

The recovery of chromium from the filter paper, to which a standard potassium dichromate solution was applied, decreased significantly with ashing duration. The X-ray diffractometry revealed that chromium trioxide (CrO_3) was formed from the chromium sesquioxide (Cr_2O_3) when subjected to low temperature plasma ashing. On the other hand, the diffractogram revealed no change when the ordinary muffle furnace ashing (at 800°C) was made. An experiment was conducted to determine quantitatively the chromium sesquioxide loss during ashing by means of X-ray

diffractometry. The result confirmed the same tendency as that in the recovery test using filter paper.

Thus, it was concluded that low temperature plasma ashing should not be applied to chromium determination.

(Received Mar. 24, 1976)

Keywords

Low temperature plasma ashing

Chromium

銀イオンと水銀(I) イオンの系統的定性分析における 沈殿の状態分析*

深 沢 力 , 岩 附 正 明 , 平 出 正 孝**

(1975 年 12 月 10 日受理)

湿式定性分析を結晶化学的又は構造化学的な新しい立場から見直し, 新しい知見を得ることを目的として, まず銀イオンと水銀(I) イオンの系統的定性分析で得られる沈殿の状態を光学顕微鏡とX線回折計により調べた。

その結果, 本来正八面体か立方体の結晶が析出すべきと思われる塩化銀が条件によっては六角(又は三角)板状結晶として析出すること, 塩化水銀(I) 沈殿に過剰のアンモニア水を作用させると, いったん生成した塩化水銀(II) アミドが六方晶系又は等軸晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物 $\text{Hg}_2\text{NOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ に変化してしまうこと, 塩化銀共存下で塩化水銀(I) 沈殿にアンモニア水を作用させると銀アマルガムが生成する場合があることなどが分かった。

1 緒 言

近年の機器分析の進歩により, 従来行われてきた湿式無機定性分析は, 本来の意味での定性分析の役割は薄らぎ, むしろ基礎化学教育の一環として, 無機化学各論を実験を通して学ぶという性格が強い。一方, 結晶化学や構造化学の進歩普及により, 無機化学教育においても反応を中心とした昔の方法に更に結晶化学ないしは構造化学的考え方を加えることが重視されている。しかしながら, 従来の定性分析実験では成分元素の存否が肉眼で見ながら判別できればよいのであるから, 肉眼で判別できない沈殿の形状, 大きさ, 状態などについてはほとんど考慮されておらず, 又生成沈殿の状態が共存イオンの種類, 濃度その他の条件によりどの程度影響されるかは述

べられていない。そこで, 従来の湿式定性分析を結晶化学又は構造化学的な新しい立場から見直し, 新しい知見又は新しい無機化学の発展の基礎を見いだすとともに, 時代に合った化学教育のあり方を探ることを目的として一連の実験を始めた。まず, 銀イオンと水銀(I) イオンのセミミクロ及びマクロの系統的定性分析で得られる沈殿の状態を光学顕微鏡で観察し, 更にX線回折計により調べた。この過程で従来の定性分析の書物には見当たらない二, 三の新しい知見を得たので報告する。

2 試薬と装置

試薬は I 級又は特級を用いた。試料溶液の原液として, 硝酸銀 15.7 g を水に溶解して 100 ml とした溶液, 硝酸鉛(II) 16.0 g を水に溶解して 100 ml とした溶液及び硝酸水銀(I) 2 水和物 14.0 g を 6M 硝酸に溶解して 100 ml とした溶液を調製した。いずれの原液も 1 ml 中に金属イオン 100mg を含む。実験に際しては原液を水

* 系統的定性分析における沈殿の状態分析 (第 1 報)

