



薬生発 0329 第 7 号  
平成 30 年 3 月 29 日

各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬・生活衛生局長  
(公印省略)

### 殺虫剤指針 2018 について

殺虫剤指針については、「殺虫剤指針（1990）について」（平成 2 年 3 月 26 日付け薬発第 308 号厚生省薬務局長通知）の別添「殺虫剤指針（1990）」（以下「旧指針」という。）として示しているところです。

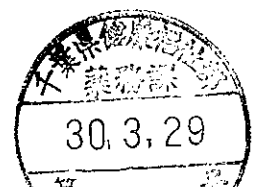
今般、旧指針を別添「殺虫剤指針 2018」（以下「新指針」という。）のとおり改正することとしましたので、下記の事項を御了知の上、貴管下関係事業者に対し、周知徹底方御配慮をお願いします。

なお、「殺虫剤指針（1990）について」は本通知の適用に伴い廃止します。

### 記

#### 第 1 新指針の要旨について

- 1 通則に、試薬・試液に関する規定を新たに設けたこと。
- 2 製剤総則中に、次の項目を追加したこと。
  - 1) 樹脂蒸散剤
  - 2) フロアブル剤
  - 3) マイクロカプセル剤
  - 4) くん煙剤
  - 5) 全量噴射エアゾール剤
- 3 一般試験法中に、次の項目を追加したこと。
  - 1) エアゾール粒子径測定法
  - 2) メトキシル基定量法



4 医薬品添加物各条の改正については、次のとおりであること。

(1) 次の品目を新たに収載したこと。

- 1) エトフェンプロックス
- 2) ジクロルボス樹脂蒸散剤
- 3) シフルトリン
- 4) ヒドラメチルノン
- 5) フェニトロチオンフロアブル剤
- 6) フェニトロチオンマイクロカプセル剤

(2) 次の品目を削除したこと。

- 1) クロルピリホスメチル
- 2) クロルピリホスメチル乳剤
- 3) クロルピリホスメチル・ジクロルボス混合乳剤
- 4) クロルピリホスメチル・ジクロルボス混合油剤
- 5) ジクロルボス油剤
- 6) ダイアジノン水和剤
- 7) ダイアジノン粉剤
- 8) ダイアジノン油剤
- 9) ダイアジノン粒剤
- 10) ダイアジノン・ジクロルボス混合乳剤
- 11) ダイアジノン・ジクロルボス混合油剤
- 12) ダイアジノン・フタルスリン混合乳剤
- 13) テメホス
- 14) トリクロルホン油剤
- 15) トリクロルホン・ジクロルボス混合乳剤
- 16) トリクロルホン・ジクロルボス混合油剤
- 17) ナレド
- 18) ピリダフェンチオン
- 19) ピリダフェンチオン乳剤
- 20) ピリダフェンチオン粒剤
- 21) ピリダフェンチオン・ジクロルボス混合乳剤
- 22) ピリダフェンチオン・フタルスリン混合乳剤
- 23) フェニトロチオン・ジクロルボス混合乳剤
- 24) フェニトロチオン・ジクロルボス混合油剤
- 25) フェンチオン水和剤
- 26) フェンチオン油剤
- 27) プロチオホス
- 28) プロチオホス乳剤

- 29) プロチオホス・ジクロルボス混合乳剤
- 30) プロチオホス・ジクロルボス混合油剤
- 31) プロペタンホス・ジクロルボス混合乳剤
- 32) プロペタンホス・ジクロルボス混合油剤
- 33) プロモホス

5 その他所要の規定の整備を行ったこと。

## 第2 既存の通知等の取り扱いについて

既存の通知等において「殺虫剤指針」と規定されているものについては、新指針によるものとする。

## 第3 施行時期について

本通知は、平成30年3月29日から適用すること。ただし、平成31年9月30日までの間は、従前の例によることができるものとする。

別添

# 殺虫剤指針

## 2018

厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課

## まえがき

殺虫剤については、許可基準によりその基準を示していたが、昭和 35 年 6 月 1 日薬発第 266 号「殺虫剤指針について」をもって従来の許可基準を廃止し、医薬品及び医薬部外品の殺虫剤の性状及び品質の適正を図るため、殺虫剤有効成分及び繁用の殺虫剤製剤の規格を収載した殺虫剤指針を定めた。その後、昭和 38 年 10 月 10 日薬発第 531 号の全面改正、昭和 40 年 8 月 16 日薬発第 646 号の増補改正、昭和 53 年 8 月 1 日薬発第 943 号の全面改正を経て、平成 2 年 3 月 26 日薬発第 308 号の全面改正により「殺虫剤指針 1990」を定めてきた。

医薬品審査管理課においては、その後開発された殺虫成分及び試験技術の進歩等を踏まえ、「殺虫剤指針 1990」の試験法や、医薬品各条の改訂・追加等について、かねてから殺虫剤に関する有識者等から意見を求めてきており、平成 27 年度以降、14 回に亘る検討を経て、今般、全面改正を行い「殺虫剤指針 2018」を定めた。

## 目次

I 通則	1
II 製剤総則	2
III 一般試験法	6
IV 医薬品各条	
1. アレスリン	34
2. <i>dl</i> ・ <i>d</i> -T80-アレスリン	37
3. エトフェンプロックス	39
4. オルトジクロロベンゼン	41
5. ジクロルボス	43
6. ジクロルボス樹脂蒸散剤	45
7. ジクロルボス乳剤	47
8. シフルトリン	49
9. ジフルベンズロン	52
10. ジョチュウギクエキス	54
11. ダイアジノン	57
12. ダイアジノン乳剤	59
13. ディート	61
14. トリクロルホン	63
15. トリクロルホン乳剤	65
16. トリクロルホン粉剤	67
17. ヒドラメチルノン	69
18. フェニトロチオン	72
19. フェニトロチオン乳剤	75
20. フェニトロチオンフロアブル剤	77
21. フェニトロチオン粉剤	79
22. フェニトロチオンマイクロカプセル剤	81
23. フェニトロチオン油剤	83
24. フェニトロチオン・フタルスリン混合乳剤	85
25. フェノトリン	87
26. フェンチオン	90
27. フェンチオン乳剤	92
28. フェンチオン粉剤	94
29. フェンチオン粒剤	96

30.	フェンチオン・ジクロルボス混合乳剤	98
31.	フェンチオン・ジクロルボス混合油剤	100
32.	フタルスリン	102
33.	<i>d</i> -T80-フタルスリン	106
34.	<i>d</i> -T80-フラメトリン	109
35.	プロペタンホス	113
36.	プロペタンホス乳剤	115
37.	プロボクスル	117
38.	ペルメトリン	119
39.	メトプレシ	122
40.	<i>d</i> -T80-レスメトリン	124

## 通則

1. この指針を殺虫剤指針という。
2. 殺虫剤指針の医薬品とは、医薬品各条に規定するものをいう。その名称とは、医薬品各条に掲げた日本名又は日本名別名である。  
また、医薬品各条においては、英名を掲げ、必要に応じて化学名を掲げる。
3. 殺虫剤指針の医薬品の適否は、その医薬品各条の規定、通則、製剤総則、及び一般試験法の規定によって判定する。ただし、医薬品各条の規定中、性状の項及び製剤に関する貯法の項は参考に供したもので、適否の判定基準を示すものではない。
4. 殺虫剤指針の医薬品は、その医薬品名の前後に「 」を付けて示す。ただし、医薬品各条の表題ではこれを付けない。
5. 試薬・試液の項において、[食品添加物公定書添加物各条] 及び [K 0000, 特級] と記載したものは、それぞれ食品添加物公定書添加物各条及び日本工業規格番号 K 0000 の特級の規格に適合するものである。
6. 通例、試液は規定された濃度の±10%に調製する。
7. 殺虫剤指針において、別に規定するもののほか、第十七改正日本薬局方の通則の第8項から第11項まで、第14項から第28項まで、第30項から第33項まで、第36項から第39項まで、第41項から第45項まで及び一般試験法の規定を準用する。



## 製剤総則

### 1. 水和剤

(1) 水和剤は、通例、医薬品に増量剤及び補助剤を加えて均等に混合あるいは粉碎して微細な粉末状に製した製剤であって、用時水に懸濁して用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 増量剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

(4) 本剤は、別に規定するもののほか、粉末度試験法の湿式法に適合する。

(5) 本剤は、別に規定するもののほか、次の懸垂性試験法に適合する。

懸垂性試験法：試料 5g をとり、200mL 共栓メスシリンダーに入れ、標準硬水を加えて 100mL とし、2 秒間に 1 回の割合でメスシリンダーを 30 回倒立するとき、液は均等に懸濁する。また、この液を目盛り付き沈殿管に移し替え、10 分間放置するとき、沈殿物は 2mL 以下である。

(6) 本剤は、別に規定するもののほか、次の湿潤性試験法に適合する。

湿潤性試験法：試料 5g をとり、メスシリンダーに入れた 100mL の標準硬水に静かに加えるとき、1 分以内に全て湿潤する。

(7) 本剤は、別に規定するもののほか、次の沈降性試験法に適合する。

沈降性試験法：本操作は  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  で行う。試料 50g をとり、標準硬水を加えて 500mL とし、よくかき混ぜて完全に懸濁させる。この液 300mL を内径 4cm、高さ 30cm のシリンダーに入れ、正確に 10 分後比重及び密度測定法第 3 法 <2.56> により比重 ( $d_1$ ) を測定し、更に 50 分後同様にして比重 ( $d_2$ ) を測定するとき、比重比 ( $d_1/d_2$ ) は、1.03 以下である。

### 2. 乳剤

(1) 乳剤は、通例、医薬品に適当な乳化剤及び溶剤又は水を加えて全質均等な液状に製した製剤であって、用時水で乳化させて用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 乳化剤、溶剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

(4) 本剤は、別に規定するもののほか、次の乳化性及び乳化安定性試験法に適合する。

乳化性及び乳化安定性試験法：100mL としたときに使用時の最小希釈倍数液となる量の試料を 200mL 共栓メスシリンダーにとり、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$  で標準硬水を加えて 100mL とし、2 秒間に 1 回の割合でメスシリンダーを 30 回倒立するとき、液は乳化する。また、この液を  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  で 2 時間放置するとき、ほとんど分離することが

ない。

### 3. 粉剤

(1) 粉剤は、通例、医薬品に増量剤を加えて均等に混合あるいは粉碎して微細な粉末状に製した製剤であって、用時そのまま用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 増量剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

(4) 本剤は、別に規定するもののほか、粉末度試験法の乾式法により試験するとき、330号 (45 $\mu$ m) ふるいを通過するものは、全量の85%以上である。

### 4. 油剤

(1) 油剤は、通例、医薬品に溶剤を加えて全質均等な液状に製した製剤であって、用時そのまま用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量対容量百分率 (w/v%) にて製する。

(3) 溶剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

### 5. 粒剤

(1) 粒剤は、通例、医薬品に増量剤を適当な方法で加えて粒状に製した製剤であって、用時そのまま用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 増量剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

(4) 本剤は、別に規定するもののほか、10号 (1700 $\mu$ m) 及び50号 (300 $\mu$ m) ふるいを用いて次の粒度の試験を行うとき、10号 (1700 $\mu$ m) ふるいを全量通過し、50号 (300 $\mu$ m) ふるいを通過するものは、全量の10%以下である。

粒度の試験：試料50gを正確に量り、前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ、上ふたをした後、3分間水平に揺り動かしながら、時々軽くたたいてふるった後、各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る。ただし、この試験に用いるふるいの枠の内径は200mm、深さは45mmとする。

(5) 本剤は、別に規定するもののほか、次の硬度試験法に適合する。

硬度試験法：別に規定するもののほか試料100gを正確に量り、内径100mm、内深100mm、の磁製ボールミルポットに入れ、これに総質量105gの直径30mmの磁製ボール3個を入れ、毎分75回転で15分間回転した後、別に規定するものの

ほか 50 号 (300 $\mu$ m) ふるいを通過するものの質量を量る。

## 6. 樹脂蒸散剤

(1) 樹脂蒸散剤は、通例、医薬品を樹脂基剤に均等に混合し、一定の形状に成形して製した製剤であって、用時そのまま用いる製剤である。

本剤には、必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 樹脂基剤、補助剤又は香料などは、効力又は試験に支障を来すものであってはならない。

(4) 本剤は、別に規定するもののほか、次の質量偏差試験法に適合する。

質量偏差試験法：試料 10 個をとり、その質量を精密に量り、平均質量を計算するとき、この値と個々の値との偏差 (%) は 10%以下で、10%を超えるものがあったとしても 1 個以下で、かつ 20%を超えるものがない。

## 7. フロアブル剤

(1) フロアブル剤は、通例、医薬品に懸濁化剤又はその他の適当な添加剤と水を加え、適当な方法で懸濁し、全質均等な液状に製した製剤であって、用時水で分散させて用いる製剤である。

本剤には必要に応じて補助剤又は香料などを加えることができる。

(2) 本剤は別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 懸濁化剤、添加剤、補助剤又は香料などは効力又は試験に支障を来たすものであってはならない。

(4) 本剤は別に規定するもののほか、次の分散性及び分散安定性試験に適合する。

分散性及び分散安定性試験：100mL としたときに使用時の最小希釈倍数となる量の試料を 200mL の共栓メスシリンダーにとり、 $20\pm 1^{\circ}\text{C}$  で標準硬水を加えて 100mL とし、2 秒間に 1 回の割合でメスシリンダーを 30 回倒立するとき、液は均等に分散する。またこの液を  $20\pm 1^{\circ}\text{C}$  で 2 時間放置するときほとんど分離することがない。

## 8. マイクロカプセル剤

(1) マイクロカプセル剤は、通例、粒径を数  $\mu\text{m}$  から 1mm に微粒子化した医薬品を高分子物質等で被覆し、懸濁化剤又はその他添加物と水を加え、適当な方法で懸濁し、全質均等な液状に製した製剤であって、用時水で懸濁させて用いる製剤である。

(2) 本剤は、別に規定するもののほか、質量百分率 (%) にて製する。

(3) 被覆に用いる高分子物質、懸濁化剤又はその他の適当な添加物などは、効力又は試験に支障を来すものであってはならない。

(4) 本剤は、顕微鏡で観察し、カプセルの形成を確認する。

## 9. くん煙剤

- (1) くん煙剤は、通例、医薬品（有効成分）に基剤等を加え、均一に混合して製したくん煙薬剤を用時くん煙して用いる 1 回使い切りの製剤である。
- (2) 本剤はくん煙薬剤を容器に充填して製する。必要に応じて、着火用の熱具や化学反応発熱システムを設置することができる。

## 10. 全量噴射式エアゾール剤

- (1) 本剤は、殺虫成分を含む薬剤を同一容器に充填した液化ガス又は圧縮ガスの圧力により、一度に全量が噴出するように製したものである。
- (2) 本剤は、空間噴霧及び残留塗布の目的に用いられる。

## 一般試験法

### 1. 粉末度試験法

#### (1) 乾式法

装置 タップ式ふるい振とう機.

