

# 鉄分の定量

鉄分入り健康飲料中の鉄分を分光光度計を使って定量してみよう。

## 【使用器具・薬品】

- ・硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ) 6水和物(モル塩)(7.00 g)
- ・1,10-フェナントロリン塩酸塩(0.24 g)
- ・塩化ヒドロキシルアンモニウム(10.00 g)
- ・塩酸(適量)
- ・酢酸(適量)
- ・酢酸ナトリウム(0.84 g)
- ・メスフラスコ
- ・ビーカー
- ・ホールピペット
- ・鉄分入り健康飲料

## 【操作手順】

### A. 溶液の調製

①硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ) 6水和物(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>・6H<sub>2</sub>O(式量 392) 7.00 g を水に溶かし、6.0mol/Lの塩酸 2 mLを加えた後、1 Lに希釈する。

→ (鉄イオン標準溶液)

(注意) Fe = 56 より、この鉄イオン標準溶液は、

$$\frac{7.00}{392} \times 56 = 1.00 \text{ gの鉄(Ⅱ)イオンFe}^{2+}\text{が1 L中に溶けている液 (1.0 g/L)}$$

- ② 1,10-フェナントロリン塩酸塩 0.24 g を水 200mL に溶かす。
- ③ 酢酸ナトリウム 0.84 g を 100mL に溶かした溶液と、0.10mol/L 酢酸を同体積混ぜ合わせて溶液を調節する。→ (酢酸緩衝溶液)
- ④ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 10.00 g を 100mL の水に溶かす。

### B. 鉄の標準試料の調製

- ①鉄イオン標準溶液を 10.0 mL ホールピペットで測りとり、1 L のメスフラスコに入れ、純水を加え、100 倍希釈した溶液を作る。(10 mg/L)
- ② 100mL のメスフラスコに①の溶液をホールピペットで 10, 30, 50mL をそれぞれとる。
- ③それぞれの溶液に塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 10mL を加える。
- ④さらに 1,10-フェナントロリン溶液 16mL を加える。
- ⑤酢酸緩衝溶液を 20mL 加える。
- ⑥純水を加え、100mL にし、よく降り混ぜる。 → **鉄の標準試料 1, 2, 3**  
(Fe<sup>2+</sup> 1.0 mg/L, 3.0 mg/L, 5.0 mg/L の液)

### C. 試料溶液の調製

- ① 100mL のメスフラスコに試料 5.0mL をホールピペットで測りとり、Bの③～⑥の操作を行う。→ **試料溶液**
- ②同様に空試験用の試料溶液を作成する。

**紫外可視分光光度計**は、特定の波長の紫外光、あるいは可視光を試料に当て、試料を透過した光の強度を測定することによって、その波長における吸光度を測定する装置である。波長走査機能のついているものでは、各波長での吸光度をグラフにしたもの、すなわち吸収スペクトルを記録することができる。

紫外可視分光光度計で測定される吸光度について、**ランベルトーベールの法則**が成り立つ。

$$A = \epsilon c l$$

Aは吸光度、cは濃度、lは光路長、 $\epsilon$ はモル吸光係数である。

モル吸光係数が既知の物質については、この式から濃度を求めることができる。この実験では、標準試料1～3についての測定結果からモル吸光係数を求め、それを使って試料溶液中のFe<sup>2+</sup>濃度を定量する。

## 【測定と結果】

1. 鉄の標準試料1～3について、分光光度計で吸収スペクトルを測定し、その極大吸収波長(吸収スペクトルのピークを与える波長)における吸光度を下の表に記入せよ。

	極大吸収波長	nm		
	鉄の標準試料 1	鉄の標準試料 2	鉄の標準試料 3	
吸光度				

2. 吸光度をFe<sup>2+</sup>のモル濃度に対してプロットし、直線の傾きからモル吸光係数を求めよ。(光路長 l = 1 cm)

