮管內之玻璃珠）令水加速流出，至管尖氣泡存在為止，（註三）調整水之凹面與滴管之 0 刻度相齊，記其時間，放置之，若 20—30 分鐘，無漏水現象，即此滴管即可應用。

（註一）：洗液之製法：在 500 ml 燒杯中，放入 20 ml 熱水，然後加入 10 克粗重鉻酸鉀（或鈉）料末溶解之，溶解後放冷，再緩緩加入 175 ml 粗濃硫酸並隨時攪拌，用細口瓶儲存之。

（註二）：因洗液對玻璃有腐蝕性，因之在無油垢及其他不潔之物存在時，可用永沖洗之，如滴管在放出溶液後，僅用蒸餾水沖洗之即可。

（註三）：溶液裝入滴管後，在滴定前，管尖不得有些微空氣存留，除去空氣泡法，除使溶液加速流出管尖將空氣泡帶出外，

簡單滴管還可將橡皮管向上彎曲放出液體少許，如有空氣，自隨液體而逸出。

乙.滴管之讀取法：藉滴管刻度，準確讀取液體體積，在容量分析法中非常重要。往往因為液體體積讀取的不準確，引起很大不必要的誤差，使分析結果也不準確。因此，學者應切實注意。

各種液體，裝入滴管後，因表面張力之關係，其表面均成弧形，液體如像水及水溶液等，其弧形均向下凹，若液體清澈透明，當準確讀取弧形最低處之刻度。

為了避免視差起見，讀取滴管時，眼球與弧形凹面最低處之刻度應居於同一水平線上，其法可依下述者行之。

取一長約5厘米，寬約2厘米之黑色（或藍色）亮光紙條，由2.5厘米處摺疊成兩層，使紙條黑面向內，兩邊對齊，用漿糊粘糊之，使成一環能套於滴管上，自由移動為度，欲讀取液體之容積時，將此紙條移於液體凹面下，約二小刻度處，然後上下移動視線，至管後紙邊，恰為管前紙邊遮蔽時，視察液體弧形凹面最低處之位置，推測到最小刻度之十分之一刻度，記錄之。

此法中，眼球之位置，實略低於弧形凹面之最低處，惟因紙條之邊，低於液體弧形凹面最低處時，便於推測至0.01ml，弧形凹面在黑色（或藍色）紙條的影響下，更顯清晰，因此此種讀取滴管法，不惟簡單，而且易得準確之結果。

若果說，利用這種讀取滴管法，眼球之位置不與液體弧形凹面最低處在一水平線上，而眼球實際上低於液體弧形凹面之最低處，這樣會永遠存在着一個視差，對這一問題可以如此解釋：滴管所放出液體（或任何液體）之容積，係由滴管未放出液體前與放出後，二次讀數之差決定之，若二次讀取滴管之刻度用同一方法操作，則所有之誤差，適相抵消。

(2) 量瓶：量瓶普通為裝盛一定容積的溶液（或液体）之帶塞平底瓶，頸細長，頸上有一刻度，把液体裝入瓶後，液体弧形凹面最低與該刻度線相齊時，所盛之容積一定，普通所用，有100 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL 者，它的用途很廣，不過在我們學程中，僅用來配製標準溶液。

2. 濃度表示法：濃度及溶液濃稀的程度，其表示的方法很多，如百分，溶液，克分子溶液，當量溶液等。在容量分析中，為了計算的便利，常採用當量溶液表示之。

(1) 當量：一物質的當量，乃是它在化學反應中，所需之量，與1.008克之氫相當者。此量即為該物質之「當量」。克當量即當量用克表示者，1毫克當量即1克當量的千分之一。例如鹽酸與一鹼性物質起中和反應時，每一克分子中適可供給一克原子的氫（即1.008克的氫）因此鹽酸之當量即其分子量，毫克當量即克分子量的千分之一。

一物質的當量並非固定不變，要決定一物質的當量，需視此物質參加化學反應的情況，往往一個物質在此一反應中與彼一反應中當量不同，例如硝酸，依功用時，其當量與其分子量相等，但依氧化劑用時，則其當量為其分子量的三分之一。

(2) 當量溶液：1000 mL的溶液中，含有一克當量之溶質者，則該溶液之濃度為一當量溶液，通常用符號N表示之，故一當量溶液即1 N，若1000 mL的溶液中含有2克當量之溶質者，則該溶液為2 N。

3. 標準溶液之製備：標準溶液即濃度已確知之溶液，其製備法有二：

(1) 直接法：如果欲製備標準溶液之物質，非常純潔（或其所含成份及純度已知），所用量瓶非常準確，則按照需要量，用分析天秤精密稱量之，放入量瓶中，仔細地用溶媒溶解，稀釋至量

瓶刻度處，充分混合之，即可移入細口瓶中備用。

(2) 間接法：先製成相近於所需濃度的溶液，然後以已知成份及純度的標準物，加以標定。這種方法為我們常採用。

4. 初級標準：適合於直接法，製成標準溶液的物質，或在間接法中標定標準溶液的物質，叫做初級標準，用做初級標準的物質，應具有下列三條件：

- (1) 易得，易於精製，且經乾燥 ($100-110^{\circ}\text{C}$) 不變其組成者。
- (2) 秤量時，不吸收空氣中的水份及 CO_2 ，且不被氧化。
- (3) 有高的當量，以減少稱量上的誤差。
- (4) 與標準溶液的反應，應當單純，快速而完全。
- (5) 應有已知靈敏度的定性分析法，以測定其可能的夾雜物。

通常所用的初級標準有：無水碳酸鈉 Na_2CO_3 ，苯二酸鉀 $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$, COOK 。草酸鈉 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ，重鉻酸鉀 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，溴酸鉀 KBrO_3 ，碘酸鉀 KIO_3 ，硝酸銀 AgNO_3 等。

5. 指示劑：指示劑是容量分析法中的一種輔助試劑，當反應到達完全時，或極近完全時，它發生一種顯明的突變（如顏色的突變，被滴定溶液突然發濁等）。藉助這種突變，指出滴定終點。

指示劑按其性質的不同，普通分為酸鹼指示劑，氧化還原指示劑等等。又按其使用情況不同，可分為二類：

(1) 內用指示劑：—直接加入適量的指示劑於滴定溶液中，此種指示劑，最方便也最常用。

(2) 外用指示劑：—不能直接加入滴定溶液中，只能在滴定進行至近終點時，隨時取出溶液一滴，與指示劑在白紙或磁板上作用，以觀察反應是否完成，此種指示劑使用時，甚不方便，且易引起誤差，故不得已時，方始採用。

6. 滴定，當點，終點與滴定時應注意之事項：

(1) 滴定，當點，終點：