

南京農學院交流講義

定量分析

化學教研組編印

1954年12月



定量分析教學大綱 (一九五四年九月修訂)

一、目的和要末：

本課程包括定量分析的基本原理和操作技術，其目的在培养学生獲得分析方法中所依据的原理，及分析操作技術，以復能独立測定物價組成的含量。要求結果準確，合理應用儀器，並從實驗所得的數字，能作純熟的計數。為土壤分析，水質分析，農產品分析等，有關定量分析工作打好基礎。

二、參考資料

分析化學教本(下冊)1951年版

(阿列克謝也夫著)

定量分析(上册)

(阿列克謝也夫斯基等著)

定量分析化學

(張澤堯譯)

定量分析(上下册)

(曹允宇著)

三、教學方法：

1. 本課程的教學是建立在學習無機化學及定性分析的基礎上進行。
2. 把理論穿插在分析方法內討論，使實驗室內容與課堂上講授的原理相配合，以先講理論後作實驗為原則。
3. 在每週教材授完後即進行小結，並指出重點，配合習題，以便複習。
4. 貫徹每次實驗目的和要末，隨時教育學生重視實驗操作，以免產生誤差。
5. 加強學生自習工作，對听课發生特殊困難的同學，採用了個別指導方式進行協助。
6. 教材講授到一段落時即舉行測驗，以復檢查教學效果。

四、進度

教材內容分六章講授，共上課十七週：

進度表

- 第一週：第一章 緒論：1. 定量分析的意義和目的，2. 定量分析方法的分類，3. 分析天平 a 構造 b 零點及測誤 c 灵敏度及其測定
四小時(即4節課以下均同)
實：(即實驗以下同)檢校儀器及察看天平 (三小時)
- 第二週：a 稱量法 b 天平使用規則 4. 有效數字及其保留，
5. 準確度，精密度 (三小時)
實：零點的測定，灵敏度的求法 (四小時)
做第一章習題
- 第三週：第二章 重量分析 1. 支五步驟 2. 沉澱作用 3. 連帶沉澱 4. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 水份測定 (二小時)
實：稱重練習(稱 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的重量及 Na_2SO_4 的樣品) (五小時)
- 第四週：5. 過濾 6. 洗滌 7. 沉澱燒灼 8. 轉移因數
9. Na_2SO_4 的測定 (三小時)
實：做完 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 水份測定 做 BaSO_4 的坩堝準備 (Na_2SO_4 用) (四)
做習題測驗。
- 第五週：10. 磷酸鹽測定的討論 (二小時)
實：續做 Na_2SO_4 的測定 稱磷酸鹽的樣品 (五小時)
- 第六週：實：做磷酸鹽的沉澱 稱 Fe 素樣品 坩堝準備 (P 用) (七小時)
做習題
- 第七週：11. Fe 素測定的討論 (二小時)
實：續做磷酸鹽測定 做 Fe 素坩堝的準備 (五小時)
- 第八週：做 Fe 素的測定及做完 P 測定 準備古氏坩堝的練習測驗 (七小時)
- 第九週：第三章 中和方法 1. 容量分析原理及分類 2. 刻度

第一章 緒論

一. 定量分析的任務和目的

要測定任何一種物質的組成，必須先施行定性分析後，知道其中所含何種成份，然後再測定各成份所含的數量。用化學方法測定出物質中所含各成份的多少是定量分析的任務。材料的適合於某種應用與否，常取決於定量分析的結果。就是在化學各部門中，關於研究方面也非應用定量分析不可。定量分析所引用各種化學反應如沉澱作用，及由混合物中作有系統的分析，均與定性所用者相同。惟對於控制反應的環境及運用各項手續，則須特加注意。因此對化學反應的要求亦較高，必須使反應完全，無副反應產生，這樣才能使要測定的成份達到純粹程度而完全析出。

