

1. 目的

一定の厚さの均一な溶液に入射光が吸収される割合は溶液の濃度に依存することを利用して鉄溶液の定量分析を行う。また、グラフの書き方、数値の取り扱いの基礎を学ぶ。

2. 原理

白色光を着色物質に当てると、その物質特有の波長の光を吸収する。波長を選び、その吸光の強さを測定することで吸光物質の濃度を求めることができる。

3. 方法

濃度既知の鉄溶液($2.0 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$)から数種類の濃度既知の溶液を調整し、その吸光度を吸光光度計(東京光電 ANA-7A)で測定して、鉄溶液の濃度と測定した吸光度の関係を示す検量線をグラフ用紙に描く。次に未知試料溶液の希釈溶液を調整し、吸光度を同様に吸光光度計で測る。グラフ用紙に描いた検量線から希釈溶液の濃度を求め、その濃度から逆算して未知試料溶液の鉄濃度を求める。

4. 結果

(ア) 実験 1 検量線の作成

① 試料の調製

6 個のメスフラスコ(50mL)を①、②、③、④、⑤、⑥と呼ぶことにした。

①から⑥に鉄標準溶液($2.00 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$)をメスピペット(10mL)で 0.00mL、2.00mL、4.00mL、5.99mL、8.00mL、10.00mL ずつ量りとり入れた。

①から⑥に塩酸ヒドロキシルアミン水溶液をメスシリンダー(10mL)で約 1mL ずつ量りとり加え、2 分間放置した。

①から⑥に 1,10-フェナントロリン水溶液をメスシリンダー(10mL)で約 2mL ずつ量りとり加えた。

①から⑥に酢酸ナトリウム-酢酸緩衝液をメスシリンダー(10mL)で約 2mL ずつ量りとり加えた。

標線まで蒸留水を加えて①から⑥にそれぞれ、0.00mol/L、 $8.00 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ 、 $1.60 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 、 $2.40 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 、 $3.20 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 、 $4.00 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 、の鉄溶液を調整した。

② 測定結果(表)

レポート用紙、実験ノート、excel ファイル参照

③ 測定試料の濃度の計算法

レポート用紙、実験ノート、excel ファイル参照

(イ) 実験 2 未知試料の濃度の決定

① 試料の調製

3 個のメスフラスコ(50mL)を⑦、⑧、⑨と呼ぶことにした。

⑦、⑧、⑨に未知試料溶液をメスピペット(10mL)で 5.00mL、3.00mL、4.02mL 量りとり入れた。

⑦、⑧、⑨に塩酸ヒドロキシルアミン水溶液をメスシリンダー(10mL)で約 1mL ずつ量りとり加え、2 分間放置した。

⑦、⑧、⑨に 1,10-フェナントロリン水溶液をメスシリンダー(10mL)で約 2mL ずつ量りとり加えた。

⑦、⑧、⑨に酢酸ナトリウム-酢酸緩衝液をメスシリンダー(10mL)で約 2mL ずつ量りとり加えた。

標線まで蒸留水を加えて⑦、⑧、⑨に未知試料の希釈鉄溶液を調整した。

② 測定結果(表)

レポート用紙、実験ノート、excel ファイル参照

③ 測定試料の濃度及び未知試料の濃度の求め方

レポート用紙、実験ノート、excel ファイル参照

5. 考察・検討

(ア) 検量線について

今回作成した検量線は十分に直線であると言える。

近似直線を作成すると多少の誤差が見受けられるが、その原因を考える。

濃度既知の鉄溶液($2.00 \times 10^{-4} \text{mol/L}$)から、 $8.0 \times 10^{-6} \text{mol/L}$ 、 $1.60 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 、 $2.4 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 、 $3.2 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 、 $4.0 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ の鉄溶液を調整して検量線を作成して検量線を作成して検量線を作成したが、この作業中に加えた塩酸ヒドロキシルアミン水溶液、1,10-フェナントロリン水溶液、酢酸ナトリウム-酢酸緩衝液は鉄濃度には直接関係しないが透過率の測定の際には若干の影響があるものと考えられる。よって、この3種類の溶液の分量の違いが検量線とプロットした値の誤差の原因であろう。

(イ) 求められた未知試料の濃度の誤差について

結果報告の時に上手く測定出来ているといわれたが、未知試料 H の鉄濃度がいくつに調整されているのかを聞くことを忘れたため、H の濃度が分からないため、本当の誤差は分からない。

だが、実験中に作成したグラフから読み取り求めた H の鉄濃度は $3.44 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ であったのに対し、Microsoft Excel 2007 で求めた近似直線の方程式($y=15122x+0.0026$)から計算した H の鉄濃度の値は $3.34 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ であった。

後者の値を正確なものとして考えると、前者は後者に対して 103% の値である。よって H の鉄濃度を求める作業では、グラフから目測で数値を読み取る段階で +3% の誤差が生じている。このことを考えると、グラフ 1 つで +3% の誤差が生じるということが分かる。

よって、メスフラスコ (50mL) に濃度既知や未知試料の鉄溶液を希釈した時に標線前後で微妙に生じた誤差や、試料用セルで行った 3 回の共洗いで不十分だった場合、試料用セルや対照溶液用セルなどの表面に拭き取れなかった汚れが残っていた場合などを考えると、±5% 程度の誤差は生じてしまうのではないかと考えられる。

(ウ) その他

吸光光度計で吸光度を測定するとき、対照溶液用セルや試料用セルのどの部分を光が通過しているのかがよく分からなかった。だが、半分以上とテキストにも書いてあったので、セルの半分より下であることは分かっていたが、確信は持てていなかった。

6. 感想・反省

レポートを通して言っているが、今回の実験は十分に成功だったと思う。

もう 1 度実験を行うとしたら、塩酸ヒドロキシルアミン水溶液、1,10-フェナントロリン水溶液と酢酸ナトリウム-酢酸緩衝液を加える量を全てのメスフラスコで等しく均一に加えることに気を付けたらいい。

授業に対する要望です。学生の予習不足が気になるのかもしれませんが、説明の時間をもう少し短縮していただくと、授業時間内に確実に実験を終わらせることができるのにと思いました。私が予習を十分に行っているつもりなので、そう思うしまうだけなのかもしれませんが。

あとは、吸光光度計がセルのどの部分に光を当てているかを明確に言っていただくと再計測用の希釈溶液を確実に残しておけるので、再調整の手間を確実に省くことができいいと思います。それも、十分な予習のもとに実験を行っている起こりえないことなのは確かなことです。