か取り線香中のレスメトリンの定量*

堀場正雄，幸房夫，北原一，小林章，村野敦**

(1972年3月6日受理)

か取り線香中のレスメトリン (5-ベンジル-3-フリルメチル-*dl*-シス，トランス-クリサンテメート) をガスクロマトグラフ法で定量した。ソックスレー抽出器で，種々の溶媒を用いて抽出すると，レスメトリンの抽出率が低くて定量できず，また，線香基剤から抽出される成分のピークがレスメトリンのピークと重なり，定量の妨害となった。そこで，試料に活性炭を混合してソックスレー抽出器を用いて，アセトン：*n*-ヘキサン (1+1) 混合溶媒で，浴温を 80°C に保って，3 時間抽出し，薄層クロマトグラフ法によって，基剤抽出成分を分離除去し，ジシクロヘキシルフタレートの内標準物質として分析すると，線香からのレスメトリンの回収率は 96% 以上となり，正確に定量できた。また，本法はレスメトリンとアレスリン混合処方か取り線香の分析にも適用でき，両者を正確に定量できた。

1 緒言

レスメトリン (5-ベンジル-3-フリルメチル-*dl*-シス，トランス-クリサンテメート) は新しい合成ピレスロイド系殺虫剤の一つで，衛生害虫に対して強力な殺虫効力を有し，かつ，ほ乳動物に対する毒性が低いといわれており¹⁾²⁾，アレスリンや天然ピレトリン類などと同様に，エアゾール剤や線香の殺虫成分として使用される。これらの製剤中のレスメトリンの含有量を分析する必要があり，線香中のレスメトリンの定量法を検討した。線香中の天然ピレトリン類，アレスリン³⁾ (*dl*-3-アリル-2-メチルシクロペンタ-2-エン-4-オン-1-イル-*dl*-シス，トランス-クリサンテメート) やプロパルスリン⁴⁾ (2-メチル-5-プロパルギル-3-フリルメチル-*dl*-シス，トランス-クリサンテメート) は，ソックスレー抽出法や振とう抽出法で有機溶媒を用いて抽出したのち，内標準物質 (IS) を用いてガスクロマトグラフ法 (GC) で定量される。著者らは，前報⁵⁾ で，フラメトリン (5-プロパルギル-2-フリルメチル-*dl*-シス，トランス-クリサンテメート) は通常の有機溶媒では抽出がふじゅうぶんであり，線香を粉末にして活性炭を混合し，ソックスレー抽出器を用いて，アセトン：*n*-ヘキサン (1+1) の混合溶媒で抽出すると，抽出率は向上し正確に定量できることを報告し

た。レスメトリンについても，フラメトリンと同様に，アレスリン³⁾ やプロパルスリン⁴⁾ の方法では線香からの抽出がふじゅうぶんであり，フラメトリンの方法では正確に抽出できた。しかし，レスメトリンでは，GC で線香基剤から抽出される成分が定量の妨げとなり，また，基剤からの抽出成分との共存で一部分分解するので，抽出後，薄層クロマトグラフ法 (TLC) で分離したのち，GC で定量し満足すべき結果を得た。また，本法は，レスメトリンとアレスリン混合処方線香の分析にも適用でき，両者を定量できたのであわせて報告する。

2 試薬，器具および装置

活性炭：武田薬品工業株式会社製 精製白鷺印。

レスメトリン基準品：工業用原体を GC 内標準法⁶⁾ で分析し，純度を求めたものを定量用基準品に使用した。純度 92.5%，*dl*-*cis*：*dl*-*trans* は 15：85⁷⁾ であった。

アレスリン基準品：工業用原体を GC 内標準法⁸⁾ で分析し，純度を求めたものを定量用基準品に使用した。純度 83.1%，*dl*-*cis*：*dl*-*trans* は 21：79⁷⁾ であった。

内標準溶液：ジシクロヘキシルフタレート (DCP，東京化成製試薬特級) 約 80 mg を精密に量り，クロロホルムを加えて溶かし正確に 50 ml とする。

その他の試薬：JIS 特級。

TLC プレート：シリカゲル HF₂₅₄ (Merck 製) 52 g に水 130 ml を加えてよく混合し，アプリケーションャーを用いて作製し 1 夜放置後，130°C で 2 時間乾燥する。厚さ 0.5 mm，大きさ 20 cm×20 cm。