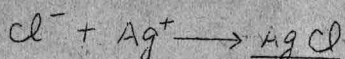
初習定量分析其目的應為：

1. 對分析方法所依的化學原理有充分明瞭；
2. 認識每一測定方法的限度與可能的誤差；
3. 對分析實驗技術作實際的練習；
4. 從實驗所得的數字，根據原理，計算分析結果。

二. 定量分析方法的分類

定量分析的主要方法有重量分析及容量分析兩種。重量分析是供用稱量以決定成份含量的一種化學分析方法。例如稱取一定重量銀的樣品，溶於稀硝酸中，將銀沉澱為 $AgCl$ ，過濾，經洗滌，乾燥後再稱定其重量。由所得 $AgCl$ 的重量，即可推算出樣品中 Ag 的含量。

容量分析則與重量分析有所不同，即用已知濃度的試劑溶液與欲測定物質的溶液發生化學反應。根據所用溶液的體積，而推算出某一成份的含量。例如溶解一定重量含氯的樣品於溶液中，用已知濃度的 $AgNO_3$ 溶液來滴定，使之發生下列反應：



根据用去 $AgNO_3$ 溶液的体积，可以计算出样品中 Ag 的含量。容量分析可以做得很快，多数的单独测定用容量法可以在几分钟之内完成，而同样的测定用重量法就需要好几小时。由于容量法测定的速度快，一个测定可以重做几次，而得到更准确的算术平均值。因此一般说来，容量法比重量法好。惟在容量法测定时，欲极精确的未确定所发生反应的完全，亦常不易得到，且反应本身应符合于一系列的条件，故其应用的範圍亦不免受到限制。

此外尚有电化学分析法，气体分析法，光学分析法及根据物质其他一些物理化学性质的方法等，均需要特别仪器，故常常多放在高等分析中去研究。在该处，复杂物质的定量分析并不只可用一个而是可以用好些方法进行。此类物质中大多数的元素用重量或容量分析来测定。少数用电化学分析法，比色法等测定。例如在分析硫酸盐中的 SiO_2 和 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 的含量用重量法， Fe_2O_3 用容量法， TiO_2 用比色法， Al_2O_3 则从差数求出。因此定量分析的各种不同方法，组成为一个整体。

三、分析天平

分析天平常为等臂的，即轻金属所製的梁，两端各懸掛一盤，梁之正中為支點，支點至懸盤之支的部分稱為臂，左右兩臂等長，故為等臂天平。利用等臂槓桿原理，若在兩端各懸掛一物體而得到平衡狀態時，則此物必為等重。在定量分析實驗室裡，分析天平是不可缺少的，極其準確而極精巧的儀器。必須非常仔細地使用天平，才可能得到应有的準確度和靈敏度。

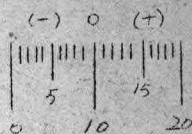
1. 構造

1. 天平梁：為天平的主樑，支架於中文柱上，柱頂鑲有平瑪瑞片。

b. 天平盤：懸於樑的兩端所裝的盤形架上，左盤放稱物，右盤放砝碼。

c. 指針：附裝於天平樑的中尖上，當其搖動時，可由中立柱基附近的標尺觀察格度。標尺上的格度可用下圖來表示：

d. 刀尖：大多數用鋼質或瑪瑙質等堅硬物質製成，用以增進天平的靈敏度。注意三刀尖須在同一水平面上。



e. 調整螺旋：調整天平樑兩端的輕重。

f. 托盤：裝於天平盤之下，當稱物或砝碼放置盤上時，藉其微托盤底，以減少天平樑的震動。

g. 升降鈕柄：用以升降天平樑，升起則天平樑的刀尖與柱頂的瑪瑙片脫離，天平樑乃架起，而呈靜止狀態。降下則刀尖與瑪瑙片相切，天平樑及指針乃發生擺動。

h. 水平儀：裝設於中立柱基之後，旋轉天平前面兩腳，以校正水平。

i. 游碼：係一絲狀砝碼，用一活動桿移動，可隨意放在天平樑的刻度上，以代小數砝碼。天平樑上的每一小刻長相當於 0.1 毫克。游碼的重量有 10 毫克或 5 毫克者。