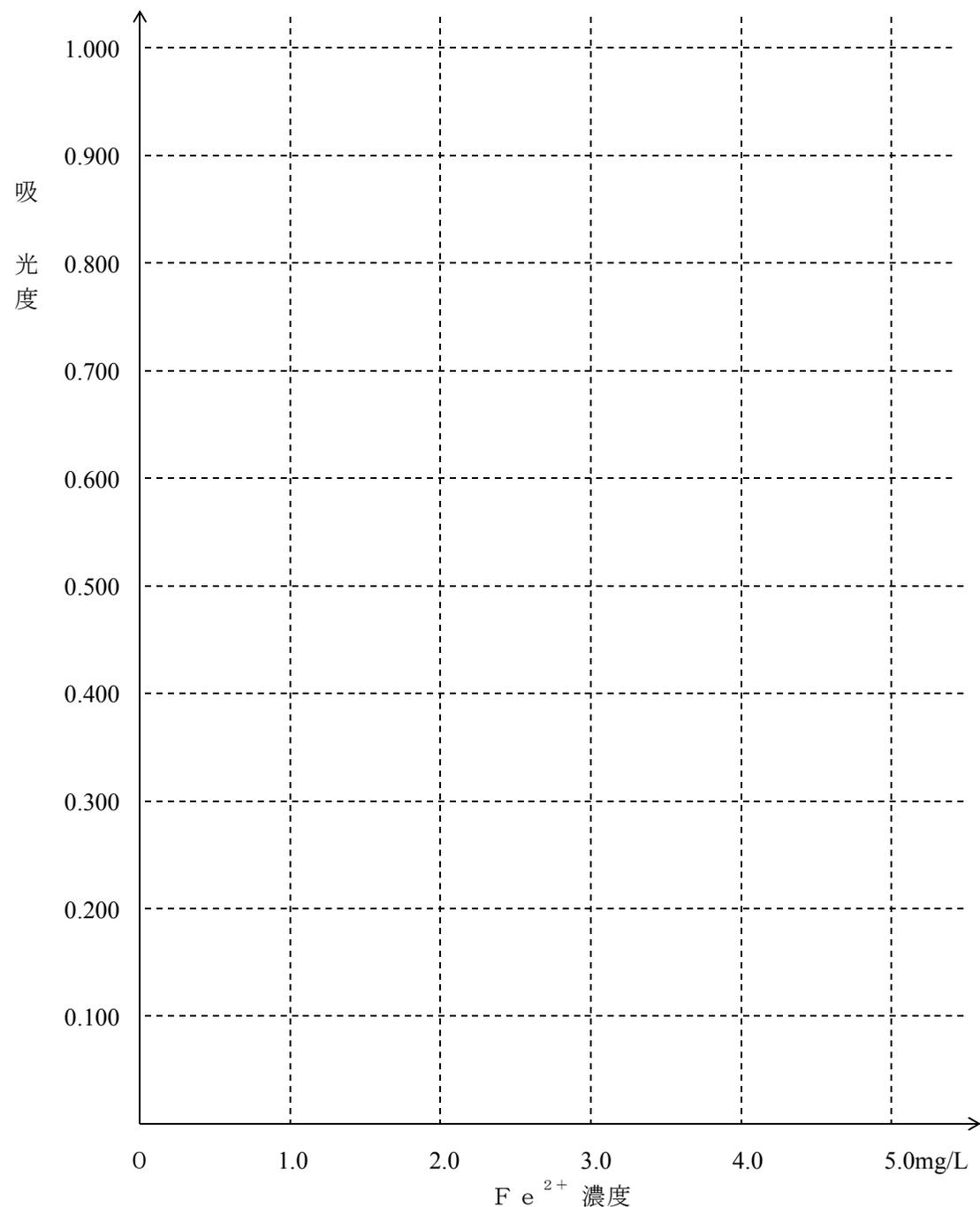
$$\text{モル吸光係数} \quad \text{L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$$

3. 試料溶液についても、吸収スペクトルを測定し、その極大吸収波長における吸光度を記入せよ。

吸光度

4. もとの試料中のFe<sup>2+</sup>の濃度を求めよ。

mg/L



(注意)  $\text{Fe}^{2+}$  濃度  $1 \text{ mg/L} = 1/58.5 \times 10^{-3} \text{ mol/L} \doteq 1.709 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$

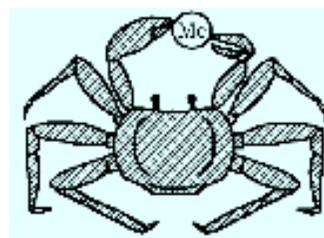
(参考)  $\text{Fe}^{2+}$  の 1,10-フェナントロリン錯体のモル吸光係数  
 $\epsilon = 1.17 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$  [文献値]