カラム充てん剤：60～80 メッシュの，酸洗いでシラン処理したクロモソルブ W (Johns Manville 社) に 5% の FFAP (free fatty acid phase, Dow Corning 社) を含浸する。

* 農業および関連化合物の分析に関する研究 (第 21 報)。前報は幸房夫，堀場正雄，北原一，村野敦：本誌，21，1051 (1972)

** 住友化学工業株式会社宝塚研究所：兵庫県宝塚市高司 4 丁目

カラム：長さ 0.75m, 内径 3mm のガラス製カラム。
ガスクロマトグラフ：柳本製 GCG-550F 型。検出器
は FID を使用した。

3 分 析 法

3.1 GC 操作条件

カラム温度：200°C, 気化室温度：220°C, 検出器温度：230°C, キャリヤーガスおよび流量：窒素 20 ml/分, 水素流量：25 ml/分, 空気流量 0.9 l/分, 感度 (sensitivity×attenuator)： $10^9 \times 1/4$, 記録紙送り速度：10 mm/分。

3.2 検量線の作成

レスメトリン基準品約 40 mg を精密に量り, クロロホルムを加えて溶かし正確に 20 ml とする。この溶液の 2, 3 および 4 ml を正確にとり, それぞれに内標準溶液 5 ml を正確に加えて混合し, 溶媒を減圧で留去し残留物にクロロホルム約 2.5 ml を加えて溶かす。これらの溶液約 1 μ l につき, 3.1 の GC 操作条件に従ってガスクロマトグラムを記録し, レスメトリンの面積に対する DCP の面積の比を求めて縦軸にとり, また, レスメトリンの重量に対する DCP の重量の比を横軸にとって検量線を作成する。

3.3 分析操作法

試料の線香一巻 (約 12 g) を粉砕器で粉砕したのち, その約 8 g を精密に量り活性炭 2 g を加えてよく混合し, 円筒ろ紙に入れる。ソックスレー抽出器を用いて, 80°C で, アセトン：*n*-ヘキサン (1+1) 混合溶媒 120 ml で 3 時間還流抽出する。抽出溶液の溶媒を減圧で留去し, 残留物にレスメトリンとして 0.75~2.0 mg/ml の濃度範囲となるようにクロロホルムをホールピペットで正確に加えて溶かす。この液 2 ml を正確にとり, TLC プレートの下端から約 3 cm, 両端から約 2 cm のところに線状に添付する。TLC プレートは溶媒を除いたのち, 展開そうに入れ, *n*-ヘキサン：酢酸エチル (4+1) を展開溶媒として上昇法で約 13 cm 展開する。TLC プレートを風乾し, 紫外線ランプ ($\lambda=254$ nm) を照射して, レスメトリンのスポット (R_f ：約 0.85) を確認し, その部分のシリカゲルをかき取って, ガラスろ過器 (11G-4) に入れる。クロロホルム 10 ml を用いて 4 回抽出してろ過し, 内標準溶液 2 ml を正確に加えたのち, 溶媒を減圧で留去し, 残留物にクロロホルム約 1 ml を加えてよく振り混ぜて溶かし, この溶液の 1 μ l につき, 3.1 の GC 操作条件に従ってガスクロマトグラムを記

録する。レスメトリンの面積に対する DCP の面積の比を求め, 3.2 の検量線から含量を求める。

4 実験結果および考察

4.1 TLC および GC 操作条件の検討

抽出溶液を GC に注入すると基剤から抽出される成分のピークがレスメトリンのピークと重なり定量の妨害となった。そこで, TLC で基剤抽出成分を除くことを検討し, 展開溶媒として *n*-ヘキサン：酢酸エチル (4+1) を用いると Fig. 1 に示すように基剤抽出成分が原線にとどまり, また, アレスリンが線香中に含まれていても, アレスリンとレスメトリンを完全に分離できた。

GC カラムとして, シリコン系の SE-30 (5%), QF-1 (5%), 極性カラムの PPGS (10%), Reoplex-400 (3%), FFAP (5%) などを用いて, 不純物との分離, ピークの形状およびクロマトグラムの再現性を検討した結果, 5%-FFAP が最もすぐれていた。Fig. 2 にガスクロマトグラムを示す。