ふるいの種類	330号(45 $\mu$ m)ふるい
ふるいに与える回転数	毎分300回
ふるいに与える衝撃数	毎分120回
ふるいに与える衝撃力	
衝撃を与えるハンマーの質量	1.9kg
衝撃を与えるハンマーの落下距離	2.5cm
ふるいに運動を伝える二個の偏心円板のそれぞれの半径	3.4cm
偏心円板の中心と回転軸までの偏心した距離(偏心度)	1.7cm
運動中ふるいの中心が描く円の半径	1.7cm

操作 別に規定するもののほか試料5.0gをとり、5分間偏心円運動でふるいを振りながら同時に上部より軽い衝撃を加えてふるい、330号(45 $\mu$ m)ふるいを通過するものの質量を量る。

#### (2) 湿式法

別に規定するもののほか試料50gを水450mLに懸濁し、200号(75 $\mu$ m)ふるいに入れ、ふるいを振りながらふるい上の残留物を10分間適当な強さで水洗いし、残留物を80 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その質量を量るとき、2%以下である。

### 2. 引火点試験法

引火点試験は、試料の引火点が93 $^{\circ}$ C以下のものについてはタグ密閉式法を、また79 $^{\circ}$ C以下で測定されないものについては、クリーブランド開放式法を用いる。ただし、引火点が79 $^{\circ}$ Cを超え93 $^{\circ}$ C以下のものについては、どちらの試験法を用いてもよい。

#### (1) タグ密閉式法

装置 図1

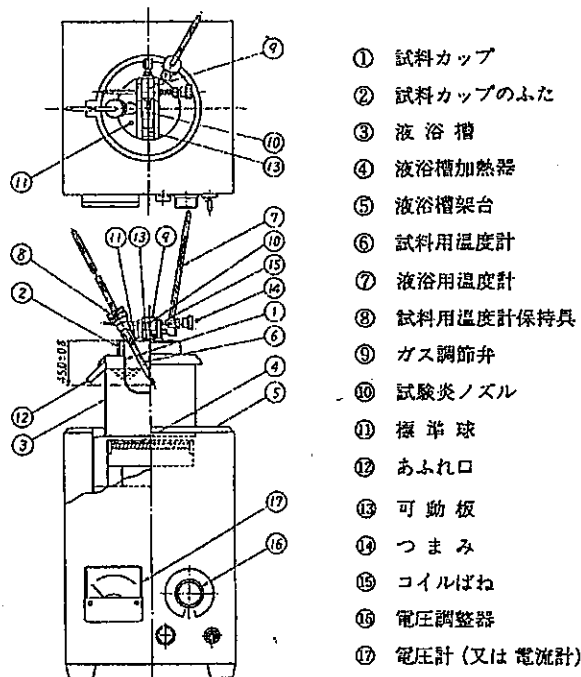
操作 この試験は空気の流通の少ない室内で行う。装置は水平に置く。揮発性物質のわずかの漏れでも誤った高い引火点を得ることになるので、この点注意して行う。

引火点が13 $^{\circ}$ C以上の場合は、水を液浴にあふれるまで満たし、液浴を試料の予期引火点より少なくとも10 $^{\circ}$ C低くし、この液浴に試料カップを収める。あらかじめ温度を予期引火点より少なくとも15 $^{\circ}$ C低くした50mL試料を先の試料カップに試料カップ内の最終油面上をぬらさぬよう注意して入れる。試料表面の空気あわが消えた後、4~49 $^{\circ}$ Cの温度の読みとれる温度計(JIS B 7410)を取付けふたを試料カップにかぶせる。

試験炎をつけ、試験炎標準球の大きさに調節する。試料温度が25 $\pm$ 3秒間に0.5 $^{\circ}$ Cの速度で上昇するようにする。試料の温度が予期引火点より5.5 $^{\circ}$ C下に達したら開

閉器を開け、カップの蒸気中に試験炎をのぞかせ、直ちに元へもどす。この操作は、約1秒間で行わなければならない。またこの際、試験炎を急激に上下させないように注意する。試験炎ののぞかせは試料温度の0.5℃上昇ごとに行い、カップの内部に明らかな引火を最初に認めたときの温度を測定引火点とする。引火に達する前に試験炎が青い炎に包まれることがあるが、これを引火点と間違えてはならない。

図1 タグ密闭式引火点試験器（一例）  
電気加熱式 単位mm



- ① 試料カップ
- ② 試料カップのふた
- ③ 液浴槽
- ④ 液浴槽加熱器
- ⑤ 液浴槽架台
- ⑥ 試料用温度計
- ⑦ 液浴用温度計
- ⑧ 試料用温度計保持具
- ⑨ ガス調節弁
- ⑩ 試験炎ノズル
- ⑪ 標準球
- ⑫ あふれ口
- ⑬ 可動板
- ⑭ つまみ
- ⑮ コイルばね
- ⑯ 電圧調整器
- ⑰ 電圧計 (又は 電流計)

## (2) クリーブランド開放式法

### 装置 図2

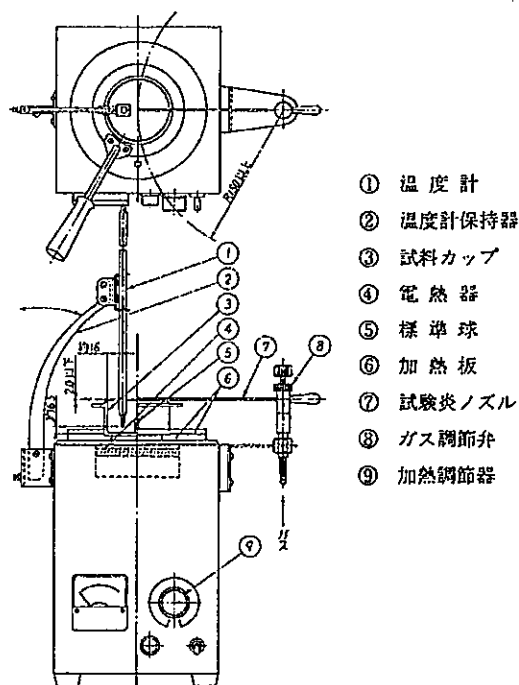
**操作** この試験は空気の流通の少ない室内で行う。試料を試料カップの標線まで満たし、試料表面の気泡を取り除く。試験炎を点火し、火炎の大きさを直径が $4 \pm 0.8$ mmとなるように調整する。試料温度が60秒間に $14 \sim 17^\circ\text{C}$ の割合で上昇するよう加熱し、予期引火点の $28^\circ\text{C}$ 下の温度から60秒間に $5.5 \pm 0.5^\circ\text{C}$ の割合で上昇するようにする。

試料温度が予期引火点の $28^\circ\text{C}$ 下の温度に達したならば、試験炎を試料カップの中心を横切り一直線に又は、半径150mm以上の弧を描くように、1秒間程度で通過させ、引火しないことを確認する。

試料温度が $2^\circ\text{C}$ 上昇するごとに同様の操作により試験炎を動かし、この操作を引火するまで繰り返す。

引火した温度と予期温度との差が $4^\circ\text{C}$ を超えない場合は引火した温度を引火点とする。 $4^\circ\text{C}$ を超えた場合には予期温度を変えて、 $4^\circ\text{C}$ を超えない測定値が得られるまで測定を繰り返すこと。

図2 クリーブランド開放式引火点試験器（一例）  
電気加熱式 単位mm



- ① 温度計
- ② 温度計保持器
- ③ 試料カップ
- ④ 電熱器
- ⑤ 標準球
- ⑥ 加熱板
- ⑦ 試験炎ノズル
- ⑧ ガス調節弁
- ⑨ 加熱調節器

### 3. エアゾール粒子径測定法

レーザー回折法は、粒子に光が照射されると、粒子は粒子径に依存した強度パターンをもつ光を全方向に散乱するという現象に基づいている。この散乱パターンをフ라우ンホーファー回折理論などに基づいて解析し、体積基準粒子径分布を求めるものである。本法の適用可能範囲は、気相に噴射されたエアゾール粒子の粒子径が約  $0.1\mu\text{m}$  ~  $2\text{mm}$  である。

**装置** 本装置は、通例、レーザー発光部、レンズ、受光部からなり、受光部に接続されたデータ処理装置を用い粒子径分布演算を行う。

試料は、適正濃度となるよう噴射距離などを調整しレーザー光線に直接噴射して、エアゾール粒子がレーザー光線を横切るように通過させる。この測定領域は、用いたレンズの有効距離内になければならない。

**試料の濃度** 試料の粒子濃度は、各測定装置により適正濃度の範囲は異なるが、多くの装置では、 $20\mu\text{m}$  以上の粒子の場合には吸光度 35% 以下、 $20\mu\text{m}$  以下の粒子の場合には吸光度 15% 以下が望ましい。

#### 測定

##### (1) 装置設定及びブランク測定

粒子径測定範囲に合わせてレンズを選択し、装置を正しく光軸合わせをした後、測定を行う室内の照明条件を一定としてブランク測定を行い記録する。

##### (2) 実施

エアゾール噴射物の測定は、測定領域のレーザー光線とエアゾール剤の噴射口と

の距離を一定として、噴射流の中心がレーザービームを垂直に通過するように噴射する。噴射中の散乱パターンを測定し、データ処理装置により解析し、体積分布及び体積分布 50% 粒子径 ( $x_{50}$ ) を求める。解析にあたりバックグラウンドによる補正を行う。体積分布 50% 粒子径の相対標準偏差 (変動係数) は 10% 以下とする。粒子径が 10 $\mu\text{m}$  以下の場合には、その相対標準偏差 (変動係数) は 20% 以下とする。

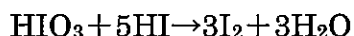
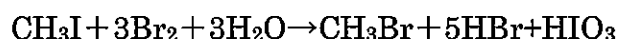
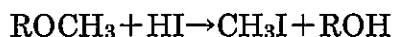
### (3) システムの適合性 (精度及び再現性)

測定しようとする粒子径付近の標準粒子を用いて、装置により粒度分布を 6 回測定するとき、測定された体積分布 50% 粒子径の平均は、標準粒子の表示された平均粒子径の  $\pm 3\%$  以内である。また、体積分布 50% 粒子径の相対標準偏差 (変動係数) は、3% 以下である。粒子径が 10 $\mu\text{m}$  以下の場合には、これらの値の最大値は 2 倍以内である。

標準粒子は、JIS Z 8901 の試験用粉体、試験用粒子又はこれと同等のポリスチレン系粒子の単分散粒子を用いる。また、装置に適用が可能で、平均粒子径が同様に保証されたものであれば、粒度が既知の粒子固定板を用いてもよい。この場合、6 回測定された平均粒子径の平均値は、表示された平均粒子径の  $\pm 2\%$  以下である。これら標準粒子は、JIS Z 8901 に記載された方法や光学顕微鏡又は、透過型電子顕微鏡などの顕微鏡法により粒度分布が測定されたものを用いる。

## 4. メトキシル基定量法

メトキシル基定量法は、試料にヨウ化水素酸を加えて加熱し、生じるヨードメタンを臭素で酸化してヨウ素酸とし、これにヨウ化カリウム及び希硫酸を加え、生じたヨウ素をチオ硫酸ナトリウム液で滴定してメトキシル基を定量する方法である。



装置 図 3

試液

(1) 洗浄液 赤リン 1g を水 100mL に懸濁させる。

(2) 吸収液 酢酸カリウム 15g を酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (9 : 1) 150mL に溶かし、その 145mL を量り、臭素 5mL を加える。用時調製する。

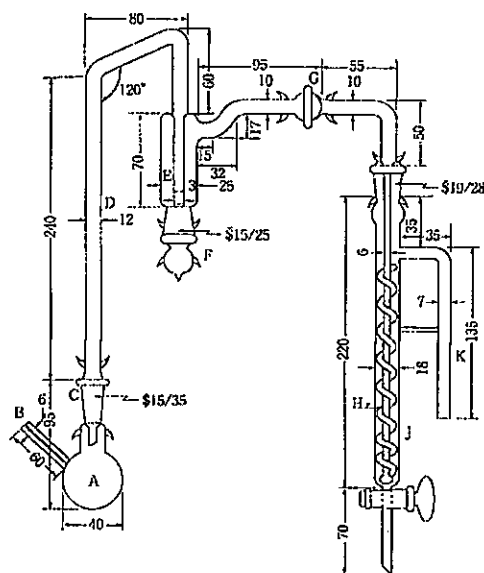
操作 ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また、吸尿管 J に吸収液約 20mL を入れる。メトキシル基 ( $\text{CH}_3\text{O} : 31.03$ ) として約 6.5mg に対応する試料を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石とヨウ化水素酸約 6mL を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なシリコン樹脂をつけて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調節する。A を油浴に浸し、浴の温



度が 20~30 分後、150°C になるように加熱し、更に同温度で 60 分間煮沸する。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を、酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1→5) 10mL を入れた 500mL の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約 200mL とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に 1mL を加える。次にヨウ化カリウム 3g 及び希硫酸 15mL を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 <2.50> する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 0.5172mg CH<sub>3</sub>O

図 3 メトキシル基定量装置



数字はmmを示す

- |             |               |
|-------------|---------------|
| A: 分解フラスコ   | F: ガス栓        |
| B: ガス導入管    | G: 球面すり合わせ連結部 |
| C: すり合わせ連結部 | H: ガス導管       |
| D: 空冷部      | J: 吸収管        |
| E: ガス洗浄部    | K: 排ガス管       |

## 5. 試薬・試液

アジピン酸ジエチレングリコールペンタエリスリトールポリエステル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

アジピン酸ジ-*n*-オクチル [(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>COOCH<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>]<sub>2</sub> 無色澄明の液である。  
比重 <2.56>  $d_{20}^{20}$ : 約 0.928

アジピン酸ジベンジル [(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>COOCH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>]<sub>2</sub> 淡黄色~黄色澄明のやや粘性の液である。

凝固点 <2.42> 約 34°C

*N*-アセチル-4-トルイジン CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NHCOCH<sub>3</sub> 白色~暗橙色の結晶性粉末である。

含量 98.0%以上.

融点<2.60> 147~153°C

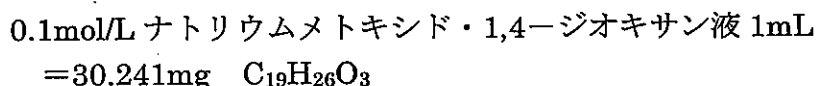
アルミナ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  白色の粉末である.

粒度 本品 10.0g を正確に量り, 200号 (75 $\mu\text{m}$ ) ふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ, 上ふたをした後, 3分間水平に揺り動かしながら, 時々軽くたたいてふるった後, ふるい及び受器の質量を量る. 200号ふるいを通過するものは8.0g以上.