** 山梨大学工学部: 山梨県甲府市武田 4-3-11

で所定濃度に希釈して用いた。

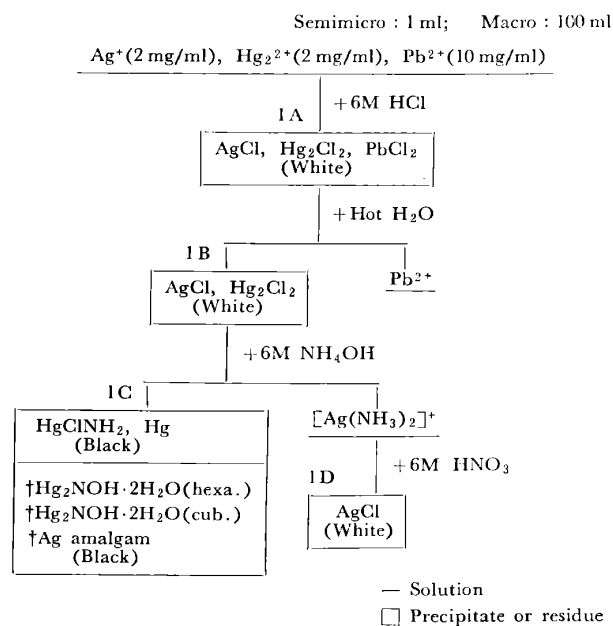
X線回折計は理学電機製のものに銅管球をつけ, 35kV 15 mA で使用した。顕微鏡にはニコン S-PO 型偏光顕微鏡を用い, EFM 型写真装置を付けて白色透過光で観察及び写真撮影した。

3 実験と結果

3.1 操作と各沈殿の状態分析

操作手順は Table 1 に示すように主に Treadwell の方法¹⁾に従った。ただし, セミマイクロ法の場合の個々の分離操作は東京大学教養学部化学教室の方法²⁾を適用した。又, 沈殿をX線回折分析するため, 沈殿の汙別にはマクロ法, セミマイクロ法とも主に, ミリポアフィルター (Millipore 社, GSWP 025, 孔径 $0.22\mu\text{m}$, $25\text{ mm } \phi$) を用い, フィルターのまま, 又はガラスホルダー (ガラス板にくぼみをつけたもの) に詰めて測定した。以下, 各段階で得られた沈殿又は残さを Table 1 に示した記号 1A~1D で呼ぶ。

Table 1 Procedures of systematic analysis of silver and mercury(I) ions[⊕]



[⊕] Ordinary description in the textbooks is shown, but † shows an interesting result obtained in this study.

まず, Ag^+ 2 mg/ml, Hg_2^{2+} 2 mg/ml, Pb^{2+} 10 mg/ml を含む試料溶液 100 ml を系統的定性分析の操作(マクロ法)に従って処理した。すなわち, 6M 塩酸を新たに沈殿が生じなくなるまで加えて生成した白色沈殿 1A を汙別した。この 1A を検鏡すると, 直径(2~5) μm , 長さ(5~20) μm の無色柱状結晶に直径 $1.5\mu\text{m}$ 以下の

無色粒状物質が付着していた。これをX線回折分析した結果, 塩化銀(等軸晶系), 塩化水銀(I)(正方晶系)及び塩化鉛(II)(斜方晶系)であり分析書どおりであることが分かった。次いで所定の分析操作に従って 1A を熱水で洗って得た残さ 1B を検鏡すると柱状結晶は消失した。従って, 柱状結晶は塩化鉛(II)であり, 粒状物質は塩化銀と塩化水銀(I)であることが分かった。ただし, 1B をX線回折分析したところ少量の塩化鉛(II)が残っていることが認められた。なお, Pb^{2+} 単独溶液に 6M 塩酸を加えて生成した塩化鉛(II)沈殿も同様の柱状であったが, 更に大きかった{直径(10~20) μm , 長さ(30~110) μm }。文献³⁾によると, 熱湯から再析出させた塩化鉛(II)も同様の形状であり, 塩化鉛(II)は一般にこのような柱状結晶として析出するものと思われる。次に, この 1B 中の塩化銀を溶解分離するため, 吸引しない状態で 6M アンモニア水約 10 ml を加えると, フィルター上の物質は直ちに黒変した(吸引しないのでアンモニア水はフィルター上にある)。アンモニア水をそのまま約 20 分間放置した後吸引汙過した。この残さ 1C を検鏡すると, 直径 $2\mu\text{m}$ 以下の無色(又は黒色)粒状物質の外に, 外接円の直径が(3~35) μm の六角形, 三角形あるいはそれらの破片の形をした無色板状結晶がところどころに生じていることが分かった(Fig. 1)。又, これをガラスホルダーに詰めてX線回折分析したところ, Fig. 2 のように塩化水銀(II)アミド(HgClNH_2 , 斜方晶系, ASTM カード番号 6-265), 塩化銀, 水酸化炭酸鉛(II){鉛白, $\text{Pb}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$, 六方晶系, ASTM カード番号 13-131}の回折線の外, 若干の不明回折線があることが分かった。沈殿 1D は分析書どおり塩化銀で直径 $1\mu\text{m}$ 以下の粒状であった。