2. 砝碼

分析天平的砝碼通常多為鍍金的黃銅質，有：

50g, 20g, 10g, 5g, 2g, 1g, 等个数。一克以下的砝碼則稱為小砝碼（或：份砝碼），常用鉛錫或合金製成，通常有：

500 mg, 200 mg, 100 mg, 100 mg, 50 mg, 20 mg,
10 mg, 10 mg, 5 mg, 2 mg, 1 mg, 1 mg.

等个。移至 10 mg 以下時，普通多用游碼以代替。定量分析用的砝碼，大都可稱準確，但因用時長久，即易磨損和沾污，以致引起重量之改變。因此砝碼時常須要校正。

3. 零誤及其測法（實驗練習）

天平未載重時，指針靜止後在標尺上所指的格度稱為零矣。在實際操作中，除非天平附有阻力裝置，否則如等到指針靜止再來觀察零矣，不僅費時，且不必要。通常多俟指針擺動視其向兩邊移置的格度數而決定之。事實上当指針左右擺動時，因空氣的阻力及機械的摩擦，其擺幅必依次減小，故零矣乃不在左右連續兩極擺極端的中央。例如天平指針向左擺至-3.0，向右擺至+8.0，其零矣並非正零，但在零的右端，亦即有摩擦力，俟指針擺動減小而停置於右方。若俟指針再擺回至左方-7.2處，則左方兩數字平均為-7.6，與右方+8.0的中央，實為更近似的零矣。

因此在較精確的分析工作中，零矣的測定，則須用長距擺法，即令指針作長距離的擺動，由數次擺動兩極端的平均數字計算而得之。例如：

左方	右方
-5.6	+5.8
-5.2	+5.4
-4.7	
平均 -5.2	+5.6

$$\text{零矣} = \frac{-5.2 + 5.6}{2} = 0.2 \text{ (偏右方)}$$

或：

左方	右方
4.4	15.8
4.8	15.4
3 14.5	2 31.2
4.8	15.6

$$\text{零矣} = \frac{4.8 + 15.6}{2} = \frac{20.4}{2} = 10.2 \text{ (偏右方)}$$

在測定零矣時，須先將天平各拂拭清淨，關好匣門。次將

定 量 分 析

天平標尺升降鈕柄之轉動，任指針自由擺動。如指針擺動的振幅過大，則須從標尺下探架（標尺之轉動升降鈕柄），使其重新擺動。然後自左方及右方該標尺上指針左右兩轉動的格數，左方為三次，右方為二次。將左方的平均數與右方的平均數相加除三，即將兩盤無載重時的零點。指針最初兩次的格數並不規則可不必記數。

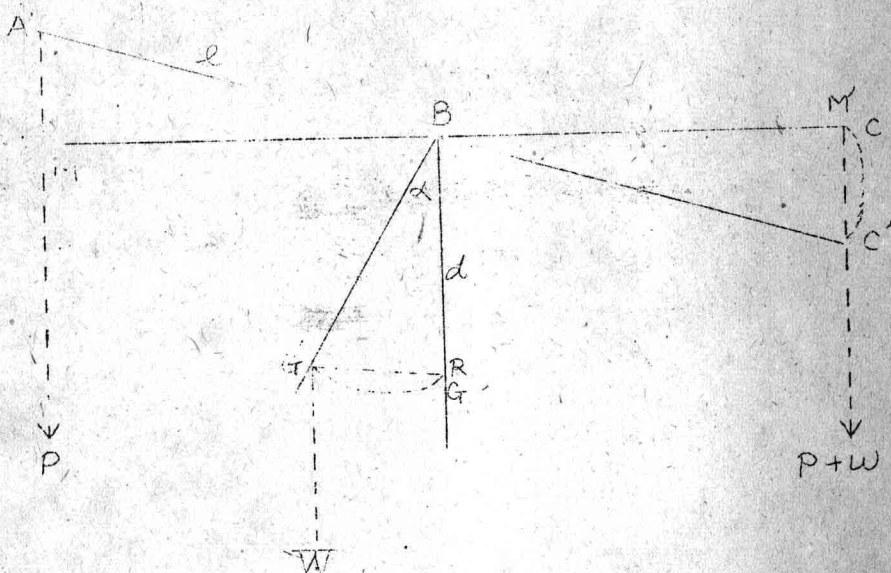
4. 灵敏度及其測定 (實驗練習)