Fig. 1 Thin layer chromatogram of resmethrin and related compounds

Developing solvents: *n*-hexane: ethyl acetate (4+1);
(1) Pyrethrum extract; (2) Synepirin 500; (3) Resmethrin; (4) Allethrin; (5) Filler extracted with mixed solvent of acetone: *n*-hexane (1+1) by a Soxhlet extractor

4.2 抽出条件の検討

ソックスレー抽出法および振とう法によって, 線香からのレスメトリンを抽出し, Table I の結果を得た。振とう法はソックスレー法に対して抽出率が低く, ソックスレー法では, クロロホルム, ジクロロメタンで抽出率

Fig. 2 Gas chromatograms of resmethrin extracted from mosquito coil

A: With TLC clean up; B: Without TLC clean up;
(1) Resmethrin; (2) Dicyclohexylphthalate (IS),
(3) Impurities extracted from filler; (4) Solvent

が最も高く、次に、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルエーテルがよく、四塩化炭素、ベンゼンではほとんど抽出されなかった。しかし、含量既知の線香を調製してクロロホルムで抽出しても回収率が低く、また、基剤から抽出される成分がレスメトリンの抽出率および安定性に影響を及ぼすことも考えられたので、抽出率の高かった溶媒で、レスメトリンの還流中の安定性を調

べるために、基剤とレスメトリンを混合して還流し、レスメトリンの安定性を検討したところ、回収率は60～70%で、基剤との共存で不安定なことがわかった。そこで、基剤抽出成分を吸着して、レスメトリンを安定に抽出する方法を検討した。特に吸着剤の効果の大きかったアセトンとクロロホルムでの結果をTable IIに示す。吸着剤を添加するといずれも回収率が上がり、アセトンを用いて活性炭を添加した場合が最も高い分析値を示した。

Table I Extraction of resmethrin from mosquito coils

Solvents	Relative recoveries to that under the best condition†	
	Soxhlet extractor	Shaking
Methanol	39.1	11.0
Acetone	61.2	60.4
Methyl ethyl ketone	63.8	††
Ethyl acetate	22.2	††
Tetrahydrofuran	54.2	29.2
Diethyl ether	61.6	††
Dichloromethane	74.6	††
Chloroform	74.6	67.2
Carbon tetrachloride	4.4	††
Benzene	4.9	21.6
<i>n</i> -Hexane	50.1	29.9

† Best condition: Eight gram of powdered coil and 2g of powdered and activated charcoal were mixed well and the mixture was refluxed with 120 ml of the mixture of acetone and *n*-hexane (1+1) for 3 hours by a Soxhlet extractor in water bath of 80°C;
†† The experiment was not made.

Table II Effect of absorbents for the recovery of resmethrin by a Soxhlet extractor

Absorbents	Relative recoveries to that under the best condition† (%)	
	Acetone	Chloroform
Not added	61.2	75.1
Activated alumina	86.1	81.6
Activated charcoal	92.9	90.0
Cellulose	59.3	81.7
Polyamide	80.1	71.7
Silica gel	78.0	††
Hyflo Super cel	80.9	††
Celite 545	71.4	††

† Best condition: Eight gram of powdered coil and 2g of powdered and activated charcoal were mixed well and the mixture was refluxed with 120 ml of the mixture of acetone and *n*-hexane (1+1) for 3 hours by a Soxhlet extractor in water bath of 80°C;
†† The experiment was not made.

さらに、アセトンに *n*-ヘキサンを混合するといっそう高い分析値が得られたので、アセトンと *n*-ヘキサンの混合比および添加する活性炭の量を変えて実験した。

その結果を Table III および Table IV に示す。Table III から明らかなように、アセトンと *n*-ヘキサンの混合比が 3:1 から 1:1 でアセトン単独よりも回収率が高く、また、*n*-ヘキサンの比率をさらに上げると回収率はかえって低くなった。*n*-ヘキサンを添加することによって基剤からの抽出成分が抑制され、レスメトリンが安定に抽出されるものと考えられる。アセトン:*n*-ヘキサン (1+1) 混合溶媒を用いて、活性炭の最適量を検討した結果、Table IV に示すように、試料を 4g 採取したとき、活性炭は 1g 添加すれば最大値を示し、8g の試料を分析すると活性炭量は 2g が必要であり、試料採取量と活性炭の比率は 4:1 が適当であった。しかし、後述するように低含量 (0.05% 処方) の線香を分析すると試料採取量 4g では、理論値に対して 82~88% しか回収できず、8g では 95% 以上が回収できた。以上の結果から、試料採取量を 8g、活性炭 2g と定めた。