アレスリン標準品  $\text{C}_{19}\text{H}_{26}\text{O}_3$  「アレスリン」50g をヘキサン 50mL に溶かし, 活性アルミナ 30g, 活性白土 30g 及びクロマトグラフィー用シリカゲル 12g を加えて1時間かき混ぜた後, ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する. ろ液を-20°Cで10時間以上静置し, 析出した結晶をあらかじめ冷却したガラスろ過器 (G4) を用いて速やかにろ過する. この結晶を5分の1の質量のヘキサンに溶かし1時間かき混ぜた後, ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する. ろ液を-20°Cで10時間以上静置し, 析出した結晶をあらかじめ冷却したガラスろ過器 (G4) を用いて速やかにろ過する. 必要があれば再結晶を更に繰り返した後, 得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する. 白色の結晶又は結晶性の粉末である.

含量 99.0%以上.

定量法 本品約 0.3g を精密に量り, エチレンジアミン 10mL を正確に加え, 密栓して 50 $\pm$ 2°Cで1時間放置する. これにピリジン 50mL を加え, よく振り混ぜた後, 0.1mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定<2.50>する (指示薬: チモールフタレイン試液 0.5mL). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.



イソプロピルアミン試液 イソプロピルアミン 12.5g を脱水トルエン 500mL に溶かす.

液体クロマトグラフィー用(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニグリシンアミノプロピルシリル化シリカゲル (イオン結合型) (R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル (イオン結合型), 液体クロマトグラフィー用を見よ.

液体クロマトグラフィー用(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル (共有結合型) (R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル (共通結合型), 液体クロマトグラフィー用を見よ.

液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, 液体クロマトグラフィー用を見よ.

液体クロマトグラフィー用 N-[(R)-1-( $\alpha$ -ナフチル)エチルアミノカルボニル]- (S)-バリルアミノプロピルシリル化シリカゲル N-[(R)-1-( $\alpha$ -ナフチル)エ

チルアミノカルボニル]-(S)-バリルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用を見よ。

エチオン [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O)<sub>2</sub>P(S)S]<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> 無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ : 約 1.22

#### エトフェンプロックス標準品

精製法 「エトフェンプロックス」100g をとり，エタノール (99.5) 300mL に溶かし，40°C に加温して完全に溶解させる。得られたエタノール (99.5) 溶液を室温まで放冷する。放冷後，10°C まで冷却し，結晶を析出させた後，20°C まで加温し混合する。析出した結晶を吸引ろ過し，エタノール (99.5) 30mL で洗浄する。この結晶をヘキサン 50mL と混合，吸引ろ過した後，ヘキサン 15mL で洗浄する。再度ヘキサン 35mL と 10mL を用いて洗浄し，結晶を得る。得られた結晶を乾燥 (減圧，シリカゲル，4 時間) し，エトフェンプロックス標準品を得る。

確認試験 本品を乾燥 (減圧，シリカゲル，4 時間) し，赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数 2981cm<sup>-1</sup>，2886cm<sup>-1</sup>，1582cm<sup>-1</sup>，1514cm<sup>-1</sup>，1479cm<sup>-1</sup>，1449cm<sup>-1</sup>，1236cm<sup>-1</sup>及び 1100cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

#### 純度試験

類縁物質 「エトフェンプロックス」の純度試験，(3) 類縁物質の測定方法により試験を行い，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，エトフェンプロックス以外のピークの合計量は 0.1% 以下である。

水分<2.48> 0.1% 以下 (2.0g，容量滴定法，直接滴定)。

強熱残分<2.44> 0.1% 以下 (1g)。

含量 99.5% 以上。

定量法 本品を乾燥し，その 50mg を正確に量り，エタノール (99.5) を加えて溶かし，正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り，エタノール (99.5) を加えて正確に 100mL とする。この液につき，紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験をおこない，274nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{エトフェンプロックス (C}_{25}\text{H}_{28}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{90.5} \times 10000$$

塩化銅 (I) CuCl [K 8138, 特級]

塩化パラジウム (II) 試液，噴霧用 塩化パラジウム (II) 0.5g を 1mol/L 塩酸試液・エタノール混液 (1:1) 100 mL に溶かす。用時調製する。

#### オルトジクロロベンゼン標準品

精製法 スニーダー型分留管 (3 球式) をつけた，沸騰石の入った 200mL の蒸留フラスコに「オルトジクロロベンゼン」100mL を入れ，常法により装置を完結し，蒸留装置内の窒素ガス置換を行う。留出速度を 1 分間あたり 1~2mL になる

よう蒸留装置の温度を上げて加熱する。初めの留液から約 70mL を除き、次の留液約 25mL を分取する。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

純度試験 本品 1.0g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この試料溶液 2 $\mu$ L につき、「オルトジクロロベンゼン」の定量法の試験条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、オルトジクロロベンゼン以外の物質の合計量は 0.5% 以下である。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオルトジクロロベンゼンの保持時間の約 3 倍の範囲とする。

ガスクロマトグラフィー用アジピン酸ジエチレングリコールペンタエリスリトールポリエステル アジピン酸ジエチレングリコールペンタエリスリトールポリエステル、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 25%シアノエチル-メチルシリコーンポリマー 25%シアノエチル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用シアノプロピルシリコーンポリマー シアノプロピルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ジメチルシリコーンポリマー ジメチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 2,3-ジ-O-メチル-6-tert-ブチルジメチルシリル化シクロデキストリン 2,3-ジ-O-メチル-6-tert-ブチルジメチルシリル化シクロデキストリン、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピル-メチルシリコーンポリマー 50%トリフルオロプロピル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M ポリエチレングリコール 20M、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用ビス[m-(m-フェノキシフェノキシ)フェニル]エーテル ビス[m-(m-フェノキシフェノキシ)フェニル]エーテル、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

ガスクロマトグラフィー用 25%フェニル-メチルシリコーンポリマー 25%フェニル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

非架橋フタル酸エステル ポリエチレングリコールフタル酸エステル、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

活性白土 白色～微黄白色の粉末である。

粒度 本品 10.0g を正確に量り，200号（75 $\mu$ m）ふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ，上ふたをした後，3分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，ふるい及び受器の質量を量る。200号ふるいを通過するものは9.0g以上。

クロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル，クロマトグラフィー用を見よ。

1-クロロナフタレン  $C_{10}H_7Cl$  無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ ：約 1.194

クロロベンゼン  $C_6H_5Cl$  無色澄明な液である。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ ：1.102～1.112

ケイ皮酸エチル  $C_6H_5CH:CHCOOC_2H_5$  無色～淡黄色の液である。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ ：1.048～1.058

ケイ皮酸メチル  $C_6H_5CH:CHCOOCH_3$  白色の結晶又は塊である。

融点<2.60> 33～37 $^{\circ}C$

サリチル酸ベンジル  $HOC_6H_4COOCH_2C_6H_5$  無色～微黄色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ ：1.177～1.187

1,4-ジアセトキシ-2-メチルナフタレン  $(CH_3COO)_2C_{10}H_5CH_3$  白色の結晶性の粉末である。

融点<2.60> 112～115 $^{\circ}C$

25%シアノエチル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

シアノプロピルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

シアノプロピル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ジクロヘキサノン  $C_8H_{10}O$  [K 8463, 特級]

ジクロロボス標準品

精製法 減圧精留装置を完全に気密にした後，5Lの蒸留フラスコに「ジクロロボス」2.0Lを入れ，常法により装置を完結し，装置内を窒素ガス置換後，666.6Pa以下の真空度とし，フラスコ内の温度を2 $^{\circ}C$ /分で上昇させて真空度に見あった液温とし，ジクロロボスを留出させる。初めの留液から約70mLを除き，次の留液約1.0Lをとり，用いる。用時調製する。

性状 本品は無色の液である。

類縁物質 本品0.5gをアセトン25mLに溶かし試料溶液とする。この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする。これらの液につき，「ジクロロボス」の純度試験（4）を準用して試験を行うとき，試験溶液のジクロロボス以外のピークの合計面積は，標準溶液のジクロロボスのピーク面積より大きくない。

含量 99.0%以上.

定量法 本品約0.2gを精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、メタノール10mL及び水酸化ナトリウム溶液(2→25) 50mLを加え密栓し、ときどき穏やかに振り混ぜながら60°Cで2時間加温する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、薄めた硝酸(1→2)を加えて中和し、更に薄めた硝酸(1→2) 1mLを加える。この液を300mLのビーカーに移し、メタノール50mLでフラスコを洗い、洗液をビーカーに加える。これにポリソルベート20溶液(1→20) 2mLを加え、0.1mol/L硝酸銀液で滴定<2.50>する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L硝酸銀液1mL=11.049mg  $C_4H_7Cl_2O_4P$

(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル(イオン結合型), 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル(共有結合型), 液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

ジブチルヒドロキシルエン  $C_{15}H_{24}O$  [食品添加物公定書添加物各条]

ジブチルヒドロキシルエン標準品  $C_{15}H_{24}O$  白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点<2.60> 69.5~71.5°C

含量 99.0%以上.

定量法 本品約0.1gをアセトン20mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりジブチルヒドロキシルエンの量を求める。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.53mm, 長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルシリコーンポリマーを厚さ1.5 $\mu$ mで被覆する。

カラム温度：50°C付近の一定温度で注入し、5分間保った後、300°Cになるまで1分間に5°Cの割合で昇温し、その後、300°C付近の一定温度に5分間保つ。

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ジブチルヒドロキシルエンの保持時間が約24分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒由来のピークの後からジブチルヒドロキシルエンの保持時間の約2倍の範囲。

カラムの選定：試料溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジブチル

ヒドロキシトルエンの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 200000 段以上、3 以下である。

#### シフルトリン標準品

本品は、以下の方法により定量するとき、シフルトリン (C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>FNO<sub>3</sub>) 95.0% 以上を含む。

本品約 0.2g 及びシフルトリンの異性体 I, II, III, IV の標準品各々約 50mg を精密に量り、*tert*-ブチルメチルエーテル 15mL を加え、溶かし、ヘプタン 30mL を加え、5 分間加温した後、室温まで冷却し、ヘプタンを加えて正確に 50mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき、「シフルトリン」の定量法の条件を準用して、液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。

$$\text{異性体 I の含量 (\%)} = \frac{A_{\text{TI}} \times M_{\text{SI}} \times \text{PI}}{A_{\text{SI}}} \times \frac{1}{M_{\text{T}}} \times 100$$

$$\text{異性体 II の含量 (\%)} = \frac{A_{\text{TII}} \times M_{\text{SII}} \times \text{PII}}{A_{\text{SII}}} \times \frac{1}{M_{\text{T}}} \times 100$$

$$\text{異性体 III の含量 (\%)} = \frac{A_{\text{TIII}} \times M_{\text{SIII}} \times \text{PIII}}{A_{\text{SIII}}} \times \frac{1}{M_{\text{T}}} \times 100$$

$$\text{異性体 IV の含量 (\%)} = \frac{A_{\text{TIV}} \times M_{\text{SIV}} \times \text{PIV}}{A_{\text{SIV}}} \times \frac{1}{M_{\text{T}}} \times 100$$

シフルトリン含量 (%) = 異性体 I の含量 (%) + 異性体 II の含量 (%) + 異性体 III の含量 (%) + 異性体 IV の含量 (%)

$M_{\text{SI}}, M_{\text{SII}}, M_{\text{SIII}}, M_{\text{SIV}}$ : シフルトリンの異性体 I, II, III, IV の標準品の秤取量 (g)

$M_{\text{T}}$ : 本品の秤取量 (g)

$\text{PI}, \text{PII}, \text{PIII}, \text{PIV}$ : シフルトリンの異性体 I, II, III, IV の標準品の含量 (%)

$A_{\text{SI}}, A_{\text{SII}}, A_{\text{SIII}}, A_{\text{SIV}}$ : 標準溶液の異性体 I, II, III, IV のピーク面積

$A_{\text{TI}}, A_{\text{TII}}, A_{\text{TIII}}, A_{\text{TIV}}$ : 試料溶液の異性体 I, II, III, IV のピーク面積

#### シフルトリン異性体 I 標準品

**精製法** ガラスカラムに 1kg のアルミナをとる。300g の「シフルトリン」を、300mL の 1,4-ジオキサンに溶かし、アルミナ層の表面に注ぎ、3L のヘキサン/アセトン混液 (30:1) で溶出する。溶出液を減圧下、35 $^{\circ}$ C 以下の浴温で濃縮する。これを 1,4-ジオキサンに溶かし、400mL の予備精製原体溶液とする。

以下に示す条件に設定した液体クロマトグラフィーに予備精製原体溶液 1mL を注入する。4 つの異性体は I, II, III, IV の順に溶出するので、この間の溶出液をフラクションコレクターで各異性体として分取する。記録しておいたクロマトグラムから、各異性体ごとにピーク高さの 20% 以上に相当するフラクションを集め、減圧下、35 $^{\circ}$ C 以下の温度で結晶が出始めるまでに濃縮する。これを常温下で、等質量のジエチルエーテルに溶かし、5 倍容量のヘキサンを加えて、よく振り混ぜ、常温下に、少なくとも 12 時間静置する。その後、冷凍庫 (-20 $^{\circ}$ C)

中に約 12 時間置き、結晶析出を完結させる。G4 のガラスフィルターを用いて、結晶を母液から分離する。得られた結晶 1g を 3mL の 1,4-ジオキサンに溶かし、先に示した条件で液体クロマトグラフィー及び再結晶法による精製を繰り返す。得られた結晶をデシケーター（減圧、シリカゲル）で乾燥し、標準品とする。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 2cm, 長さ 1m のステンレス管に平均粒径 15 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填する。

カラム温度：室温

移動相 A：ヘキサン

移動相 B：tert-ブチルメチルエーテル

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~3.8	100	0
3.8	予備精製原体溶液注入	
3.8~7.7	100→95	0→5
7.7~48.6	95	5
48.6~52.4	95→0	5→100
52.4~52.6	0→100	100→0
流量：毎分 24mL		

性状 本品は白色の結晶である。

融点<2.60> 63~65°C

#### 純度試験

(1) 類縁物質 本品約 0.5g を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 $\mu$ L につき純度試験 (2) の方法で試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりこれらの量を求めるとき、シフルトリン以外の物質の量は 0.5% 以下である。

(2) 熱分析法<2.52>の示差走査熱量測定法 (DSC) による試験 本品約 3mg を量り、昇温速度毎分 2°C に設定した DSC で試験する。得られた DSC 曲線をインジウムの DSC 曲線で補正し、試料融解温度、融解熱量及び融解分率を求める。これらの値より Van't Hoff の式を用いて不純物のモル分率を求めるとき、1.5 モル% 以下である。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、ジエチルエーテル 75mL を加えて溶かし、分液ロートに移す。0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液 50mL を加えて洗った後、更