灵敏度的意義。天平的灵敏度一般用某一定過剩重量所引起之天平標尺的傾斜角度 α ，亦即指針所標的偏角表示之。灵敏度與其他因素的關係，可以得到下列的數學公式：

$$\tan(\text{正切線})\alpha = \frac{wl}{Wd}$$

w = 所加的載重； l = 臂長；

W = 標重； d = 標的重心與支點的距離



圖中 ABC 表示天平標尺，B 為其支點，G 表示天平標尺的重心， $BG = d$ 。因此 $AB = BC$ ，故兩盤所載重相等時，重心仍在 G 處。若左盤載重為 P ，右盤載重為 $P+w$ ，則天平標尺即

右傾如圖，而重心G則移至G'處，同時A移至A'，C移至C'處，然後靜止。今以l表示天平梁的長度，W表示天平梁的重量，則由物理學上的原理，

$$P \times \overline{BM} + W \times \overline{G'R} = (P+W) \times \overline{BM}$$

因 $\overline{BM} = \overline{BM'} = l \cos \alpha$

$$\overline{G'R} = d \sin \alpha$$

故 $W \times \overline{G'R} = (P+W) \times \overline{BM}$

$$W d \sin \alpha = (P+W) l \cos \alpha$$

故 $\frac{W d}{W d} = \frac{(P+W) l \cos \alpha}{W d \sin \alpha} = \tan \alpha$

至角度甚小時， $\tan \alpha \approx \alpha$ 或上例，故

$$\tan \alpha \approx \alpha = \frac{W l}{W d}$$

此式表示天平的灵敏度，並可用指針在標尺上的格度數以表示之。

由上式可知，天平梁的傾斜角度愈大，天平梁的總重愈強，天平梁的重心與支點的距離愈近，則其靈敏度愈大。

B. 靈敏度的測定：通常天平的靈敏度是以兩天平盤載重相差1毫克時，指針偏倚的格度數表示之。例如已測得兩盤無載重時天平的零點為-0.2（偏左方），若有載重1毫克於右盤，其零點測得為：

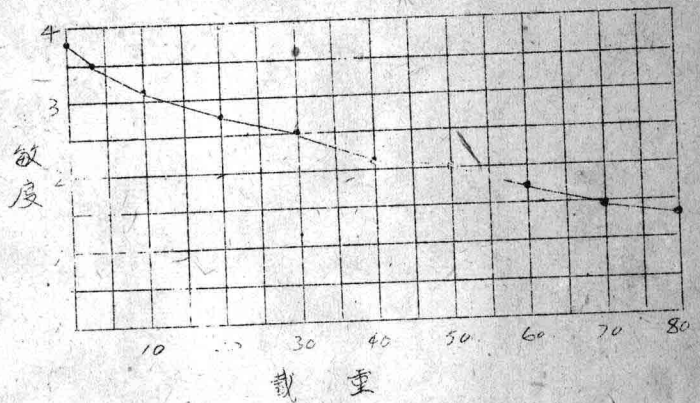
左方	右方
-7.8	+3.0
-7.4	+2.8
-7.0	
<hr/>	<hr/>
平均 -7.4	平均 +3.0