Table III Effect of *n*-hexane for the extraction of resmethrin by a Soxhlet extractor†

Solvents (ml)		Relative recoveries to that under the best condition†† (%)
Acetone	<i>n</i> -Hexane	
120	0	92.9
90	30	101.0
60	60	100.0
30	90	93.8
0	120	38.4

† Resmethrin contents in mosquito coil used were about 0.2%;

†† Best condition: Eight gram of powdered coil and 2g of powdered and activated charcoal were mixed well and the mixture was refluxed with 120 ml of the mixture of acetone and *n*-hexane (1+1) for 3 hours by a Soxhlet extractor in water bath of 80°C.

Table IV Effect of activated charcoal for the extraction of resmethrin from mosquito coils by a Soxhlet extractor

Weight of sample (g)	Relative recoveries to that under the best condition†					
	Activated charcoal added (g)					
	0.3	0.5	0.7	1.0	1.5	2.0
4	92.2	95.4	92.9	100.0	97.0	91.6
8	—	90.1	91.1	90.0	95.0	100.0

† Best condition: Eight gram of powdered coil and 2g of powdered and activated charcoal were mixed well and the mixture was refluxed with 120 ml of the mixture of acetone and *n*-hexane (1+1) for 3 hours by a Soxhlet extractor in water bath of 80°C.

次に、ソックスレー抽出器の浴温を 60~100°C に変えて回収率を検討した結果、Fig. 3 に示すように、60°C では回収率が低い (これは 60°C では還流回数が少な

Fig. 3 Recovery of resmethrin from mosquito coils

Bath temperature: —○— 80°C, —□— 60°C, —●— 100°C

いためと考えられる), 80°C では抽出時間 2 時間から 5 時間まで分析値は一定であり、また、線香基剤に活性炭を添加して *n*-ヘキサン:アセトン (1+1) 混合溶媒で抽出された成分とレスメトリンとを 80°C で還流して、レスメトリンの安定性を調べた結果、1~6 時間でレスメトリンは安定であった。以上のことから浴温を 80°C に保ち、3 時間還流することとした。

4.3 分析結果

上記の検討の結果、分析操作法を 3.3 のように定め、標準処方に従って試料を分析した。すなわち、乳ばち中で線香処方どおりに練ったものを 70°C の乾燥器に入れ、3 時間乾燥後、粉碎して全量を分析し Table V の結果を得た。0.2, 0.1 および 0.05% 処方線香のいずれについても 96% 以上が回収できた。

線香中に有効成分としてレスメトリンとアレスリンが含まれている場合にも本法を適用し、レスメトリンとアレスリンをそれぞれ定量することを試みた。抽出液を TLC 展開後それぞれの部分をかき取り、アレスリンはトリフェニルホスフィン (IS) として加え、10% FFAP (長さ 0.75m, 内径 3 mm のガラス製カラム) のカラムを用いてレスメトリンと同一の GC 操作条件で定量した。Table VI に示すように、標準混合試料中のアレスリン、レスメトリンともに 95% 以上の回収率が得

Table V Analysis of resmethrin mosquito coils containing known contents

Contents (%)	Recoveries (%)
0.2	98.5, 97.2, 99.3
0.1	96.2, 97.3, 96.2
0.05	96.4, 98.8

Table VI Analysis of coils containing resmethrin and allethrin

Component	Contents (%)	Recoveries (%)
Resmethrin	0.2	98.5, 97.2
Allethrin	0.5	95.8, 98.9

られ, 両者とも正確に定量できた。

いくつかの未知試料を分析した結果を Table VII に示す。D の試料について日を変えて分析したところ, レスメトリンは $n=5$ で, $\bar{x}=0.164\%$, 変動係数 1.34%, アレスリンは $n=5$ で, $\bar{x}=0.462\%$, 変動係数 1.54% で再現性よく分析できた。

Table VII Analysis of several mosquito coils

Samples	Resmethrin (%)	Allethrin (%)
A	0.159	—
B	0.480	—
C	0.448	0.332
D	0.164†	0.462††