に水 50mL で洗う。洗液を合わせ、ジエチルエーテル 50mL を加えて振り混ぜ、ジエチルエーテル層は水 50mL で洗う。ジエチルエーテル層を合わせ、減圧下でジエチルエーテルを完全に留去する。残留物に希水酸化カリウム・エタノール試液 15mL と水 1mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。減圧下で約 1mL となるまで留去し、残った液を水 100mL で分液ロートに洗い込む。薄めた硫酸 (1→20) で中和 (指示薬: フェノールフタレイン試液) した後、更に、この硫酸 2~3 滴を加える。これにベンゼン 50mL を加え、激しく振り混ぜ分液し、ベンゼン層をとる。水層は更にベンゼン 50mL を加え、激しく振り混ぜ分液する。ベンゼン層を合わせ、水 50mL で 2 回洗った後、0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 20mL と水 5mL を正確に加え、激しく振り混ぜる。約 10 分間放置した後、過量の水酸化ナトリウムを 0.01mol/L 硫酸で滴定 <2.50> する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=5.79mg  $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

#### シフルトリン異性体Ⅱ標準品

精製法 「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて行い、異性体Ⅱを分取する。

性状 本品は白色の結晶である。

融点 <2.60> 79~82°C

純度試験

(1) 類縁物質 本品約 0.5g を精密に量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験を行うとき、シフルトリン以外の物質の量は 0.5% 以下である。

(2) 熱分析法 <2.52> の示差走査熱量測定法 (DSC) 本品約 3mg を量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験を行うとき、不純物のモル分率は 1.5 モル% 以下である。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験を行う。

#### シフルトリン異性体Ⅲ標準品

精製法 「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて行い、異性体Ⅲを分取する。

性状 本品は白色の結晶である。

融点 <2.60> 64~67°C

純度試験

(1) 類縁物質 本品約 0.5g を精密に量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験を行うとき、シフルトリン以外の物質の量は 0.5% 以下である。

(2) 熱分析法 <2.52> の示差走査熱量測定法 (DSC) 本品約 3mg を量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験を行うとき、不純物のモル分率は 1.5 モル% 以下である。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、「シフルトリン異性体Ⅰ標準品」に準じて試験

を行う。

#### シフルトリン異性体IV標準品

精製法 「シフルトリン異性体 I 標準品」に準じて行い、異性体IVを分取する。

性状 本品は白色の結晶である。

融点<2.60> 105~108°C

純度試験

(1) 類縁物質 本品約 0.5g を精密に量り、「シフルトリン異性体 I 標準品」に準じて試験を行うとき、シフルトリン以外の物質の量は 0.5%以下である。

(2) 熱分析法<2.52>の示差走査熱量測定法 (DSC) 本品約 3mg を量り、「シフルトリン異性体 I 標準品」に準じて試験を行うとき、不純物のモル分率は 1.5 モル%以下である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、「シフルトリン異性体 I 標準品」に準じて試験を行う。

#### ジフルベンズロン標準品

精製法 「ジフルベンズロン」3g をとり、酢酸エチル 180mL を加えて約 80°C で加熱溶解し、熱時ろ過した後、室温で一定時間放置し、室温に戻し、その後-5°C に冷却する。析出した結晶をろ取し、デシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性粉末である。

類縁物質 本品 0.1g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。風乾後アセトン/ジエチルアミン/メタノール混液 (19:2:1) を展開溶媒として約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長: 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 60mg を精密に量り、窒素定量法<1.08>により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=1.5535mg  $C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$

ジメチルクロロチオホスフェート  $(CH_3O)_2P(=S)Cl$  無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ : 1.32

ジメチルシリコンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

2,3-ジ-*O*-メチル-6-*tert*-ブチルジメチルシリル化シクロデキストリン, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

(1*R*,3*S*)-2,2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボ

ニルクロリド  $C_{10}H_{15}ClO$  無色～淡黄色澄明の液である。

類縁物質 本品 0.10g にトルエン 2mL 及びイソプロピルアミン試液 5mL を加え、1 分間穏やかに振り混ぜた後、時々振り混ぜながら、30 分間放置する。これにトルエン 5mL 及び水 3mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー< 2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により主ピーク及び主ピークに対する相対保持時間が約 1.2 のピーク以外のピークの合計量を求めるとき、5.0%以下である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm、長さ 3m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：170 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：主ピークの保持時間が約 17 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲

検出感度：試料溶液 1mL にトルエンを加えて 200mL とした液 2 $\mu$ L から得た主ピーク高さが 4～8mm になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 2mL に *p*-ニトロトルエンのトルエン溶液 (1→50) 1mL を加える。この液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、*p*-ニトロトルエン、(1*R*,3*S*)-2,2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボキサミドの順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。ただし、検出感度は *p*-ニトロトルエンのピーク高さが 5～10cm になるように調整する。

(1*R*,3*S*;1*S*,3*R*)-2,2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボニルクロリド  $C_{10}H_{15}ClO$  無色～淡黄色澄明の液である。

類縁物質 本品 0.10g にトルエン 2mL 及びイソプロピルアミン試液 5mL を加え、1 分間穏やかに振り混ぜた後、時々振り混ぜながら、30 分間放置する。これにトルエン 2mL 及び水 3mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー< 2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により主ピーク及び主ピークに対する相対保持時間が約 1.2 のピーク以外のピークの合計量を求めるとき、5.0%以下である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm、長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー

一用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：130°C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：主ピークの保持時間が約17分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から主ピークの保持時間の約2倍の範囲

検出感度：試料溶液1mLにトルエンを加えて200mLとした液2 $\mu$ Lから得た主ピーク高さが4~8mmになるように調整する。

カラムの選定：試料溶液2mLに*p*-ニトロトルエンのトルエン溶液(1→50)1mLを加える。この液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、*p*-ニトロトルエン、(1*R*,3*S*;1*S*,3*R*)-2,2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボキサミドの順に流出し、その分離度は2.0以上である。ただし、検出感度は*p*-ニトロトルエンのピーク高さが5~10cmになるように調整する。

ジメトキシエタン  $\text{H}_3\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$  無色の液である。

含量99.0%以上。

沸点<2.57> 82~83°C

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.866~0.870

硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液 チモールブルーのメタノール溶液(1→100)5mLに、硝酸銀1gを水1mLに溶かし、これにメタノールを加えて100mLとした液を加えて100mLとする。

シリカゲル、クロマトグラフィー用 シリカゲルをクロマトグラフィー用に製造したもの。

水酸化カリウム試液, 5mol/L 水酸化カリウム32.5gを水に溶かし、100mLとする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化カリウム試液, 2mol/L 水酸化カリウム13gを水に溶かし、100mLとする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化カリウム・エタノール(99.5)試液, 0.5mol/L 水酸化カリウム35gを水30mLに溶かし、エタノール(99.5)を徐々に加えて1000mLとする。一晩放置後、無色の上澄液を用いる。

水酸化カリウム・メタノール試液 水酸化カリウム70gを水500mLに溶かし、メタノールを加えて1000mLとする。

水酸化カリウム・メタノール試液, 1mol/L 水酸化カリウム70gを水40mLに溶かし、メタノールを加えて1000mLとし、密栓した容器に入れて24時間放置し、上澄液を用いる。

水酸化カリウム・メタノール試液, 0.1mol/L 水酸化カリウム0.65gをメタノールに溶かし、100mLとする。

水酸化カリウム・メタノール試液, 0.05mol/L 水酸化カリウム0.65gをメタノールに溶かし、200mLとする。

水酸化ナトリウム・希メタノール試液, 0.1mol/L 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液

50mLにメタノールを加えて100mLとする。

水酸化ナトリウム試液, 0.005mol/L 水酸化ナトリウム試液 5mL に水を加えて1000mLとする。用時調製する。

セバシン酸ジオクチル  $[-(\text{CH}_2)_4\text{COOC}_8\text{H}_{17}]_2$  無色の澄明な油状の液である。

融点<2.60> 約 $-62^\circ\text{C}$

セバシン酸ジブチル  $[-(\text{CH}_2)_4\text{COOC}_4\text{H}_9]_2$  無色の澄明な油状の液である。

融点<2.60> 約 $-10^\circ\text{C}$

#### ダイアジノン標準品

精製法 「ダイアジノン」約50gをヘキサン100mLに溶かし、薄めた2mol/L硫酸試液(3→4)50mLを加え、振り混ぜる。ヘキサン層をとり、これに薄めた塩酸(3→4)50mLを加え、振り混ぜる。水層をとり、これをヘキサン50mLで1回、ベンゼン50mLで2回及びヘキサン50mLで2回順次振り混ぜて洗う。この液に氷水300mLを加えて $5^\circ\text{C}$ 以下とし、ヘキサン100mLを加え、振り混ぜる。ヘキサン層をとり、これに薄めた2mol/L硫酸試液(3→4)50mLを加え、振り混ぜる。ヘキサン層をとり、これに無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、ろ過する。ろ液に窒素を通じながら $100^\circ\text{C}$ 以下、減圧蒸留でヘキサンを留去する。

性状 本品は微黄色澄明の液である。

類縁物質 本品0.2gをアセトン30mLに溶かし、試料溶液とする。この液3 $\mu\text{L}$ につき、「ダイアジノン」の定量法の試験条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後からダイアジノンの保持時間の約3倍の範囲とする。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ダイアジノン以外の物質の合計量は0.5%以下である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約1gを精密に量り、ジエチルエーテル100mLに溶かし、水50mLを加えてよく振り混ぜる。水層をとり、これにジエチルエーテル100mLを加えてよく振り混ぜる。水層をとり、これにジエチルエーテル100mLを加えてよく振り混ぜ、水層を除く。それぞれのジエチルエーテル層を順次水50mLずつで2回、0.005mol/L水酸化ナトリウム試液50mLで1回、更に水50mLで2回よく振り混ぜた後、ジエチルエーテル層を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、ガラスフィルターでろ過する。残留物及び使用した器具は、ジエチルエーテル30mLずつで4回洗う。洗液をろ液に合わせ、ジエチルエーテルを留去する。残留物を非水滴定用水酢酸50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定<2.50>する(指示薬： $\alpha$ -ナフトールベンゼイン試液1.0mL)。滴定の終点は、液の淡褐色が濃緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL=30.435mg  $\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}$

多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, 液体クロマトグラフィー用 淡黄色透明の球状である。液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

脱水トルエン ゼオライトで脱水して使用する.

ディート標準品  $C_{12}H_{17}NO$  米国薬局方標準品「DIETHYLTOLUAMIDE」である.

デカン  $C_{10}H_{22}$  無色澄明な液である.

密度 $\langle 2.56 \rangle$  ( $20^{\circ}C$ ): 0.731g/mL

テレフタル酸ジ-*n*-ブチル  $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$  無色~淡黄色澄明の液で, 冷時に凝固する.

比重 $\langle 2.56 \rangle$   $d_{20}^{20}$ : 1.042~1.052

トリクロロホン標準品

精製法 「トリクロロホン」50g をとり, ヘキサン 80mL 及びクロロホルム 50mL を加え, 約  $50^{\circ}C$  に加温して溶かし, 活性炭 2g を加え, 10 分間かき混ぜながら加温した後, ガラスろ過器 (G4) を用いて温時吸引ろ過する. ろ液を  $-20^{\circ}C$  に冷却し, 一昼夜以上静置した後, 析出した結晶を, ガラスろ過器 (G4) を用いて吸引ろ過する. この結晶にヘキサン 50mL 及びアセトン 50mL を加え, 同様に操作する. 結晶はデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する.

類縁物質 本品 0.50g をアセトン 10mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 3mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー $\langle 2.03 \rangle$ により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 25 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 風乾後, 直ちに酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液 (3:3:2) を展開溶媒として約 10cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧した後, 水酸化カリウム・エタノール試液を均等に噴霧し,  $100^{\circ}C$  で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 $\langle 2.41 \rangle$  0.1%以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間).

含量 99.0%以上.

定量法 「トリクロロホン」の定量法を準用する.

トリフェニルメタン  $(C_6H_5)_3CH$  白色~微褐色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 $\langle 2.60 \rangle$   $92 \sim 95^{\circ}C$

50%トリフルオロプロピル-メチルシリコーンポリマー, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの.

トリメチルクロロシラン  $C_3H_9ClSi$  無色澄明の液である.

比重 $\langle 2.56 \rangle$   $d_4^{20}$ : 約 0.86

沸点 $\langle 2.57 \rangle$  約  $57^{\circ}C$

ナトリウムメトキシド・メタノール試液, 0.1mol/L 氷冷したメタノール 100mL に金属ナトリウムの新しい切片 0.25g を少量ずつ振り混ぜながら加えて溶かす.

*N*-[(*R*)-1-( $\alpha$ -ナフチル)エチルアミノカルボニル]-(*S*)-パルルアミノプロピ

ルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用  
γ-アミノプロピルシリル化シリカゲルに *N*-[(*R*)-1-(α-ナフチル)エチルア  
ミノカルボニル]-(*S*)-バリル基を化学結合したものの。

*p*-ニトロトルエン  $\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3$  淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末である。  
融点<2.60> 50～54℃

*p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート・メタノール試液 *p*-ニトロベン  
ゼンジアゾニウムフルオロボレート 30mg を氷冷したメタノール 100mL に溶か  
し，氷冷したまま用いる。

バナジン (V) 酸アンモニウム試液 バナジン (V) 酸アンモニウム 0.25g を熱湯  
40mL に溶かす。冷後，この液に過塩素酸 4mL 及び水を加えて 100 mL とする。

2,2'-ビキノリン  $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2$  白色の粉末である。  
融点<2.60> 193～196℃

ビス[*m*-(*m*-フェノキシフェノキシ)フェニル]エーテル，ガスクロマトグラフィー  
用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

#### ヒドラメチルノン標準品

精製法 「ヒドラメチルノン」約 100g に 2-プロパノール 800mL を加え，煮沸し，  
熱ろ過後，室温に冷却し，析出した結晶をろ過する。得られた結晶に，2-プロ  
パノール 600mL を加えて煮沸し，熱ろ過後，室温に冷却し，一晚冷蔵庫に放置  
し，析出した結晶をろ過する。得られた結晶を冷 2-プロパノール 150mL で十  
分洗った後，減圧 40℃で 10 時間乾燥して製造する。

性状 本品は黄色の結晶である。本品はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶け  
ない。

融点<2.60> 186～190℃

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法  
により，試験を行うとき，波数  $3400\text{cm}^{-1}$ ， $2960\text{cm}^{-1}$ ， $1608\text{cm}^{-1}$ ， $1324\text{cm}^{-1}$ ，  
 $1121\text{cm}^{-1}$  及び  $825\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質 本品の移動相溶液 (3→2000) 10μL につき，「ヒドラメチルノン」の純  
度試験 (3) の試験条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。  
ヒドラメチルノンに対する保持時間の比が約 0.2～2.0 の範囲に現れるピーク面  
積を自動積分法により測定するとき，ヒドラメチルノン以外のピーク面積の合計  
は，全ピーク面積の 0.5% 以下である。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，非水滴定用水酢酸 100mL に溶  
かし 0.1mol/L 過塩素酸で滴定<2.50>する (電位差滴定法)。