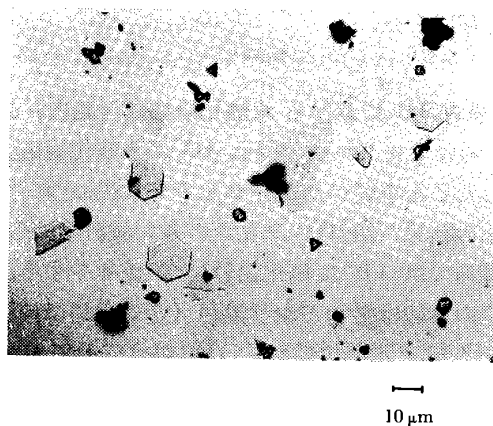


Fig. 1 Microscope photograph of the residue 1C

Sample solution : Ag^+ 2 mg/ml, Hg_2^{2+} 2 mg/ml, Pb^{2+} 10 mg/ml; Macro method

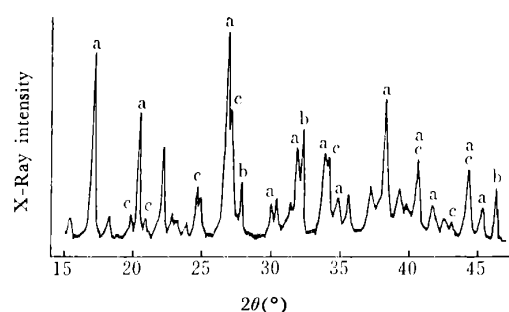


Fig. 2 X-Ray diffraction pattern of the residue 1C

Sample solution: Ag^+ 2 mg/ml, Hg_2^{2+} 2 mg/ml, Pb^{2+} 10 mg/ml; Macro method (100 ml); a: HgClNH_2 ; b: AgCl ; c: $\text{Pb}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$; $\text{Pb}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$ is a product from lead(II) chloride left in the residue 1B.

次に、同じ試料溶液 1 ml を用い、セミマイクロ法で実験した。1A はマクロ法と同様なものであった。これを熱水で十分洗浄した。この残さ 1B を X 線回折分析した結果、塩化銀と塩化水銀(I) が多量に存在し、塩化鉛(II) その他は検出されなかった。これに 6 M アンモニア水を加えて得た 1C は分析書どおり黒色（遊離水銀微粒子による）であったが、X 線回折分析したところ分析書に記載されており、マクロ法では認められた塩化水銀(II) アミドはなく、分析書やマクロ法では認められなかった六方晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物（ミロン塩基、 $\text{Hg}_2\text{NOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、ASTM カード番号 12-545 及び 6-533）に一致する回折線と銀アマルガムと考えられる回折線（斜方晶系の ϵ' - Ag_3Sb に類似、マクロ法ではその存否が不明確であった）があり、その他若干の不明回折線があった。1D はマクロ法と同様なものであった。

以上の二つの実験から、従来の分析書に見当たらない水酸化炭酸鉛(II)、六角（又は三角）板状結晶、水酸化水銀アミド 2 水和物及び銀アマルガムの出現について更に詳しく検討した。

3.2 残さ 1C における水酸化炭酸鉛（鉛白）の生成

3.1 においてマクロ法で得た 1C に水酸化炭酸鉛(II) が生成したことを述べたが、セミマイクロ法についても調べた。その結果、鉛(II) イオンの多い試料溶液の場合、通常の操作では 1B に塩化鉛(II) が残りやすく、その場合 1C の外観は書物どおり黒色（遊離水銀微粒子による）であるが、水酸化炭酸鉛(II) が生成して含まれることが分かった。更に、1B に多量の塩化鉛(II) を存在させた場合として、 Hg_2^{2+} 2 mg/ml, Pb^{2+} 4 mg/ml 共存溶液について得た 1A を熱水で処理せずにアンモニア水を加えたとき、同様に水酸化炭酸鉛(II) が生成する