### 【解説】

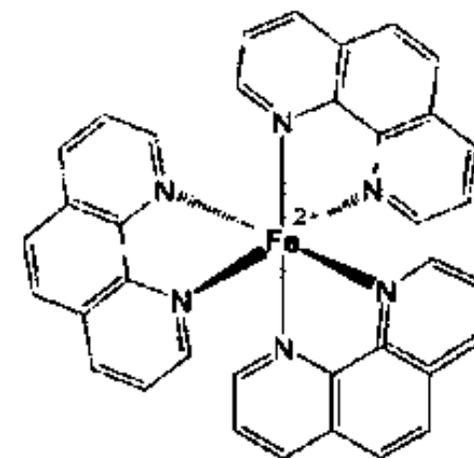
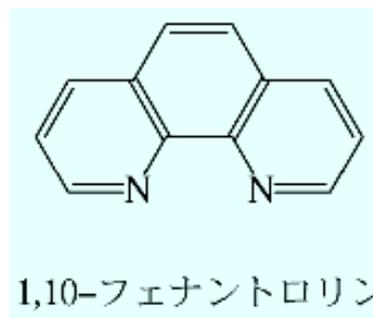
この実験は、鉄(II)イオン  $\text{Fe}^{2+}$  が 1,10-フェナントロリンと反応して、 $\text{Fe}^{2+} : \text{phen} = 1 : 3$  の金属キレートを生成する反応を利用している。この金属錯体は長時間変化せず安定で、1,10-フェナントロリンと錯体を形成するのは2価の鉄のみである。鉄は水溶液中で3価で存在することがあるので、還元剤として、塩化ヒドロキシルアンモニウムを添加している。

この実験は、**1,10-フェナントロリン吸光光度法**としてよく用いられている。

鉄分の他にカルシウム、ビタミン類などを含んだ飲料などをまとめて機能性飲料と呼ぶが、これらの飲料は栄養成分の補給機能、おいしさなどの食品が生体の感覚に訴える機能、さらに、体調リズムの調整等生体にある種の働きをする体調調節機能を持っている。



キレートのイメージ図



フェロイン  
 [トリス(フェナントロリン)鉄(II)錯体]

### (参考)

この**1,10-フェナントロリン吸光光度法**により、磁鉄鉱(マグネタイト)を溶解した試料を用いて  $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$  の濃度を測定することができ、磁鉄鉱中の  $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$  の比がほぼ 1 : 2 であることがわかる。

### ※参考にしたホームページ

分析化学専門学校 [すぐできる★なるほど ザ★化学実験室 教員向け実験一覧](http://www.bunseki.ac.jp/naruhodo/experiment/index.php?experiment=teacher)

<http://www.bunseki.ac.jp/naruhodo/experiment/index.php?experiment=teacher>

吸光光度法 日本分析化学会

<http://www.jsac.or.jp/bunseki/pdf/bunseki2008/200804nyuumon.pdf>

フェナントロリン吸光光度法による鉄の定量

[http://www.shse.u-hyogo.ac.jp/kumagai/eac/4\\_23.htm](http://www.shse.u-hyogo.ac.jp/kumagai/eac/4_23.htm)

### アルミホイル中の鉄分定量

1. アルミホイル約 0.10g とり、正確に質量  $w$  を測定する。これに、塩酸に溶かした溶液を 100mL のメスフラスコに入れ、純水を加え、100mL にする。

$w =$   g

2. 100mL のメスフラスコに、1 の液をホールピペットで 10mL 測りとり、B の③～⑥の操作を行う。→ **試料溶液**

3. 試料溶液についても、吸収スペクトルを測定し、その極大吸収波長における吸光度を記入せよ。

吸光度

4. アルミホイル中の鉄の質量パーセント (%) を求めよ。

%

### カキ殻が鉄(II)イオンを吸着するかどうかを調べる

1. 鉄イオンの標準溶液 100mL にカキ殻 1.0 g を加え、30 分間攪拌した後、ろ過する。
2. 100mL のメスフラスコにこの溶液をホールピペットで 50mL をとる。
3. B の③～⑥の操作を行う。→ **試料溶液**
4. 試料溶液についても、吸収スペクトルを測定し、その極大吸収波長における吸光度を記入せよ。

吸光度

5. カキ殻 1.0 g でどの程度鉄(II)イオンが吸着できたか求めよ。

%