ただし，滴定の終点は，初めの変曲点とする。

同様の方法で空試験を行ない，補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 49.448mg  $\text{C}_{25}\text{H}_{24}\text{F}_6\text{N}_4$

標準硬水 炭酸カルシウム 2.74g 及び酸化マグネシウム 0.276g をなるべく少量の

2mol/L 塩酸に溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固した後、残留物を水 100ml に溶かし、この液 5ml をとり、水を加えて 2000ml として製する。

フェニトロチオン標準品  $C_9H_{12}NO_5PS$  反応容器に 3-メチル-4-ニトロフェノール 73.4g, 水 140mL, 活性炭 2.3g 及び炭酸ナトリウム 8.2g を入れ、これに 27% 水酸化ナトリウム水溶液 50.4g を加え、25~35°C で 1 時間かき混ぜる。その後、塩化銅 (I) 0.74g 及び無水炭酸ナトリウム 0.37g を加えた後、ジメチルクロロチオホスフェート 70.1g を滴下する。滴下終了後 27% 水酸化ナトリウム 8g を加え、40~50°C で 3 時間反応させる。反応液をケイソウ土を用いてろ過し、トルエン 300mL で抽出する。この抽出液に活性炭 2~3g を加え、室温で 30 分かき混ぜた後ヌッチェでろ過する。ろ液からトルエンを減圧留去し、さらに真空ポンプで浴温 55~65°C にてトルエンを留去する。この残渣にトルエン 150mL を加え、5% 炭酸ナトリウム溶液 50mL を加えてよく振り混ぜて水層を捨てる。水層の色がほとんど無くなるまでこの操作を繰り返す。このトルエン溶液に塩化ナトリウム飽和溶液 50mL を加えて室温で洗浄する。この操作を 2 回繰り返す。このトルエン溶液を乾燥用塩化カルシウムで乾燥後、トルエンを減圧留去し、さらに真空ポンプで浴温 55~65°C にてトルエンを留去し、フェニトロチオンを得る。このフェニトロチオンをその質量の 1.5 倍のメタノールに溶かし、-30~-40°C に冷却する。析出した結晶をガラスろ過器 (G3) を用いてろ取し、-30°C に冷却したメタノールで洗う。同様の操作により、再結晶を 3 回繰り返す。得られた結晶に含まれるメタノールを減圧下 50°C で留去し、ろ紙を用いて自然ろ過する。淡黄色澄明の液である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.8g を精密に量り、ジエチルエーテル 80mL に溶かし、酢酸(100) / 塩酸混液 (9:1) 40mL 及び亜鉛末 3g を注意して加え、時計皿でふたをし、水素の発生が弱くなるまで放置した後、水浴上で加温してジエチルエーテルを徐々に留去する。残留物に塩酸 20mL を少量ずつ加え、氷水で冷却し、10°C 以下でかき混ぜながら、0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定<2.50>する。ただし、滴定の終点は亜硝酸ナトリウム液を滴加して 1 分間後に、被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化カリウムデンプン紙に触れるとき、直ちに暗青色を呈するときとする。

0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1mL=27.723mg  $C_9H_{12}NO_5PS$

25%フェニル-メチルシリコーンポリマー、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

3-フェノキシベンジルアルコール  $C_6H_5OC_6H_4CH_2OH$  無色~微黄色澄明の液である。

類縁物質 本品 0.10g をアセトン 20mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により 3-フェノキシベンジルアルコール以外のピークの合計量を求めるとき、5.0%以下である。



## 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ約 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：220 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：3-フェノキシベンジルアルコールの保持時間が約 4 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から 3-フェノキシベンジルアルコールの保持時間の約 3 倍の範囲

検出感度：試料溶液 1mL にアセトンを加えて 200mL とした液 1 $\mu$ L から得た 3-フェノキシベンジルアルコールのピーク高さが 4~8mm になるように調整する。

カラムの選定：「フェノトリン」の定量法のカラムの選定に適合するものを用いる。

フェノトリン標準品  $C_{23}H_{26}O_3$  塩化カルシウム管 (乾燥用) をつけた 4 つ口フラスコに 3-フェノキシベンジルアルコール 20.0g, トルエン 150mL 及び無水ピリジン 12mL を入れ, フラスコ内の液温 30 $^{\circ}$ C 以下で (1*R*, 3*S*; 1*S*, 3*R*)-2, 2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボニルクロリド 19.6g を 30 分間かけて滴加し, 5~10 $^{\circ}$ C で一晩かき混ぜる。薄めた塩酸 (177 $\rightarrow$ 500) 30mL を加え, 分液漏斗に移し, 振り混ぜた後, 水層を除く。トルエン層を炭酸水素ナトリウム試液 30mL, 水 50mL 及び塩化ナトリウム飽和溶液 50mL で順次洗う。トルエン層に無水硫酸マグネシウム 10g を加え振り混ぜた後, ろ過する。ろ液のトルエンを減圧で留去した後, 残留物をヘキサン 40mL に溶かし, 0 $^{\circ}$ C で 48 時間放置後, 析出した結晶をろ取し, 氷冷したヘキサン少量で洗う。同様の操作により再結晶を 2 回繰り返した後, 得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル法 <2.25> の液膜法により試験を行うとき, 波数 1725 $cm^{-1}$ , 1586 $cm^{-1}$ , 1488 $cm^{-1}$  及び 1157 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 0.3g を精密に量り, ナス型フラスコに入れ, エタノール (99.5) 60mL に溶かし, 5mol/L 水酸化カリウム試液 60mL を加え, 還流冷却器を付け, 水浴中で 3 時間加熱した後, 5mol/L 塩酸試液を加えて pH を 3~4 に調整する。冷後, 塩化ナトリウム飽和溶液 30mL を加え, ジクロロメタン 60mL ずつで 3 回抽出する。ジクロロメタン抽出液を合わせ, 水 120mL ずつで 2 回洗った後, ジクロロメタンを減圧で留去する。残留物をエタノール (99.5) 40mL に溶かし, 三角フラスコに移し, 更にナス型フラスコの内壁をエタノール (99.5) 10mL で洗い, 洗液を三角フラスコに合わせ, 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定 <2.50> する (指示薬: クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1 $\rightarrow$ 1000) 2~3 滴)。ただし, 滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。別にエタ

ノール (99.5) 50mLにつき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1mL=35.045mg  $C_{23}H_{26}O_3$

#### フェンチオン標準品

精製法 「フェンチオン」約 2g をとり、ヘキサン 3mL に溶かす。この液につき次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により精製する。フェンチオンの溶出画分を集め、減圧 (40℃以下) で溶媒を留去し、残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。必要があればクロマトグラフィーを繰り返す。

#### 試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径 2.5~4.0cm, 長さ 30~45cm のガラス管に 25~63 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン/アセトン混液 (4 : 1)

性状 本品は無色澄明な液である。

類縁物質 本品 0.1g をアセトン 1mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、「フェンチオン」の純度試験 (3) を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下であり、かつ標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1mL を正確に量り、その全量を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて 0.5mm の厚さに調製した薄層板 (20cm×20cm) の下端から 2.5cm のところに両端 1cm を残して線状にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (5 : 2) を展開溶媒とし、約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射し、主スポットの部分のシリカゲルをかき取り、アセトン 10mL で 5 回抽出する。抽出液をケルダールフラスコに入れ、約 50℃, 減圧で液量が約 1mL となるまで穏やかにアセトンを留去した後、室温で静かに送風してアセトンを揮散させる。ガラス球 (直径 2~3mm) 2 個を入れ、薄めた硫酸 (1→2) 2mL 及び硝酸 5mL を加えて注意して加熱し、白煙を生じるまで強熱する。冷後、再び硝酸 5mL を加えて同様に操作する。冷後、水 5mL を加えて 5 分間沸騰させる。冷後、この液を水 30mL を用いて 50mL のメスフラスコに移し、バナジン (V) 酸アンモニウム試液 5mL 及びモリブデン酸アンモニウム試液 2.5mL を順次振り混ぜながら加え、水を加えて 50 mL とし、室温で 30 分間放置する。この液につき、薄層板からかき取った量とほぼ同量のシリカゲルを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験を行い、波長 420nm における吸光度  $A_T$  を測定する。別にリン酸二水素カリウム標準品を 110℃で 3 時間乾燥し、その約 0.18g を精密に量

り、水に溶かし、正確に 1000mL とする。この液 5mL を 50mL のメスフラスコに正確に量り、水 30mL 及び薄めた硫酸 (1→2) 2mL を加えて振り混ぜ、更にバナジン (V) 酸アンモニウム試液 5mL 及びモリブデン酸アンモニウム試液 2.5mL を順次振り混ぜながら加え、水を加えて 50mL とする。この液につき、水 5mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、波長 420nm における吸光度  $A_S$  を測定する。

フェンチオン( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ )の量 (mg)

$$= \text{リン酸二水素カリウム標準品の量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{4} \times 2.045$$

フタル酸ジアリル  $C_6H_4(COOCH_2CH:CH_2)_2$  無色澄明の液である。

比重 <2.56>  $d_{20}^{20}$ : 約 1.12

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル  $C_6H_4[COOCH_2CH(C_2H_5)(CH_2)_3CH_3]_2$  無色～微黄色澄明の液である。

比重 <2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.982～0.992

フタル酸ジ-n-オクチル  $C_6H_4[COOCH_2(CH_2)_6CH_3]_2$  無色～微黄色澄明の液である。

比重 <2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.976～0.986

フタル酸ジブチル  $C_6H_4(COOC_4H_9)_2$  無色澄明の液である。

沸点 <2.57> 約 340°C

フタル酸ジプロピル  $C_6H_4(COOC_3H_7)_2$  無色～微黄色の澄明の液である。

密度 <2.56> (25°C): 1.071g/mL

フタル酸ベンジルブチル  $C_6H_4(COOCH_2C_6H_5)COO(CH_2)_3CH_3$  無色澄明の液である。

比重 <2.56>  $d_{20}^{20}$ : 1.114～1.124

フタルスリン標準品  $C_{19}H_{25}NO_4$  「フタルスリン」50g にメタノール 350mL を加え、約 40°C に加温して溶かす。この液を 0～5°C に冷却し、30 分間以上静置する。析出した結晶をガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し、あらかじめ冷却したメタノール 50mL で洗う。同様の操作により再結晶を更に 3 回繰り返す。必要があればこの再結晶の操作を繰り返した後、得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.3g を精密に量り、エチレンジアミン 10mL を正確に加え、密栓して 25±2°C で 2 時間放置する。これにピリジン 50mL を加えてよく振り混ぜた後、0.1mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定 <2.50> する (指示薬: チモールフタレイン試液 0.5mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 1mL

$$= 33.141\text{mg } C_{19}H_{25}NO_4$$

ブチロフェノン  $C_6H_5CO(CH_2)_2CH_3$  無色澄明の液である。

比重 <2.56>  $d_4^{20}$ : 約 0.99

フラメトリン標準品  $C_{18}H_{22}O_3$  滴加漏斗及び塩化カルシウム管(乾燥用)をつけた4つ口フラスコに5-プロパルギルフルフリルアルコール 13.6g, トルエン 30mL及び無水ピリジン 12mLを入れ, フラスコ内の液温  $30^{\circ}C$ 以下で(1*R*,3*S*:1*S*,3*R*)-2,2-ジメチル-3-(2-メチルプロプ-1-エニル)シクロプロパンカルボニルクロリド 19.6gを1時間かけて滴下し,  $25\sim 30^{\circ}C$ で5時間かき混ぜる。薄めた塩酸(177→500) 30mLを加え, 分液漏斗に移し, 振り混ぜた後, 水層を除く。トルエン層を塩化ナトリウム飽和溶液 20mLで洗った後, トルエンを減圧で留去する。残留物を40Paで減圧蒸留し, 沸点  $130\sim 135^{\circ}C$ の留分をとる。これを2倍量の石油エーテルに溶かし,  $0\sim 5^{\circ}C$ で放置後, 析出した結晶をろ取する。同様の操作により再結晶を4回繰り返した後, 得られた結晶をデシケーター(減圧, シリカゲル)で乾燥する。白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル法<2.25>の液膜法により試験を行うとき, 波数  $3300cm^{-1}$ ,  $1726cm^{-1}$ ,  $1560cm^{-1}$ 及び  $1156cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.3gを精密に量り, エチレンジアミン 10mLを正確に加え, 密栓して  $70\pm 2^{\circ}C$ で3時間放置する。これにピリジン 50 mLを加えてよく振り混ぜた後, 0.1mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で滴定<2.50>する(指示薬: チモールフタレイン試液 0.5mL)。ただし, 滴定の終点は液の黄色が緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 1mL  
=28.637mg  $C_{18}H_{22}O_3$

フルオランテン  $C_{16}H_{10}$  淡黄色の結晶である。

融点<2.60>  $108\sim 112^{\circ}C$

5-プロパルギルフルフリルアルコール  $C_8H_8O_2$  無色～黄色澄明の液である。

類縁物質 本品 0.10gをアセトン 20mLに溶かし, 試料溶液とする。この液 1 $\mu$ Lにつき, 次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により5-プロパルギルフルフリルアルコール以外のピークの合計量を求めるとき, 5.0%以下である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを  $180\sim 250\mu m$  のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度:  $170^{\circ}C$ 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 5-プロパルギルフルフリルアルコールの保持時間が約 15分になるよう

に調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から 5-プロパルギルフルフリルアルコールの保持時間の約 2 倍の範囲

検出感度：試料溶液 1mL にアセトンを加えて 200mL とした液 1 $\mu$ L から得た 5-プロパルギルフルフリルアルコールのピーク高さが 4~8mm になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 2mL にケイ皮酸エチルのアセトン溶液 (1 $\rightarrow$ 250) 2mL を加える。この液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ケイ皮酸エチル、5-プロパルギルフルフリルアルコールの順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。ただし、検出感度はケイ皮酸エチルのピーク高さが 4~8cm になるように調整する。

#### プロペタンホス標準品

精製法 「プロペタンホス」 50g をとり、同容量のヘキサンと混和し、 $-70^{\circ}\text{C}$  で約 30 分間静置し、手早く上澄液を捨てる。室温で放置し、結晶が溶けた後、同容量のヘキサンを加え、同様の操作を 4 回繰り返す。次に溶媒を完全に留去する。残留物 10g を 63~212 $\mu\text{m}$  のクロマトグラフィー用シリカゲルを上端から 100mm ところまで充填した内径 80mm、長さ 500mm のクロマト管に静かに入れ、窒素ガス加圧下にヘキサン/酢酸エチル/ジクロロメタン混液 (8 : 1 : 1) で溶出する。溶出開始後溶媒 200mL を流出させ、その 50mL ずつを分取し、「プロペタンホス」の純度試験 (4) を準用して試験を行い、不純物を含まない分画を集め、減圧下で溶媒を留去する。