ことを確認した（ただし、この場合は他にかなり強度の高い若干の不明回折線も認められた）。水酸化炭酸鉛(II) が得られた理由はアンモニア水に含まれていた炭酸イオン及び空気中の二酸化炭素によるものと思われる。通常の学生実験ではアンモニア水に炭酸イオンが含まれたり、空気中の二酸化炭素は避け難いので、このような現象についても實際上注意すべきものと思われる。

3.3 六角（又は三角）板状結晶

3.1 で述べた板状結晶が何であり、なぜ生成したかを調べるため、次のように実験した。すなわち、3.1 と同じ試料溶液 100 ml に同じ操作をして生成させた塩化物沈殿 1A を熱水でよく洗って塩化鉛(II) を溶解除去した後、残さ 1B（白色）を 100 ml ビーカーに移し、6 M アンモニア水を加え混合した。直ちに黒色沈殿が生成し沈降したが、時間がたつにつれ（1時間前後）、液面上に一見油のような薄い白色物質が浮遊し始め、しだいに量を増すとともに凝集して金属光沢を帯びるようになった。このとき pH は約 9 であった。この白色物質を検鏡すると、初めは薄くて不規則な形をした無色透明物質であったが、時間の経過とともに外接円の直径が（5~50） μm の六角形、三角形又はそれらの破片の集まりとなった。これをすくい取って X 線回折分析した結果、塩化銀結晶であることが分かった。実際、6 M アンモニア水を加えると、この白色物質は容易に溶解した。又、X 線回折図形の各ピーク強度を比較したところ、この塩化銀結晶は（111）方向に著しく配向していることが分かった。一方、沈降した黒色物質を検鏡すると、1 μm 以下の粒状物質であった。又、これを X 線回折分析すると、塩化水銀(II) アミドが認められた。なお、セミマイクロ実験でも同様の六角（又は三角）板状塩化銀結晶が認められた。

結晶の形は共存物質によって大きく変化することが多いので、次に硝酸銀のみを含む溶液（ Ag^+ 2 mg/ml）について同様のことが起こるかどうかを調べた。すなわち、この溶液に 6 M 塩酸を加えて塩化物沈殿を生成させた。しばらくすると少量の白色浮遊物が生じたのでこれを検鏡すると、（1~2） μm 程度の無色粒状結晶と 1 μm 以下の粒状物質が認められた。一方、沈降したものは 1 μm 以下の粒状物質であった。この溶液を 2 日間放置したが、ほとんど変化がなかった。次に 6 M アンモニア水を加えて、この沈殿と浮遊物を溶解した。このとき pH は約 11 であった。これを 3 日間放置すると（このとき pH は約 9）、紫色の浮遊物が生じたので、これを検鏡すると、今までの結晶よりはるかに大きい平面的に

見れば一辺が (20~100) μm の六角形をしているが厚みのある透明結晶 (Fig. 3) でわずかに暗青色を帯びていた. 又, 塩化銀沈殿生成後直ちに 6 M アンモニア水を加えて溶解したものを 3 日間放置しても同じ結果が得られた.

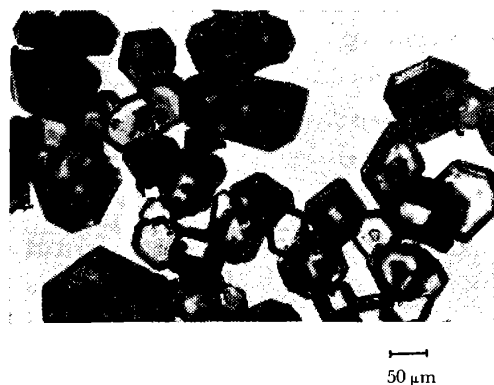


Fig. 3 Crystals of silver chloride formed from the sample solution containing silver nitrate only