$$\text{零點} \frac{-7.4 + 3.0}{2} = \frac{-4.4}{2} = -2.2 \text{ (偏左方)}$$

即每一毫克所移动的格度為 $2.0 \{-2.2 - (-0.2)\} = 2.0$ ，故該天平的灵敏度為 2.0 ，而每格度即相當於 0.5 毫克。普通一般灵敏度較好的天平，每一毫克可移动 4.0 格度，即每格度相當於 0.25 毫克。用这种相同的方法，我們也可以測定天平 $10g, 20g$ 或 $50g$ 載重時的灵敏度。

C. 天平載重与灵敏度的關係。天平如無絲毫磨擦，兩臂無絲毫弯曲，其灵敏度应与載重無關。实际上灵敏度常因載重的增加而减小，其關係可見下图所示：

若已知兩盤無載重時其灵敏度為 3.7 。在左右兩盤各載重為 $50g$ 的質量時，平衡的零位在 $+0.5$ 處。今再在右盤上多加 1 毫克，而零位移动到 -1.5 處，則該天平有



$50g$ 載重時，其灵敏度乃為 $2.0 \{-1.5 - (-0.5)\}$ 。即因上橫軸等於 50 ，縱軸等於 2 ，以同樣手續測得兩盤若各 $80g$ 載重時，其灵敏度為 1.48 。通常，使天平的灵敏度降至其最大灵敏度的 40% ，天平已發揮其最大的稱任力，超過此載重時，天平必受影響。因此，天平的稱量應在允許的物體。

5. 稱量法 (實驗)

A. 直接調重稱量法。欲稱物體，置於左盤，其右置砝碼以平衡之，如此可免盤的傾側。先將較重的砝碼，用鑷子放置於右盤上，如太重，則依次換較輕者以試之。盤上增減砝碼時，則升降鉞柄將天平保固定，俟天平靜止，以免刀尖損壞。砝碼在盤中的位置，重者應集中於中央。如砝碼增減至 0.01 克 (即 10 毫克) 以下時，即可應用游碼。游碼放置的位置，可依次試

之。最後則用游碼調準重量，俾零與天平原來零與一致為止。此時右盤上的砝碼總重即與左盤上的被稱物體的重量相等。注意每次調動游碼位置時，天平標尺必須固定。

在實際稱量時，先將稱量瓶內之物質重量，用直接調量法求得，例如得 10.9495 克。次將稱量瓶內之物質一部份的物質（約 0.5 克）於另一盛容器皿中，然後再用游碼調量而稱準其重量，例如得 10.4371 克。先後兩重量之差即為所稱之物質之重（ $10.9495 - 10.4371 = 0.5124$ 克）。

依同樣手續，再傾出一部份的物質於其他盛容器皿中而稱準其重量，例如得 9.9085 克。由 10.4371 克中減去 9.9085 克則得 0.5286 克。

用以上方法，經三次稱重手續，即可得二份樣品的重量。在移用稱量瓶蓋傾出樣品時，不得由蓋上及瓶內塗落物質於盛容器皿之外。由瓶內傾出一部份物質時，宜任其沿器皿壁落下，將蓋塞好，約略稱定已傾出的物質為若干，繼續行之，直到由瓶內取出約 0.5100 至 0.5300 克，然後再準確稱定瓶內的重量。

B 用灵敏度的稱量法。根據空天平的零與及載重時的灵敏度，亦可將重量最後的數字算出。例如已知空天平的零與為 +0.2。稱量時，載重為 16.462 克，其零與測得為 +1.1，此即表示載重與砝碼尚未平衡，砝碼尚未加足。若增加 1 毫克的砝碼（用游碼）於右盤，此時載重為 16.463 克，其零與測得為 -0.4，此亦表示載重與砝碼尚未平衡，砝碼仍有過多的跡象。