性状 本品は無色澄明なわずかに粘性のある液である。

類縁物質 本品 0.2 $\mu$ L につき、「プロペタンホス」の純度試験 (4) を準用し、試験を行うとき、プロペタンホス以外の物質の合計量は 1% 以下である。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 60mg を精密に量り、窒素定量法 <1.08> により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 2.8131mg  $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{NO}_4\text{PS}$

#### プロボクスル標準品

精製法 「プロボクスル」 50g をクロロホルム 100mL に溶かし、活性炭 2g を加えて 10 分間以上放置後、ろ過する。ろ液を  $40^{\circ}\text{C}$  に加温しながらヘキサンを少量ずつ加え、結晶が析出しはじめたら徐々に冷却する。次に結晶を集め、ヘプタン/クロロホルム混液 (4 : 1) を加え、 $40^{\circ}\text{C}$  に加温して溶かした後、徐々に冷却し、析出した結晶をろ過する。結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。

融点 <2.60>  $91.0\sim 91.5^{\circ}\text{C}$

類縁物質 「プロボクスル」の純度試験 (3) を準用して試験を行うとき、プロボクスル以外のピークの合計面積は 0.5% 以下である。

乾燥減量 0.1% 以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

含量 99.0% 以上。

定量法 本品約 50mg を精密に量り、窒素定量法<1.08>により試験を行う。

0.01mol/L 硫酸 1mL=2.0924mg  $C_{11}H_{15}NO_3$

*m*-プロモクロロベンゼン:  $C_6H_4BrCl$ , 無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ : 約 1.63

沸点<2.57> 約 196°C

フロログルシノール・塩酸試液 フロログルシノール二水和物のエタノール (99.5)

溶液 (1→10) 1mL に塩酸 9mL を加える。用時調製する。

噴霧用塩化パラジウム (II) 試液 塩化パラジウム (II) 試液, 噴霧用を見よ。

ヘキサメチルジシラザン  $(CH_3)_3SiNHSi(CH_3)_3$ , 無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ : 約 0.77

沸点<2.57> 約 125°C

ペルメトリン標準品  $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$  「ペルメトリン」70g にヘキサン 200mL を加え、40°C に加温して溶かし、あらかじめクロマトグラフィー用中性アルミナを充填したガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する。ろ液を氷冷しながら激しくかき混ぜ、結晶が析出し始めてから更に 1 時間激しくかき混ぜる。得られた結晶をガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し、氷冷したヘキサン 30mL で洗う。同様の操作により再結晶し、得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 10mg を精密に量り、水 15mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 <1.06> の塩素又は臭素の定量法により試験を行う。ただし、滴定には 0.01mol/L 硝酸銀液を用いる。

0.01mol/L 硝酸銀液 1mL=1.9565mg  $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$

4-ベンジルピフェニル  $C_6H_5CH_2C_6H_4C_6H_5$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点<2.60> 84~88°C

ベンジルフェニルエーテル  $C_6H_5CH_2OC_6H_5$  白色の結晶性の固体である。

融点<2.60> 約 39°C

ポリエチレングリコール (20M), ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ポリエチレングリコールフタル酸エステル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

無水硫酸マグネシウム 硫酸マグネシウム, 無水を見よ。

3-メチル-4-ニトロフェノール  $CH_3C_6H_3(NO_2)OH$  淡黄色~淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点<2.60> 127~131°C

メチルエロー・メチレンブルー試液 メチルエロー 1g 及びメチレンブルー 0.1g をメタノール 125mL に溶かす。

(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノール

$C_9H_{10}O_2$  黄色～黄褐色の粘性の液である。

**類縁物質** 本品のクロロホルム溶液 (1→200) を試料溶液とする。この液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノール以外のピークの合計量を求めるとき、5.0%以下である。

**操作条件**

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm, 長さ 1m のガラス管に、ガスクロマトグラフィー用ビス [m-(m-フェノキシフェノキシ)フェニル]エーテルを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノールの保持時間の約 2 倍の範囲

検出感度：本品のクロロホルム溶液 (1→40000) 1 $\mu$ L から得た主ピーク高さが 5~10mm になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1mL にフタル酸ジプロピルのクロロホルム溶液 (1→200) 1mL を加え、この液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノール、フタル酸ジプロピルの順に流出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。ただし、検出感度は、(RS)-2-メチル-4-オキソ-3-(2-プロピニル)-2-シクロペンテノールのピーク高さが 5~10mm になるように調整する。

**モルホリン**  $C_4H_9NO$  無色の液である。水又はエタノール (99.5) と混和する。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.998~1.008

**モルホリン試液** モルホリン 0.90g にトルエン・メタノール混液 (1:1) を加えて 100mL とする。

**硫酸マグネシウム, 無水**  $MgSO_4$  白色の粉末である。

**リン酸ジ-n-ブチルホスファイト**  $[CH_3(CH_2)_3O]_2P(O)H$  無色澄明な液である。

比重<2.56>  $d_4^{20}$ : 約 0.99

**リン酸トリス(2-n-ブトキシエチル)**  $(C_4H_9OC_2H_4O)_3PO$  無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ : 約 1.020

**リン酸トリフェニル**  $(C_6H_5O)_3PO$  白色の結晶又は小塊である。

融点<2.60> 48~52 $^{\circ}$ C

**リン酸トリー-n-ブチル**  $[CH_3(CH_2)_3O]_3PO$  無色澄明の液である。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.979

リン酸二水素カリウム標準品  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  [K 9007, pH 標準液用]

レスメトリン標準品  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_3$  「d-T80-レスメトリン」25g をヘキサン 50mL に溶かし、ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する。ろ液を氷冷しながら 1 時間かき混ぜた後、 $-15^\circ\text{C}$  で一晩放置する。析出した結晶をあらかじめ $-15^\circ\text{C}$  に冷却したガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し、あらかじめ $-15^\circ\text{C}$  に冷却したヘキサン 10mL ずつで、3 回洗う。得られた結晶に 2.4 倍の質量のメタノールを加え、 $40^\circ\text{C}$  に加温して溶かし、室温で 1 時間かき混ぜる。 $5^\circ\text{C}$  で一晩放置後、析出した結晶をガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し、メタノール少量で洗う。得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で乾燥する。白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 99.0%以上。

定量法 本品約 0.3g を精密に量り、ナス型フラスコに入れ、エタノール (99.5) 60mL に溶かし、2mol/L 水酸化カリウム試液 60mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 2 時間加熱した後、2mol/L 塩酸試液を加えて pH を 3~4 に調整する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 30mL を加え、ジクロロメタン 60mL ずつで 3 回抽出する。全ジクロロメタン抽出液を合わせ、水 120mL ずつで 2 回洗った後、ジクロロメタンを減圧で留去する。残留物をエタノール (99.5) 40mL に溶かし、三角フラスコに移し、更にナス型フラスコの内壁をエタノール (99.5) 10mL で洗い、洗液を三角フラスコに合わせ、0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定 $\langle 2.50 \rangle$ する (指示薬: クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2~3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色になるときとする。別にエタノール (99.5) 50mL につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1mL = 33.844mg  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_3$

## 6. 容量分析用標準液

0.1mol/L 塩酸・メタノール液 1000mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 3.6461g を含む。

調製 塩酸 9.0mL にメタノールを加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

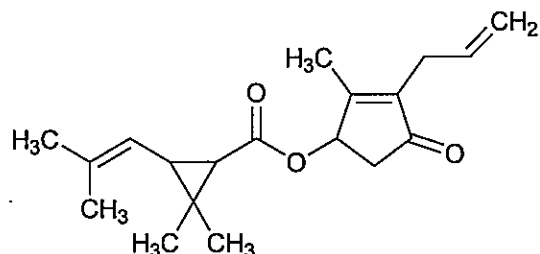
標定 1mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.15g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、滴定する。

0.1mol/L 塩酸・メタノール液 1mL = 5.299mg  $\text{Na}_2\text{CO}_3$



# アレスリン

## Allethrin



C<sub>19</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>: 302.41

(1*RS*)-3-Allyl-2-methyl-4-oxocyclopent-2-en-1-yl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-  
2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate  
[584-79-2]

本品は定量するとき、アレスリン (C<sub>19</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>) 87.0%以上を含む。

**性状** 本品は微黄色～黄褐色澄明の油状の液である。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は冷時一部固化することがある。

本品のクロロホルム溶液 (1→50) は旋光性がない。

### 確認試験

- (1) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて、pH2～4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。
- (2) 本品 50mg をエタノール (99.5) 5mL に溶かし、フロログルシノール・塩酸試液 5 滴を加えるとき、液は淡赤色を呈する。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波長 1716cm<sup>-1</sup>, 1658cm<sup>-1</sup>, 1154cm<sup>-1</sup> 及び 993cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

### 純度試験

- (1) 酸 本品 1.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2～3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 2.5mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 菊酸無水物 本品約 2g を精密に量り、モルホリンのメタノール溶液 (87→10000) 25mL を正確に加えて溶かし、5 分間放置した後、0.1mol/L 塩酸・メタノール液で

滴定<2.50>する(指示薬:メチルエロー・メチレンブルー試液3~4滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

菊酸無水物( $C_{20}H_{30}O_3$ :318.45)の量は3.0%以下である。

0.1mol/L塩酸・メタノール液1mL=31.845mg  $C_{20}H_{30}O_3$

(4)トルエン 本品0.50gをとり、内標準溶液2mLを正確に加えて溶かし、更にエタノール(99.5)を加えて10mLとし、試料溶液とする。別にトルエン0.50gをとり、エタノール(99.5)を加え、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更にエタノール(99.5)を加えて10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するトルエンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求めるとき、 $Q_T$ は $Q_S$ より大きくない。

内標準溶液 クロロベンゼンのエタノール(99.5)溶液(7→1000)

操作条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径3mm、長さ1mのガラス管に150~180 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.3~0.4 $\mu$ m、表面積50m<sup>2</sup>/g以下)を充填する。

カラム温度:170°C付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量:トルエンの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定:標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トルエン、内標準物質の順に流出し、その分離度が1.7以上のものを用いる。

(5)類縁物質 本品0.10gをアセトン30mLに溶かし、試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3 $\mu$ Lずつを正確にとり、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、検出感度は標準溶液3 $\mu$ Lから得たアレスリンのピーク高さが5~10cmになるよう調整し、面積測定範囲はアレスリンの保持時間の約0.1~3倍の範囲とする。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアレスリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアレスリンのピーク面積より大きくない。

異性体比 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。保持時間40分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 $A_a$ 及び保持時間の大きい方のピーク面積 $A_b$ を測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は0.75~0.85である。

操作条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：155 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アレスリンの 2 つのピークのうち後に流出するピークの保持時間が約 40 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，アレスリンの 2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

**定量法** 本品及びアレスリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアレスリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{アレスリン (C}_{19}\text{H}_{26}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：アレスリン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-2-エチルヘキシルのアセトン溶液 (1 $\rightarrow$ 100)

**操作条件**

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アレスリンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，アレスリン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

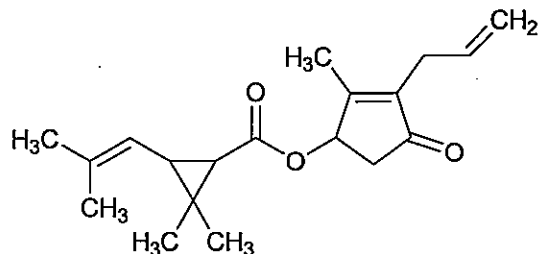
**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## *dl*·*d*-T80-アレスリン

### *dl*·*d*-T80-Allethrin



$C_{19}H_{26}O_3$ : 302.41

(1*RS*)-3-Allyl-2-methyl-4-oxocyclopent-2-en-1-yl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-  
2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate  
[584-79-2]

本品は定量するとき、*dl*·*d*-T80-アレスリン ( $C_{19}H_{26}O_3$ ) 90.0%以上を含む。

性状 本品は微黄色～黄褐色澄明な油状の液である。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

旋光度  $<2.49>$   $[\alpha]_D^{20}$ :  $-1.0 \sim +5.0^\circ$  (0.4g, クロロホルム, 20mL, 100mm)

確認試験 「アレスリン」の確認試験を準用する。

#### 純度試験

- (1) 酸 本品 2.0g をとり、エタノール (99.5) 50mL に溶かし、以下「アレスリン」の純度試験 (1) を準用する。
- (2) 重金属  $<1.07>$  菊酸無水物、トルエン、及び類縁物質 「アレスリン」の純度試験 (2), (3), (4) 及び (5) を準用する。

#### 異性体比

- (1) 幾何異性体比 「アレスリン」の異性体比を準用する。
- (2) 光学異性体比 本品 25mg を移動相 100mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 3 $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー  $<2.01>$  により試験を行う。保持時間 50～80 分に溶出するピークのうち最も大きいピークの面積  $A_a$  並びにそのピークに対する保持時間比が約 1.06, 1.10 及び 1.15 のピークの面積  $A_b$ ,  $A_c$  及び  $A_d$  を測定するとき、 $(A_a + A_c) / (A_a + A_b + A_c + A_d)$  は 0.95 以上である。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用 (*R*)-*N*-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン- $\alpha$ -アミノプロピルシリル化シリカゲル (イオン結合型) を充填したものを 2 本直列に接続する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン／エタノール（99.5）混液（9：1）5mL にヘキサンを加えて500mL とする。

流量：試料溶液のピークのうち最も大きいピークの保持時間が60～70分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、保持時間50～80分に溶出するピークのうち最も大きいピークとそのピークに対する保持時間比が約1.10のピークの分離度が3以上のものを用いる。

**定量法** 「アレスリン」の定量法を準用する。

$$dl \cdot d - T80 - \text{アレスリン} (C_{19}H_{26}O_3) \text{の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：アレスリン標準品の秤取量 (mg)

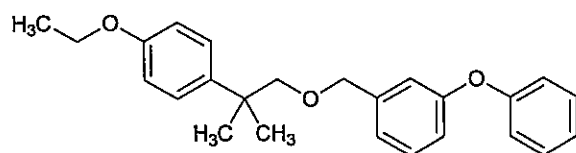
**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## エトフェンプロックス

### Etofenprox



$C_{25}H_{28}O_3$  : 376.49

1-[[2-(4-Ethoxyphenyl)-2-methylpropoxy]methyl]-3-phenoxybenzene  
[80844-07-1]

本品は定量するときエトフェンプロックス ( $C_{25}H_{28}O_3$ ) 98.0~100.0%を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶若しくは結晶性の粉末又は微黄色の粘稠な液である。

本品は、シクロヘキサン又はヘキサンに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、水にはほとんど溶けない。

#### 確認試験

- (1) 本品の吸収スペクトル用ヘキサン溶液 (1→12500) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272~276nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとエトフェンプロックス標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点<2.60> 34.0~38.0°C

#### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 2.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (10ppm 以下)。
- (2) ヒ素<1.11> 本品 1.0g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.1g を量り、シクロヘキサン 10mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 3 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、エトフェンプロックス以外のピークの合計量は 0.5%以下である。

#### 試験条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：エトフェンプロックスの保持時間の約 2 倍の範囲  
システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する。  
検出の確認：エトフェンプロックス標準品のシクロヘキサン溶液（1→40000）  
をシステム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1mL を正確  
に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 5mL とする。この液 3 $\mu$ L から得たエ  
トフェンプロックスのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のエトフェン  
プロックスのピーク面積の 14～26% になることを確認する。

乾燥減量<2.41> 1.0%以下 (1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

強熱残分<2.44> 0.10%以下 (1g)。

定量法 本品及びエトフェンプロックス標準品約 0.1g ずつを精密に量り、それぞれ  
に内標準溶液 5mL を正確に加えて溶かし、シクロヘキサンを加えて 10mL とし、  
試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L につき、次の試験条件  
でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
対するエトフェンプロックスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{エトフェンプロックス (C}_{25}\text{H}_{28}\text{O}_3\text{) の量 (g)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : エトフェンプロックス標準品の秤取量 (g)

内標準溶液 フタル酸ジシクロヘキシルのシクロヘキサン溶液 (1→50)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2mm, 長さ 1.1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25%  
フェニル-25%シアノプロピル-メチルシリコーンポリマーをガスクロマト  
グラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：250℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する。

面積測定範囲：エトフェンプロックスの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物  
質、エトフェンプロックスの順に流出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 3 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すと  
き、内標準物質のピーク面積に対するエトフェンプロックスのピーク面積の比  
の相対標準偏差は 1.0%以下である。

貯法

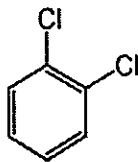
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

# オルトジクロロベンゼン

*o*-Dichlorobenzene

1,2-ジクロロベンゼン



$C_6H_4Cl_2$  : 147.00

1,2-Dichlorobenzene

[95-50-1]

本品は定量するとき、オルトジクロロベンゼン ( $C_6H_4Cl_2$ ) 99.0~101.0%を含む。

性状 本品は無色~淡黄色澄明の液である。

本品はアセトンと混和する。本品は水にほとんど溶けない。

## 確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数 $1577cm^{-1}$ 、 $1460cm^{-1}$ 、 $1438cm^{-1}$ 、 $1257cm^{-1}$ 、 $1131cm^{-1}$ 、 $1038cm^{-1}$ 、 $943cm^{-1}$ 及び $752cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

(2) 本品につき、炎色反応試験 (2ハロゲン化合物の炎色反応) <1.04>を行うとき、緑色を呈する。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$  : 1.300~1.330.

## 純度試験

酸 本品20mLをとり、水10mLを加えてよく振り混ぜる。これにコンゴレッド試液1滴を加えて軽く振り混ぜるとき、液は青色を呈しない。

定量法 本品及びオルトジクロロベンゼン標準品約1gを精密に量り、それぞれに内標準溶液5mLを加え、更にアセトンを加えて10mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質の面積に対するオルトジクロロベンゼンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

$$\text{オルトジクロロベンゼン (C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2\text{) の量 (g)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : オルトジクロロベンゼン標準品の秤取量 (g)

内標準溶液 *m*-ブロモクロロベンゼンのアセトン溶液 (1→50)

## 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径3mm、長さ3mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールフタル酸エステルを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充填する。



カラム温度：115°C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：オルトジクロロベンゼンの保持時間が約11分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オルトジクロロベンゼン、内標準物質の順に流出し、その分離度が3以上のものを用いる。

システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するオルトジクロロベンゼンのピーク面積比の相対標準偏差は1.0%以下である。

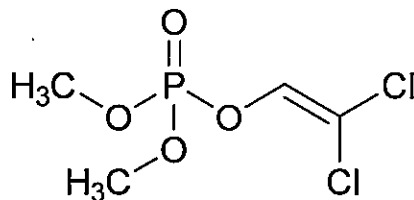
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ジクロロボス

### Dichlorvos



$C_4H_7Cl_2O_4P$  : 220.98

2,2-Dichlorovinyl dimethylphosphate

[62-73-7]

本品は定量するとき、ジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$ ) 98.0~101.0%を含む。

**性状** 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

本品はエタノール (99.5) 及びアセトンと混和する。

本品は水に溶けにくい。

**確認試験** 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の ATR 法により試験を行うとき、波数  $1279cm^{-1}$ 、 $1144cm^{-1}$ 、 $1029cm^{-1}$ 、 $974cm^{-1}$  及び  $844cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

(1) 酸 本品 0.30g をエタノール (99.5) 10mL に溶かし、水 5mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加えて穏やかに振り混ぜるとき、液は赤色を呈しない。

(2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。

(3) ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (10ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.5g をアセトン 25mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L ずつを正確にとり、定量法の試験条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のジクロロボス以外のピークの合計面積は、標準溶液のジクロロボスのピーク面積より大きくない。

検出感度：標準溶液 2 $\mu$ L から得たジクロロボスのピークの高さが約 4cm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロロボスの保持時間の約 3 倍の範囲とする。

**定量法** 本品及びジクロロボス標準品約 0.2g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 25mL とし、試料溶液及び標準溶

液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジクロルボスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジクロルボス (C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P) の量 (g)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : ジクロルボス標準品の秤取量 (g)

内標準溶液 1-クロロナフタレンのアセトン溶液 (3 $\rightarrow$ 200)

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3.2mm, 長さ 2.1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25% フェニルメチルシリコーンポリマーを酸処理及びシラン処理した 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 180 $^{\circ}$ C付近の一定温度。

キャリアーガス : 窒素

流量 : ジクロルボスの保持時間が約 6分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 2 $\mu$ L につき上記の条件で操作するとき、ジクロルボス、内標準物質の順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

システムの再現性 : 標準溶液 2 $\mu$ L につき上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するジクロルボスのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0%以下である。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ジクロロボス樹脂蒸散剤

### Dichlorvos Resin Strip

本品は定量するとき，表示量の 90.0～110.0% に対応するジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$  : 220.98) を含む。

**製法** 本品は「ジクロロボス」をとり，樹脂蒸散剤の製法により製する。

**性状** 本品は板状の樹脂蒸散剤である。

**確認試験** 定量法を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は，ジクロロボスの保持時間に一致する。

**製剤均一性** 樹脂蒸散剤の質量偏差試験を行うとき，適合する。

**定量法** 本品 1 個をとり，その質量を精密に量り，細片とする。ジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$ ) 約 0.2g に対応する量を精密に量り，内標準溶液 2mL を正確に加える。更にアセトン約 38mL を加え，振り混ぜた後，2 時間以上放置し，上澄液を試料溶液とする。別にジクロロボス標準品約 0.2g を精密に量り，内標準溶液 2mL を正確に加える。更にアセトン約 38mL を加え，よく振り混ぜ，標準溶液とする。この試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー <2.02> により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロロボスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジクロロボス (C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P) の量 (g)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : ジクロロボス標準品の秤取量 (g)

内標準溶液 ジフェニルのアセトン溶液 (1→50)

試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3mm，長さ 2m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 35% フェニルメチルシリコーンポリマーを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : ジクロロボスの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 3 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ジクロロボス，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 3 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジクロロボスのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。  
容器 気密容器。

## ジクロロボス乳剤

### Dichlorvos Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$ : 220.98) を含む。

**製法** 本品は「ジクロロボス」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色～淡黄褐色澄明なやや粘性のある液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「ジクロロボス」10mg に対応する量を取り、ヘキサンを加えて 10mL とし、試料溶液とする。別に「ジクロロボス」10mg をヘキサン 10mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジエチルエーテル/エタノール(99.5)混液 (10:4:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧した後、水酸化カリウム・エタノール試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 3.0～7.0 である。

**水分<2.48>** 0.5%以下 (2.0 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

**定量法** 本品のジクロロボス約 8mg に対応する量を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加えた後、ヘキサンを加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にジクロロボス標準品約 16mg を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加えた後、ヘキサンを正確に加えて 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジクロロボスのピーク面積比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジクロロボス (C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P) の量(mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$ : ジクロロボス標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリ-*n*-ブチルのヘキサン溶液 (1→5000)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム: 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25% シアノエチル-メチルシリコンポリマーを酸処理した 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 160°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき上記の条件で操作するとき、ジクロロボス、  
内標準物質の順に流出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

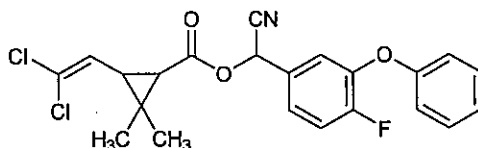
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

# シフルトリン

## Cyfluthrin



$C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$  : 434.29

(1*RS*)-Cyano(4-fluoro-3-phenoxyphenyl)methyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-

3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropane-1-carboxylate

[68359-37-5]

本品は定量するとき、シフルトリン ( $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$ ) 92.0~101.0%を含み、そのうち 1,2-シス体の割合は 40.0~48.0%, 1,2-トランス体の割合は 53.0~61.0%である。

**性状** 本品は室温で淡黄色~黄赤色澄明の粘性のある液で、一部又は全体が結晶化することがある。本品の結晶化したものは、水浴上で加温するとき 70~85°Cで溶ける。

本品はアセトンに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) 及びヘプタンにやや溶けやすい。

本品のエタノール (95) 溶液 (1→50) は旋光性がない。

### 確認試験

- (1) 本品 20mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムエタノール (99.5) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、50°Cで5分間加温する。冷後、希塩酸を加えて pH2~4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2~3 滴を加えるとき、液は暗い紫色を呈する。
- (2) 本品 20mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、硫酸鉄 (II) 試液 2~3 滴、希塩化鉄 (III) 試液 2~3 滴及び水酸化ナトリウム試液 1mL を加えて3分間振り混ぜる。この液に希硫酸を加えて、液を pH3 にするとき、青色の沈殿を生じる。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数  $1744cm^{-1}$ ,  $1590cm^{-1}$ ,  $1511cm^{-1}$ ,  $1488cm^{-1}$  及び  $1212cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品約 0.5g を精密に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。この液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、シフルトリン以外の物質の量は、



8.0%以下である。

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2mm，長さ 1m のガラス管に 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2.5%の割合でガスクロマトグラフィー用 5%フェニルメチルシリコーンポリマーを被覆したものを充填する。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度で注入し，280 $^{\circ}$ Cになるまで1分間に10 $^{\circ}$ Cの割合で昇温する。

キャリアーガス：ヘリウム

流量：シフルトリンの保持時間が約 25 分になるように調整する。

面積測定範囲：試料注入 1 分後から，シフルトリンの保持時間の約 10 分後の範囲

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 1 $\mu$ L から得たシフルトリンのピーク高さが試料溶液のシフルトリンのピーク高さの 0.5~1.5%になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，シフルトリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 5000 段以上，0.7~1.3 である。

システムの再現性：試料溶液 1mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シフルトリンのピーク高さの相対標準偏差は 5%以下である。

水分<2.48> 0.20%以下 (1.0g，容量滴定法，直接滴定)

強熱残分<2.44> 0.2%以下 (1.0g)

異性体の割合 定量法と同様に操作を行い，次式より，1,2-シス体 (異性体 I + 異性体 II) の割合及び 1,2-トランス体 (異性体 III + 異性体 IV) の割合を求める。

1,2-シス体の割合 (%)

$$= \frac{1,2\text{-シス体の量 (g)}}{1,2\text{-シス体の量 (g)} + 1,2\text{-トランス体の量 (g)}} \times 100$$

1,2-トランス体の割合 (%)

$$= \frac{1,2\text{-トランス体の量 (g)}}{1,2\text{-シス体の量 (g)} + 1,2\text{-トランス体の量 (g)}} \times 100$$

定量法 本品及びシフルトリン標準品 0.1g を精密に量り，それぞれ *tert*-ブチルメチルエーテル 15mL を加えて溶かした後，ヘプタン 30mL を加え，5 分間加温した後，室温まで冷却し，ヘプタンを加えて正確に 50mL とし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。それぞれの液の(1RS,2RS)-2-(2,2-ジクロロビニル)3,3-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(RS)- $\alpha$ -シアノ-4-フルオロ-3

ーフェノキシベンジルエステル [異性体 I, 1,2-シス体], (1RS,2RS)-2-(2,2-ジクロロビニル)-3,3-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(SR)- $\alpha$ -シアノ-4-フルオロ-3-フェノキシベンジルエステル [異性体 II, 1,2-シス体], (1RS,2SR)-2-(2,2-ジクロロビニル)-3,3-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(RS)- $\alpha$ -シアノ-4-フルオロ-3-フェノキシベンジルエステル [異性体 III, 1,2-トランス体], (1RS,2SR)-2-(2,2-ジクロロビニル)-3,3-ジメチルシクロプロパンカルボン酸(SR)- $\alpha$ -シアノ-4-フルオロ-3-フェノキシベンジルエステル [異性体 IV, 1,2-トランス体] のピーク面積を求める。次式より、シフルトリン含量 (%) を求める。

$$1,2\text{-シス体の量 (g)} = \left[ \frac{A_{TI} \times M_S \times PI}{A_{SI}} - \frac{A_{TII} \times M_S \times PII}{A_{SII}} \right] \times \frac{1}{100}$$

$$1,2\text{-トランス体の量 (g)} = \left[ \frac{A_{TIII} \times M_S \times PIII}{A_{SIII}} - \frac{A_{TIV} \times M_S \times PIV}{A_{SIV}} \right] \times \frac{1}{100}$$

シフルトリン含量 (%)

$$= (1,2\text{-シス体の量 (g)} + 1,2\text{-トランス体の量 (g)}) \times \frac{1}{M_T} \times 100$$

$M_S$ : シフルトリン標準品の秤取量 (g)

$M_T$ : 試料の秤取量 (g)

$PI, PII, PIII, PIV$ : シフルトリン標準品中の異性体 I, II, III, IV の含量 (%)

$A_{SI}, A_{SII}, A_{SIII}, A_{SIV}$ : 標準溶液の異性体 I, II, III, IV のピーク面積

$A_{TI}, A_{TII}, A_{TIII}, A_{TIV}$ : 試料溶液の異性体 I, II, III, IV のピーク面積

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 235nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィ用シリカゲルを充填する。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: ヘプタン/*tert*-ブチルメチルエーテル混液 (19:1)

流量: 異性体 I の保持時間が約 9 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能: 標準溶液 5 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 異性体 I, II, III, IV の順に溶出し, 異性体 I と II の分離度が 1.5 以上かつ異性体 III と IV の分離度が 1.2 以上のものを用いる。

システムの再現性: 上記の条件で標準溶液につき, 試験を 6 回繰り返すとき, 異性体 I のピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

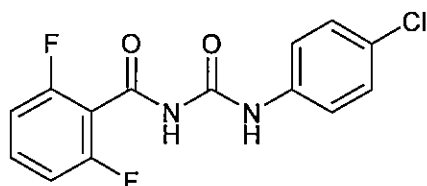
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ジフルベンズロン

### Diflubenzuron



$C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$  : 310.68

1-(4-Chlorophenyl)-3-(2,6-difluorobenzoyl)urea

[35367-38-5]

本品は定量するとき、ジフルベンズロン ( $C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$ ) 95.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は白色~微帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール、アセトンに溶けにくく、エタノール (99.5) にきわめて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点<2.60> 約 226°C (分解)。

#### 確認試験

- (1) 本品 10mg に水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 5mL を加え、5 分間煮沸する。冷後、希塩酸を加えて酸性とした液は、芳香族第一アミンの定性反応<1.09>を呈する。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1→100000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255~259nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3320 $cm^{-1}$ 、1700 $cm^{-1}$ 、1590 $cm^{-1}$ 、1545 $cm^{-1}$ 、1401 $cm^{-1}$ 、1221 $cm^{-1}$ 、1012 $cm^{-1}$ 、825 $cm^{-1}$  及び 800 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 1.0g を白金るつばにとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.1g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。風乾後、アセトン/ジエチルアミン/メタノール混液 (19:2:1) を展開溶媒として約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分<2.48> 0.2%以下 (5g, 容量滴定法, 直接滴定).