以上の実験結果から, 塩化銀 (等軸晶系) は生成条件が変わると (111) 面が発達してできた六角 (又は三角) 板状結晶として生成することが分かった. 塩化銀は塩化ナトリウム型構造を持ち, 通常正八面体か, 食塩のように立方体として生成しやすいと考えられるのに, 六角 (又は三角) 板状結晶が生成したことは極めて興味深いことと思われ, 生成の理田について考察した. 最初溶液中では銀アンモニアイオンとして存在しているが (錯体生成定数から考えられる銀イオンの存在は一応無視して考える), 液面からのアンモニアの逸散により, 液面のみに銀イオンが生成し, 銀イオンの面密度は液面において最も高い. 塩化銀結晶の原子網面のうち, 銀イオンの最も密度の高い面は (111) 面である. 従って, まずこの銀イオンからなる (111) 面が液面に沿って生成すると考えられる. 次にこれが基盤になって, この下に塩素イオンの層と銀イオンの層が交互に配列され (111) 面を上に向けた薄い結晶ができる. しかし, いったん塩化銀の薄い結晶が液面に生成するとこの薄片下部よりはアンモニアの蒸発が起こり難いので, 薄片下部の銀イオン濃度は低く, 液面から下へ向かっての, すなわち, (111) 面に垂直な方向への結晶成長は遅くなると思われる. 一方, 液面には銀イオンが多いので, この銀イオンは塩素イオンとともに近くに存在する塩化銀薄片の端に交互に吸引されて (111) 面が速く成長し, 板状晶が析出するものと考えられる. この場合 (111) 面は 3 回軸を持つので三角

形又は六角形の形状をとることが理解できる. なお, 特に塩化水銀(I) が共存する場合に薄板状の結晶が得られやすいように思われた. この理由としては, 塩化ナトリウム結晶において不純物により (111) 面が発現すると同様に, 溶け出した微量の水銀イオンが (111) 面に選択的に吸着されて, (111) 面に垂直な方向の成長を更に阻害することが考えられる.

3.4 残さ 1C における 水酸化水銀アミド 2 水和物の生成

残さ 1C にマクロ法では塩化水銀(II) アミドが認められたのに, セミマイクロ法では水酸化水銀アミド 2 水和物が認められた原因を調べるため, Ag^+ 2mg/ml, Hg_2^{2+} 2mg/ml 共存溶液 1 ml についてアンモニア水の添加量の影響を検討した. その結果, Fig. 4 に示したように, 6 M アンモニア水の量が少ないときは塩化水銀(II) アミドが生成するが, 6 M アンモニア水を多量に加えると塩化水銀(II) アミドが消失して六方晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成することが分かった. これらを検鏡すると, 前者は (1~2) μm 程度の粒状物質, 後者は 1 μm 以下の粒状物質であった.

一方, Hg_2^{2+} 4mg/ml 単独溶液 についてセミマイクロ

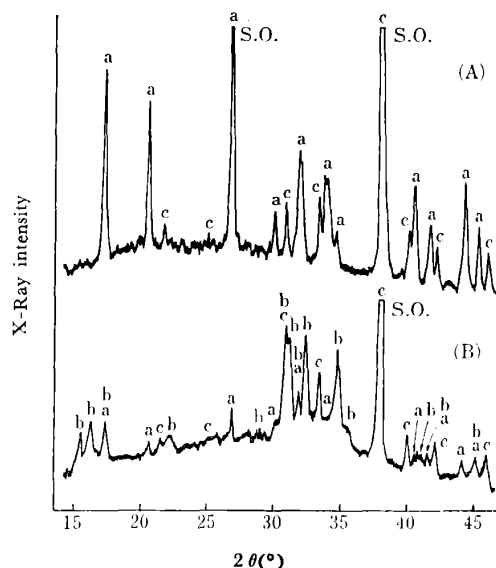
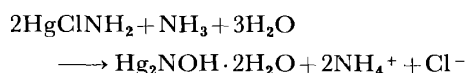


Fig. 4 Effect of added amounts of ammonia water on X-ray diffraction pattern of the residue 1C

Sample solution : Ag^+ 2 mg/ml, Hg_2^{2+} 2 mg/ml;
Semimicro method; (A) A small amount of 6 M ammonia water was added; (B) A large amount of 6 M ammonia water was added; a : HgClNH_2 ;
b : $\text{Hg}_2\text{NOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (hexa.); c : $\gamma\text{-Ag}_2\text{Hg}_3$; S.O. : Scale out