† $n=5$, Coefficient of variation 1.34%; †† $n=5$, Coefficient of variation 1.54%

5 考 察

か取り線香中のレスメトリンは, 常法に従って有機溶媒でソックスレー抽出器で抽出しても回収率が低く定量できなかった。そこで, 線香を粉末にし活性炭と混合してアセトンで抽出すると最も高い回収率を示した。さらに n -ヘキサンを加えると 基剤から抽出される成分が少なくなりレスメトリンの回収率が向上した。抽出液を直接 GC へ注入すると, 基剤からの抽出成分のピークがレスメトリンのピークと重なり, 定量の妨害になるため, TLC により基剤からの抽出成分を分離除去し GC で分析することにした。この方法で線香からのレスメトリンの回収率は 96% 以上であり, また, いくつかの未知試料を分析したところ, 変動係数 1.34% で正確に再現性よく分析できた。また, 本法はアレスリンとの混合線香にも適用でき, アレスリンも TLC で分離後正確に分析することができた。

本研究に関して, ご指導賜った名古屋大学教授武内次夫博士, 発表を許可された宝塚研究所長西条茂弥博士をはじめ 当社の上司のかたがたに 厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) M. Elliot, A. W. Farnham, N. F. James, P. H. Needham, B. C. Peason: *Nature*, **213**, 493 (1967).
- 2) 奥野吉俊, 藤本敬明, 門田忠臣, 宮本純也, 羽室桂三: 防虫科学, **34**, 157 (1969).
- 3) 村山 普, 京極和旭, 井口辰興: 農化, **42**, 683 (1968).
- 4) 中西美智夫, 栗山経渡, 工藤 章: 防虫科学, **35**, 96 (1970).
- 5) 村野 敦, 幸 房夫, 堀場正雄, 北原 一: 本誌, **21**, 1051 (1972).
- 6) A. Murano, S. Fujiwara, M. Horiba, J. Miyamoto: *Agr. Biol. Chem.* (Tokyo), **35**, 1200 (1971).
- 7) 村野 敦, 堀場正雄: 本誌, **20**, 789 (1971).
- 8) 村野 敦, 藤原 聖, 小坂憲範: 同上, **21**, 890 (1972).

☆

Determination of resmethrin in mosquito coils.

(Analytical studies on pesticides and related compounds. XXI.) Masao HORIBA, Fusao YUKI, Hajimu KITAHARA, Akira KOBAYASHI and Atsushi MURANO (Takarazuka Research Laboratory, Sumitomo Chemical Co., Ltd., Takatsukasa, Takarazuka-shi, Hyogo-ken)

A method for the determination of resmethrin (5-benzyl-3-furylmethyl-*dl*-*cis,trans*-chrysanthemate) in mosquito coils has been developed by gas chromatography.

The recovery of resmethrin from mosquito coils was not sufficient with common organic solvents alone by a Soxhlet extractor and the filler extracted from coils interfered with the stability and the recovery of resmethrin. So, several absorbents were mixed with coils for the removal of the filler and it proved that the recovery was the highest when powdered and activated charcoal were mixed with powdered coil and the mixture was refluxed with acetone. Furthermore, the addition of n -hexane to acetone was effective not only to diminish the extracts from coils blank but also to raise the recovery of resmethrin from coils and the recovery was more than 96% with the coefficient of variation of 1.34% when mixture of acetone and n -hexane (1+1) was used. However, the gas chromatographic peaks of the extracts from coils blank overlapped with the peak of resmethrin and disturbed the determination, and the extract was cleaned up by thin layer chromatography before gas chromatography.

The recommended procedure was as follows. Eight gram of powdered coil and 2 g of powdered and activated charcoal were mixed well and the mixture was refluxed with 120 ml of the mixture of acetone and n -hexane (1+1) for 3 hours by a Soxhlet extractor in water bath of 80°C. The solvent was removed *in vacuo* and residual matter was dissolved in chloroform to adjust the concentration of resmethrin in the range of 0.75 to 2.0 mg/ml. Two milliliter aliquot of this solution was spotted on a silica gel plate with thickness of 0.5 mm and dimension of 20×20 cm. The plate was developed with the solvent system consisting of n -hexane: ethyl acetate (4+1) in an ascending manner until the solvent front migrated about 13 cm above the starting line. The plate was air-dried completely and resmethrin (R_f value: about 0.85) was visualized