由以上數字，可知在載重時的灵敏度為 $+1.1 - (-0.4) = 1.5$ 格度。載重的確實重量必在 16.462 克與 16.463 克之間。稱量 16.462 時零與為 +1.1，在未載重時零與 +0.2 的右方，表示 16.462 克較物體更重為輕，其所輕的數量可由灵敏度算出：

$$1 : 1.5 = x : (1.1 - 0.2)$$

$$\therefore x = \frac{1.1 - 0.2}{1.5} = \frac{0.9}{1.5} = 0.6 \text{ 毫克}$$

因此物体的实重应为 $16.462 + 0.006 = 16.4626$ 克。

又称量 16.463 克时零差为 -0.4 ，在未载重时零差 $+0.2$ 的左方，表示 16.463 较物体实重为重，其所重的数量亦可根据上述求出：

$$1:1.5 = x: \{-0.4 - (+0.2)\}$$

$$\therefore x = \frac{\{-0.4 - (+0.2)\}}{1.5} = \frac{0.6}{1.5} = 0.4 \text{ 毫克}$$

因此物体的实重应为 $16.463 - 0.0004 = 16.4626$ 克。二者的结果相同。

应该注意，在用计称法，非称量 0.001 克不可，因由此比例所得的数值，只有一二位正确。

6. 使用天平的规则

a. 在称量以前先要检查天平的状况，并确定未载重天平的零差，以后不得移动。

b. 如果在检查时发生毛病，绝对不要自行修理，必须找指导员处理。

c. 不允许对未静止的天平作任何接触。要预先静止天平（用升降钮柄），然后将称物品和砝码（包括游码）放在天平盘上，或自盘上取下。

d. 观察指针摆动时，要将天平玻璃门关闭。

e. 不要把湿的或脏的物品放在天平中，不要把任何东西放在或倒在天平内部。

f. 不要将被称物品直接放至天平盘上。同样也不要在一张纸上称物质，而必须放在坩埚，称量瓶中或表面玻璃上。

g. 吸湿性物质和液体，特别是能放出腐蚀性的与天平起作用的蒸汽的液体，必须在密盖的器皿中称量。

h. 不要称热的（或过冷的）物品。被称物品应该已经接近天平的温度，为此要将它们放在天平旁的干燥器中二十分钟。

i. 勿用手接觸天平，砝碼或游碼。加入或取出砝碼和游碼時，必須依用鑷子。

j. 不要弄亂砝碼，必須將每一砝碼依次放入匣孔中。

g. 在整個分析過程內要用同一架天平及同一套砝碼，以求一致。

四、有效數字及其保留

有效數字，即一種數字，指示其所代表的數量。例如 243 一數中，每數字皆有意義，故稱為有效數字。至於 0 則可用作有效數字。例如 0.2050 克中，小數點前的 0 為非有效數字，但其他的 0 則為有效數字。概 0 用作有效數字時，即指示其所代表的數量，較任何數字皆近於零。又如 3.14×10^{-5} 或 8.92×10^{-6} 兩數中，則僅有三位有效數字，即在測定比重時的準確度祇及 4 位數字。

各種量度俱有差誤，不能絕對準確，因此表示量度結果的數字亦僅為一近似值。通常一數中最末一位為不準確，故保留一般結果的有效數字，亦祇僅有一個數為不足者。在棄去過多或不準確的數字時，則用四捨五入法。幾個數相加或相減時，其數及其和或差的保留，僅達小數後最左的不足數字位，即已足用。例如，有下列三數相加：0.0121, 25.64, 及 1.05782。設三數的最後一位，皆為不準確數字，則其和數，亦為：