法で同様に実験したところ、アンモニアの量が多いとき、等軸晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物 (ASTM カード番号 4-209) が生成することが分かった。又、 Ag^+ 2 mg/ml, Hg_2^{2+} 4 mg/ml 共存溶液について同様に得た残さ 1B に濃アンモニア水を繰り返し加えた場合も同様に等軸晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成することがあった。この場合は塩化銀が共存しても相対的に量が少なく、又濃アンモニア水を用いたため塩化銀が速やかに除去されたと思われる。すなわち、塩化水銀(I) にアンモニア水を多量に加えた場合、いったん生成した塩化水銀(II) アミドが消失して、塩化銀の共存下では六方晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成し、単独では等軸晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成しやすいことが分かった。この水酸化水銀アミド 2 水和物生成については、式の上では



と書けるが、更に詳細に研究する必要があると思われる。又、塩化銀共存の有無によって異なった結晶構造の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成したことは興味深い現象であるが、このような違いを生ずる具体的な機構については今後更に検討を要する。

3.5 残さ 1C における銀アマルガムの生成

Ag^+ , Hg_2^{2+} 共存の場合の残さ 1C に認められた銀アマルガムについては、3.1 で述べた斜方晶系の ϵ' - Ag_3Sb に類似したものの代わりに Fig. 4 で見られるように体心立方の γ - Ag_2Hg_3 が生成したときも、両者が生成したときもあった。又、Fig. 4 のように比較的多く生成した場合も、比較的少ない場合あるいは存在が不明確な場合もあったが、実際問題としてこのようなものが生ずる場合もあることが分かった。これらのアルマガムはいったん生成した金属水銀によって銀(I) が還元されて生成したと思われる。

4 結 言

銀イオンと水銀(I) イオンの系統的定性分析で得られる沈殿の状態を光学顕微鏡と X 線回折計により調べた結果、実際に得られる沈殿及びその結晶化学的状態は共存イオンその他の条件によって従来の分析書に記載されていないようなものを生ずる場合があることが分かった。すなわち、残さ 1B に塩化鉛(II) が残存していると残さ 1C に水酸化炭酸鉛(II) が含まれること、1B にアンモニア水を加えてしばらく放置した後に濾過すると六

角(又は三角)板状塩化銀結晶が析出すること、1B にアンモニア水を多量に加えるといったん生成した塩化水銀(II) アミドが消失し、六方晶系又は等軸晶系の水酸化水銀アミド 2 水和物が生成して 1C に含まれ、しかも六方晶系のものは塩化銀が共存する場合に生成しやすいこと及び塩化銀が共存する場合には 1C に銀アマルガムが含まれる場合があることが分かった。これらの知見は基礎化学教育の一環として行われている定性分析実験に際しても興味あり、かつ考慮すべきことと考えられるとともに結晶化学的にも興味あることと思われる。

終わりに、実験の一部に協力された田村久夫君に謝意を表する。

(1972 年 4 月, 日本化学会第 26 春季年会において講演)

文 献

- 1) F. P. Treadwell, W. T. Hall: "Analytical Chemistry Vol. 1 Qualitative Analysis", 9th Ed., p. 115.
- 2) 東京大学教養学部化学教室編: "化学実験", p. 4 (1963), (東京大学出版会).
- 3) 高木誠司: "新訂定性分析化学", 中巻, p. 43 (1964), (南江堂).

☆

State analyses of precipitates in systematic qualitative analysis of silver and mercury(I) ions. (State analyses of precipitates in systematic qualitative analysis. I.) Tsutomu FUKASAWA, Masaaki IWATSUKI and Masataka HIRAIDE (Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Yamanashi University, 4-3-11, Takeda, Kofu-shi, Yamanashi)