by a UV lamp. The spot of resmethrin was scraped from the plate, transferred to a glass filter (JIS 11 G-4) and eluted four times with about 10 ml portion each of chloroform. Dicyclohexylphthalate was added as an internal standard, the solvent was removed *in vacuo* and the residual matter was dissolved in 1 ml of chloroform. Resmethrin was determined by gas chromatography under the following operational condition. Apparatus : Yanagimoto GCG-550F with FID, column : glass column with 0.75 m in length and 3 mm

in inner diameter, column packing : 60~80 mesh, acid-washed and silanized Chromosorb W coated with 5% FFAP (free fatty acid phase), column temperature : 200°C, injection temperature : 220°C, detector temperature : 230°C and carrier gas : nitrogen 20 ml/min.

This method could be applied to the determination of resmethrin in the coils containing both resmethrin and allethrin and allethrin could likewise be determined.

(Received Mar. 6, 1972)

ピロリジンジチオカルバミン酸を用いる鉄の吸光光度定量

林 謙次郎, 佐々木 義明, 伊藤 恭子*

(1972 年 3 月 16 日受理)

3 価鉄イオンはピロリジンジチオカルバミン酸 (PDTC) と難溶性沈殿を生ずるが、トリトン X-100 のような界面活性剤が存在すると可溶化して黒紫色の均一溶液となる。この溶液はかなり安定で、360, 515 および 600 nm に吸収極大を示す。モル吸光係数は 360 nm で 1.14×10^4 , 515 および 600 nm で 3.76×10^3 であった。360 nm における定量感度は α -フェナントロリン法と同程度であり、天然水中の鉄の定量結果は両者より一致を示した。pH=1, $[Cl^-]=0.2M$ の本沈殿の見かけの溶解度積は 4.2×10^{-17} であった。3 価鉄を用いても、2 価鉄を用いても同一の吸収スペクトルを与えるが、吸収極大を与える波長での吸光度が還元剤の共存で減少することなどから、黒紫色錯体中の鉄の酸化状態は 3 価であると推定される。

1 緒 言

ピロリジンジチオカルバミン酸 (PDTC) は多くの金属イオンと難溶性沈殿を生成することや、この沈殿がある種の有機溶媒に溶解することを利用して、テルル¹⁾やニオブ²⁾の重量分析、銅、スズ、アンチモン、ビスマス、ヒ素などの溶媒抽出-吸光光度定量、銅、亜鉛、ニッケル³⁾、テルル⁴⁾⁵⁾などの溶媒抽出-原子吸光光度定量などに広く用いられており、すでに数多くの研究が報告されている。また、ある種の PDTC 錯体は、トリトン X-100 のような界面活性剤の共存で可溶化することが見いだされ、4 価および 2 価テルル⁶⁾⁷⁾の紫外吸光光度定量が試みられている。著者らは、さらにこの方法に基づく微量鉄の吸光光度定量について検討を試みた。

また、PDTC 錯体の溶解度についての報告はまったくないので、上法を利用して、pH 1 における鉄-PDTC 錯体の見かけの溶解度積をも求めた。

* 山口大学文理学部：山口市吉田

2 試薬および装置

2.1 試 薬

鉄溶液：特級塩化第二鉄約 32 g を 1N 塩酸 1 l に溶解し貯蔵液とした。濃度は、この溶液 20 ml をとってアンモニアを用いる重量法によって規定した ($1.179 \times 10^{-1}M$)。使用に際してはこれを適当に希釈して用いた。その際、溶液の塩酸酸性度は 0.1N になるように調節した。

PDTC 溶液：和光純薬製ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウムをそのままひょう量し、蒸留水に溶解して冷蔵庫中に保存した ($6.10 \times 10^{-2}M$)。使用時にこれを 10 倍に希釈した。濃度はテルル(IV)による重量法⁷⁾でも同一の結果を得た。

トリトン X-100 溶液：片山化学製トリトン X-100 (アルキルアリアルポリエーテルアルコール)を蒸留水で適当に希釈して用いた。

その他の試薬はすべて特級品をそのまま使用した。

2.2 装 置

試薬および錯体の吸光度測定には日立製 139 形分光光