$$\begin{array}{r}
 0.01 \\
 25.64 \\
 1.06 \\
 \hline
 26.71
 \end{array}$$

在乘或除時，保留位數乃依因數中有效數字位數的最少者為根據。例如，0.0121, 25.64 及 1.05782 三數相乘，其積應為：

$$0.0121 \times 25.64 \times 1.06 = 0.328。$$

五、準確度與精密度

1. 誤差和誤差表示的方法。分析的操作和測量的誤差愈小，定量分析的方法也愈準確。測量得到的結果和真實數值的差數稱為測量的誤差。測量的數值和可能的測量誤差，是實際上已知的，因此真實的數值等於測量的數值與可能的測量誤差之間的差數。例如普通在分析中稱量的誤差是 ± 0.0001 克。如果稱量時，稱出一個物體重 0.2175 克，則其真正重量為 $0.2175 - (\pm 0.0001)$ 克，也就是在 0.2174 克到 0.2176 克之間。若理論和實驗技術的長展使測量誤差減小，因此可以使我們更準確地測定真實數值。

在多數情況下，需要知道的誤差並不是用絕對的單位，而是用相對單位來表示的。相對誤差是等於絕對誤差與測知數量的真實數值之比，乘以 100 。例如在分析中，得到 SiO_2 的結果是 2.4% 而不是 2.5% ，則分析的絕對誤差是 $2.4 - 2.5 = -0.1\%$ ；而相對誤差乃是 $\frac{-0.1}{2.5} \times 100 = -4.0\%$ 。

2. 誤差的種類。誤差分二種：一種是系統的（經常的），一種是偶然的。系統誤差是由於有關測量方法的原因而造成，例如所用儀器和使用的方法的不當，試劑中含有的雜質，反應的不完全和副反應的產生，不可避免的丟失和沾污，及觀察現象的不正確等。此種誤差可以大約地估計出來，並且可以用適當方法以避免，與增加實驗次數無關。

偶然誤差是指那些不是由於一定的原因所引起之誤差，而這些原因是可以改變的，所以錯誤的大小和符號也都可以改變。這些誤差的原因是：砝碼的偶然缺陷，測定時溫度的改變，工作中不夠細心，偶然的丟失和沾污等。為了減少偶然誤差，可以重複分析幾次，然後取幾次結果的算術平均值。分析進行得愈精細，測量方法愈準確，則偶然誤差愈小，每次分析結果也愈相近。

3. 準確度和精密度。在定量分析中，測得的結果與真實

数值符合的程度称为准确度。例如 Fe 分析所得有两结果，一为 47.08%，一为 47.26%，平均为 47.17%，而真实数为 47.05%

故准确度为 $\frac{47.17 - 47.05}{47.05} \times 100 = \frac{0.12}{47.05} \times 100 = 0.25\%$ ，或

为千分之 2.5 (相对误差)。惟一般化学分析的真实数值，多属不知，故通常多用测得的结果与同一方法所得的其他结果相符合的程度来表示，称为精密度。例如在上面的例子中，其精密度

应为 $\frac{47.26 - 47.08}{47.17} \times 100 = \frac{0.18}{47.17} \times 100 = 0.38\%$ ，或为千分之

3.8。

習題

1. 重量分析的要害是什么？容量分析的要害是什么？

2. 定量分析方法中是重量分析还是容量分析通常在实用上比较便利？为什么？

3. 如令天平 (左右两盘各有一 10 克的砝码) 的指针对标尺刻度摇摆的情形如下：向右 +7.6；向左 -6.4；向右 +7.0；向左 -5.8；向右 +6.2；若加 1 毫克于右盘上，则指针对刻度摇摆如下：向右 +1.01；向左 -8.2；向右 +0.4；向左 -7.6；向右 -0.3。问用 10 克重量时，天平的灵敏度如何？

4. 用上述天平以称定一坩埚。天平两盘负载重时的零位在标尺刻度的 +0.5 处。当坩埚置于左盘时，右盘上的砝码为 10 克 + 100 毫克 + 20 毫克 + 5 毫克，游码则在 1.0 毫克的位置。此时指针对的平衡位置为 +2.6，问坩埚的重量是多少？