The precipitates obtained according to the ordinary procedure, as described in the textbooks, were studied by optical microscope and X-ray diffraction analyses. Although most of the results were the same as the ordinary description, some interesting results were found. When the chloride precipitate was produced from a sample solution containing a large amount of lead(II), a part of lead(II) chloride had a tendency to remain in the residue after the conventional hot water treatment of the precipitate. And when ammonia water (6 M) was poured onto the residue containing lead (II) chloride, lead (II) carbonate hydroxide was often formed. On the ammonia water treatment of the precipitate of mercury (I) chloride alone (case 1) or in the presence of silver chloride (case 2), if a large amount of ammonia was used, mercury (II) amide chloride (o-rh.) was initially produced followed by transformation to cubic (especially for case 1) or hexagonal (especially for case 2) mercury amide hydroxide hydrate, $\text{Hg}_2\text{NOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. On the ammonia water treatment of a mercury (I) chloride-silver chloride mixture, silver amalgam was often formed, and hexangular or triangular thin plate crystals and their fragments were also formed on the surface of the solution by prolonged filtration or by allowing the solution to stand. These crystals were silver chloride (cub.) with (111) plane growth.

(Received Dec. 10, 1975)

Keywords

Mercury (I) ion

Optical microscopic analysis

X-Ray diffraction analysis

Silver ion

State analysis

Systematic qualitative analysis

高速液体クロマトグラフィーによる河川水中の微量アルキル ベンゼンスルホン酸ナトリウムの定量

橋本 茂, 桜井 健三, 永井 敏雄*

(1975 年 9 月 16 日受理)

河川水中の微量直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム (LAS) をメチレンブルー (MB) との錯体として抽出し, 比色法で定量するとともに, メチレンブルー活性物質 (MBAS) 中の LAS を高速液体クロマトグラフィー (HPLC) で定量する方法を検討した. あらかじめ汙過した河川水中の LAS を MB 錯体としてクロロホルムで抽出濃縮する. 次にカチオン交換クロマトグラフィーにより MB を除く. 更に pH を 8~9 にしてクロロホルムで妨害物質を抽出除去し HPLC で分析した. 種々の分析条件を検討した結果, 日立ゲル 3010 を固定相に, エタノール-アンモニア水 (1000/2) を移動相に用いるのが最も良く, LAS 濃度 1.2 ppm と 0.2 ppm の河川水を用いて再現性を検討したところ, 変動係数 2.8% と 5.8% で微量 LAS を定量することができた.

1 緒 言

環境中, 特に河川水中の微量界面活性剤, 主として直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム (LAS) の分析法については, 種々の方法が提案されている. 最も一般的なメチレンブルー比色法¹⁾は, LAS 以外にもメチレンブルー (MB) と錯体を形成する物質があれば同時に測定され, LAS 量を正確に定量することが困難である. Sallee ら²⁾ 及び Ogden ら³⁾ は, LAS を 1-メチルヘプチルアンモニウム塩として, 安部ら⁴⁾ は, MB との錯体を赤外吸収スペクトル (IR) 法により分析しているが IR を測定するための試料量 (0.5 mg 以上) が必要であり, 低濃度の場合には適用困難となる. 国広ら⁵⁾ は, 高速液体クロマトグラフィー (HPLC) により LAS 単品の分析法を検討している. 河川水など環境中の LAS の分析に関して, 高野ら⁶⁾ は, Amberlite XAD-2 を用いたカラムクロマトグラフィーと HPLC を組み合わせて微量 LAS の分析を行っている. この方法は, 操作に時間がかかる

こと, 移動相に硫酸を添加した *n*-ヘキサン-エタノールを用いているために, 流路系にテフロン及びガラスを用いる必要があり簡便に行うことができない.

著者らは, 比色法によってメチレンブルー活性物質 (MBAS) 量を測定するとともに, 抽出した MB-MBAS 錯体をカチオン交換クロマトグラフィーにより MB を除去した後, MBAS 中の LAS を HPLC 分析する方法を検討した. この方法によれば, 河川水中に含まれている多量の MBAS 以外の妨害物質を除去することができるだけでなく, HPLC により LAS を選択的に分析することができ, 微量 LAS の定量精度の向上が達成できた.

2 実 験

2.1 装置及び試薬

高速液体クロマトグラフ: デュボン 830 型液体クロマトグラフを使用した. 検出器は, 波長固定 (254 nm) の紫外検出器を用いた. カラムは I.D. 2.1×1000 mm のステンレスカラムを用い, 日立ゲル 3010 をエタノールでスラリー充てんした. 温度は室温にて行ったが, 分析条件の検討に際しては, 適宜昇温して行った.

* ライオン油脂(株)中央研究所: 東京都江戸川区平井 7-13-12