5. 问下列各组数字中有几位有效数字？

a. 0.00126 b. 10.9506 c. 6.06×10^{23}

d. 6.1×10^{-5} e. 100.09

第二章 重量分析

一 主要操作

重量分析的主要操作是：準備分析用的試樣，稱取試樣，試樣的溶解，沉澱過濾和沉澱的洗滌，濾紙和沉澱的乾燥，灼燒和殘渣重量的測定，以及總量計算。

在準備試樣方面，須注意下列情況：

(1) 需要測定某種純粹物質的組成。分析前應該將物質中的雜質予以除去。固體化合物通常都用再結晶方法使雜質減少而得到化學純粹的物質。其法是將欲精製的物質溶於儘可能的少量水中，使所得溶液過濾，隨後再使溶液迅速冷卻。在冷卻時，則物質隨之沉澱，一部份成晶體狀態自溶液中析出，而許多溶於水的雜質，由於含量極少，故在冷卻時，仍尚存於母液中。用過濾方法使晶體分離，即得化學純粹的物質。

(2) 需要求得一大堆物質的平均組成。定量分析時常遇到不均勻的天然混合物或產品，例如礦石土壤肥料等。在此情況，須獲得物質的平均試樣，以便在分析小稱量的結果中，而得到一大堆物質組成的正確現象。

從原樣各部分中各採取少量，就是分析用的平均試樣。在不均勻材料的各部分中，其成分可能是極不相同。若試樣採自物質各部份和各塊中的份數愈多，則所有偶然的平均組成的偏差互相補償的可能性愈大。因此試樣的組成接近於被分析物質的平均組成可能性亦愈大。

堆用上法所得的原樣平均試樣，因份量太大，且不堪均勻，故須進一步將試樣打碎，並按照四分法以逐漸減少物質的份量。

(3) 至於試樣稱取的多少和計算，必須在分析前進行，以免使得到的灼燒過的沉澱太少或太多。在第一種情況下，分析

中不可避免的損失，分析的誤差，天平的不正確都會引起很大的相對誤差；在第二種情況下，稱取的試樣太多，則沉澱得到太多，勢必不能完全洗淨。

用濾紙時所取試樣量一般要使灼燒後沉澱的重量：概為

① 0.07-0.10 克無定形 膠狀沉澱 (如 Al_2O_3 , SiO_2 等)

② 0.10-0.15 克結晶狀沉澱 (如 $MgNH_4PO_4$ 等)。如果沉澱非常重 (例如 $BaSO_4$) 灼燒後的重量可以先許到 0.2 甚至到 0.5 克，而對於不容易灼燒的物質 (例如 CaC_2O_4) 最好還是少取一些，0.07-0.09 克。

例如在測定黃鐵礦含硫時應取用多少試樣的計算中，須注意黃鐵礦中所含硫的最高百分數 (通常為 50%)，先計算在 0.5 克 $BaSO_4$ 中硫的含量：

$$233 : 32 = 0.5 : x$$

所以

$$x = \frac{32 \times 0.5}{233} = 0.07$$

假設在黃鐵礦中硫的含量為 50%，則

$$100 : 50 = y : 0.07$$

所以

$$y = \frac{100 \times 0.07}{50} = 0.14 \text{ 克黃鐵礦。}$$

若考慮到試樣的不均勻性，可以稍微增加稱取量，而在 0.14 至 0.18 克的範圍內稱取。

2. 沉澱作用

重量分析的重點，乃根據用沉澱方法，使欲測定的元素及根分離經洗滌乾燥灼燒而稱定其重量。離子化固體物質與其飽和液成平衡時，若其中離子之一加入過量時，則此物質的溶解度必減低而由液中析出，稱為沉澱作用。

(1) 沉澱劑的選擇。在定量測定中所獲得的沉澱必須具備下列幾個條件：