強熱残分<2.44> 0.2%以下 (1g, 白金ろつば).

**定量法** 本品及びジフルベンズロン標準品約 0.2g ずつを精密に量り, それぞれをアセトンに溶かし, 正確に 100mL とする. この液 4mL ずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えた後, メタノールを加えて 100mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するジフルベンズロンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める.

$$\text{ジフルベンズロン (C}_{14}\text{H}_9\text{ClF}_2\text{N}_2\text{O}_2\text{) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : ジフルベンズロン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジエチルのメタノール溶液 (1 $\rightarrow$ 200)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (3:2)

流量: ジフルベンズロンの保持時間が約 8 分になるよう調整する.

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 20 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, ジフルベンズロンの順に溶出し, その分離度が 5 以上のものを用いる.

システムの再現性: 標準溶液 20 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するジフルベンズロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

## ジョチュウギクエキス

### Pyrethrum Extract

本品はシロバナムシヨケギク *Chrysanthemum cinerariaefolium* Boccone(Compositae)の乾花を有機溶剤にて浸出した液を濃縮して製したエキスで、定量するとき表示量の90.0～110.0%に対応する総ピレトリン〔ピレトリンⅠ( $C_{21}H_{28}O_3$ )及びピレトリンⅡ( $C_{22}H_{28}O_5$ )として]を含む。

性状 本品は黄色～緑黄褐色の油状の液で、一部結晶化することがある。

結晶化したものは50～60℃で融解する。

本品はエタノール(99.5)、アセトン、ジエチルエーテル、トルエン及びクロシンと混和する。

本品は水にほとんど混和しない。

#### 確認試験

(1) 本品の総ピレトリンとして50mgに対応する量をクロシン100mLに溶かした液2mLに、リン酸/酢酸エチル混液(4:1)5mLを加え、1分間振り混ぜた後、3分間水浴中で加温するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の総ピレトリンとして20mgに対応する量及び「アレスリン」10mgをアセトン20mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行うとき、アレスリンのピークに対する保持時間比が約1.61(シネリンⅠ)、約2.07(ジャスモリンⅠ)、約2.50(ピレトリンⅠ)、約7.07(シネリンⅡ)、約9.17(ジャスモリンⅡ)及び約11.0(ピレトリンⅡ)のピークを認める。

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm、長さ1mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンポリマーを、シラン処理した150～180 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：205℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アレスリンの保持時間が約3分になるように調整する。

カラム選定：試料溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アレスリンのピークとアレスリンに対する保持時間比が約1.61のピークの分離度が3以上のものを用いる。

#### 純度試験

(1) 重金属<1.07> 本品0.20gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(100ppm以下)。

(2) ヒ素<1.11> 本品0.20gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う

(10ppm以下).

**定量法** 本品の一部が結晶化している場合は、融解して均一にした後、試験を行う。ピレトリン I ( $C_{21}H_{28}O_3$ ) の量およびピレトリン II ( $C_{22}H_{28}O_5$ ) の量を合計したものを総ピレトリンの量とする。

(1)ピレトリン I 本品の総ピレトリンとして約 0.1g に対応する量を精密に量り、ジエチルエーテル 75mL を加え、軽く振り混ぜて溶かした後、分液漏斗に移す。容器は少量のジエチルエーテルで洗い、ジエチルエーテル液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 (1→100) 50mL で 2 回、水 50mL で 1 回洗い、洗液をあわせ、塩化ナトリウムを加え塩析した後、ジエチルエーテル 50mL を加え振り混ぜ、ジエチルエーテル液は水 15mL で洗い、全ジエチルエーテル液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを完全に留去する。残留物に 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール (99.5) 試液 15mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 1.5 時間加熱した後、エタノールを完全に留去する。残留物に水 100mL を加え、よく振り混ぜて溶かした後、あらかじめ酸性白土 1g を加えた 250mL のメスフラスコ中に洗い込み、塩化バリウム試液 17mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 250mL とした後ろ過し、ろ液 200mL を水蒸気蒸留フラスコにとり、薄めた硫酸 (1→20) で中和 (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴) した後、更に薄めた硫酸 (1→20) 1mL を加え、激しく水蒸気を通じて留液約 250mL を得るまで蒸留する。留液を分液漏斗にとり、トルエン 50mL を加え、2~3 分激しく振り混ぜ、混濁を生ずるときは少量の塩化ナトリウムを加えた後、軽く振り混ぜ分離する。水層はさらにトルエン 50mL と振り混ぜた後、トルエン液は別々の分液漏斗に移し、それぞれ水 10mL ずつで 2 回洗う。全トルエン液を 1 個の分液漏斗に合わせ、0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 10mL を正確に加え、更に水 5mL を加え、約 2 分間激しく振り混ぜ、しばらく放置した後、過量の水酸化ナトリウムを 0.01mol/L 硫酸で滴定 <2.50> する。トルエン 100mL を水 20mL で 2 回洗った後、0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 10mL を正確に加え、更に水 5mL を加え、同様に操作して空試験とする。(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)

0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 6.569mg  $C_{21}H_{28}O_3$

(2)ピレトリン II (1)の操作で得た水蒸気蒸留の全残留液を冷却後吸引ろ過し、容器及びろ紙を水 10mL ずつで 2 回洗う。洗液はろ液に合わせ、塩化ナトリウムを加えて飽和した後、分液漏斗に移し、ジエチルエーテル 50mL ずつで 3 回抽出し、各ジエチルエーテル液は別々の分液漏斗に移す。それぞれを水 10mL ずつで 3 回洗った後全ジエチルエーテル液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。残留物を 100°C で 10 分間乾燥し、エタノール (99.5) 2mL に溶かした後、水 20mL を加え、沸騰するまで加熱した後、冷却し、必要があればろ過し、0.02mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 <2.50> する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

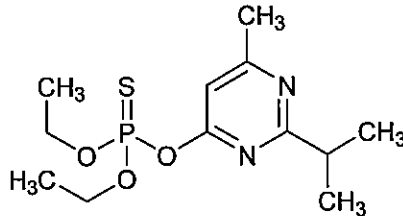
0.02mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 3.7245mg  $C_{22}H_{28}O_5$

**貯法**

保存条件 遮光して保存する。  
容器 気密容器。

# ダイアジノン

## Diazinon



$C_{12}H_{21}N_2O_3PS$  : 304.35

*O,O*-Diethyl *O*-[2-(1-methylethyl)-6-methylpyrimidin-4-yl] phosphorothioate  
[333-41-5]

本品は定量するとき、ダイアジノン ( $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ ) 95.0%以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡褐色澄明の液である。

本品はエタノール (99.5) 又はアセトンと混和する。本品は水にほとんど溶けない。

### 確認試験

- (1) 本品のエタノール溶液 (1→20000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長248～253nmに吸収の極大を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数2975 $cm^{-1}$ 、1585 $cm^{-1}$ 、1350 $cm^{-1}$ 、1020 $cm^{-1}$ 及び830 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

### 純度試験

- (1) 酸 本品3.0 gをエタノール (99.5) 50mLに溶かし、メチルレッド試液2滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液3.0mLを加えるとき、液は赤を呈しない。
- (2) 重金属<1.07> 本品1.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。  
比較液には鉛標準溶液2.0 mLを加える (20ppm以下)。
- (3) ヒ素<1.11> 本品0.20gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う (10ppm以下)。

定量法 本品及びダイアジノン標準品約0.2gを精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、更にアセトンを加えて30mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するダイアジノンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

$$\text{ダイアジノン } (C_{12}H_{21}N_2O_3PS) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : ダイアジノン標準品の秤取量 (mg)



内標準物質 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトン溶液 (1→80)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1.5mの管にガスクロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンポリマーをシラン処理した180～250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ダイアジノンの保持時間が約7分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液3 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ダイアジノン，内標準物質の順に流出し，その分離度が4以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

# ダイアジノン乳剤

## Diazinon Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するダイアジノン ( $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ : 304.35) を含む。

**製法** 本品は「ダイアジノン」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色～淡黄褐色澄明の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「ダイアジノン」20mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 10mL とし、試料溶液とする。別に「ダイアジノン」20mg をアセトン 10mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム／トルエン／酢酸エチル混液（5：4：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 5.0～8.0 である。

**水分<2.48>** 0.5%以下（2g、容量滴定法、直接滴定）。

**定量法** 本品のダイアジノン約 0.2g に対応する量を精密に量り、あらかじめヘキサンに懸濁させたクロマトグラフィー用シリカゲルを 6～7cm の高さに充填した内径 15mm のガラスフィルター（G2）付ガラス製クロマト管に加え、更にヘキサン 100mL を加え、1 分間 4～5mL の速度で流出させる。次にアセトン 100mL 及び 30mL を加えて同様に流出させる。アセトン流出液を合わせ、水浴上でアセトンを留去する。残留物に内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 30mL とし、試料溶液とする。別にダイアジノン標準品約 0.2g を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 30mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するダイアジノンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ダイアジノン (C}_{12}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : ダイアジノン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトン溶液 (1→80)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 1.5m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50% フェニルメチルシリコーンポリマーを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5% の割合で被覆した物を充填する。

カラム温度：200℃付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：ダイアジノンの保持時間が7分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ダイアジノン、内標準物質の順に流出し、その分離度が4以上のものを用いる。

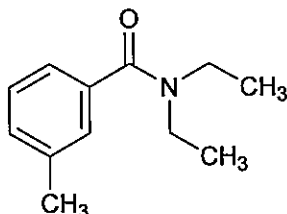
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

# ディート

Deet



$C_{12}H_{17}NO$ :191.27

*N,N*-Diethyl-3-methylbenzamide

[134-62-3]

本品は定量するとき、ディート ( $C_{12}H_{17}NO$ ) 97.0%以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色澄明なやや粘性のある液である。

本品はエタノール (99.5)、アセトンに混和し、水にほとんど溶けない。

比重<2.56>  $d_{20}^{20}$ : 0.995～1.005

確認試験 本品につき赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数 $2970\text{cm}^{-1}$ 、 $1630\text{cm}^{-1}$ 、 $795\text{cm}^{-1}$ 及び $710\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

## 純度試験

- (1) 酸又はアルカリ 本品 4.0g をとり、中和エタノール 10mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液は無色である。この液に 0.01mol/L 水酸化ナトリウム液を 0.5mL 加えるとき、液は赤色を呈する。
- (2) ジエチルアミン 本品 0.10g にエタノール (99.5) 1mL を加え、アセトアルデヒド溶液 (1→20) 1mL、ニトロプルシドナトリウム試液 1～2 滴及び炭酸ナトリウム試液 0.5mL を順次振り混ぜながら加えるとき、液は紫色を呈しない。
- (3) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.4g をアセトン 4mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ L につき、次の試験条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ディート以外の物質の合計量は 3.0% 以下である。

## 試験条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス、流量、スプリット比は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からディートの保持時間の約 3 倍の範囲

## システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：定量法における標準溶液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正

確に 10mL とする。この溶液 1 $\mu$ L から得たディートのピーク面積が標準溶液のディートのピーク面積の 7~13% になることを確認する。

水分 <2.48> 0.2% 以下 (1g, 電量滴定法)。

**定量法** 本品及びディート標準品約 0.2g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加え、さらにエタノール (99.5) に溶かして 100mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー <2.02> により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するディートのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ディート (C}_{12}\text{H}_{17}\text{NO) の量 (mg)} = M_S \times \frac{\text{ディート標準品の純度 (\%)}}{100} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : ディート標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジエチルのエタノール (99.5) 溶液 (1 $\rightarrow$ 25)

試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.2mm, 長さ 25m のフューズドシリカ管の内面に厚さ 0.1 $\mu$ m でガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を被覆したもの。

カラム温度 : 170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : ディートの保持時間が約 10 分になるように調整する。

スプリット比 : 1 : 70

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ディート、内標準物質の順に流出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するディートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1% 以下である。

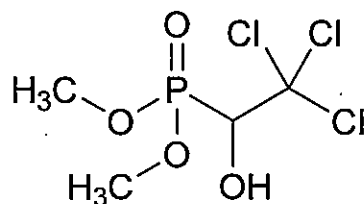
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## トリクロルホン

### Trichlorfon



$C_4H_8Cl_3O_4P$  : 257.44

Dimethyl (1*RS*)-(2,2,2-trichloro-1-hydroxyethyl)phosphonate

[52-68-6]

本品は定量するとき、トリクロルホン ( $C_4H_8Cl_3O_4P$ ) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はアセトンに極めて溶けやすく、水に溶けやすい。

融点<2.60> 76~81°C

#### 確認試験

(1) 本品 0.1g を 300mL のビーカーにとり、塩化鉄 (III) 10mg, 硝酸カリウム 0.1g 及び硝酸 30mL を加え、時計皿で覆い、二酸化窒素の発生が終わるまで静かに加温する。次に時計皿を除き、薄めた硫酸 (1→2) 3mL を加え、三酸化イオウの白煙が発生するまで加熱する。冷後、水でビーカーの内側を洗い、再び三酸化イオウの白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 30mL 及び硝酸 5mL を加え、加熱して溶かし、アンモニア水 (28) を加えて中性とした液は、リン酸塩の定性反応<1.09>を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数  $3360\text{cm}^{-1}$ ,  $1235\text{cm}^{-1}$ ,  $1194\text{cm}^{-1}$ ,  $1031\text{cm}^{-1}$  及び  $818\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

(1) 酸 本品 0.30g をエタノール (95) 10mL に溶かし、メチルオレンジ試液 3 滴を加えるとき、液は黄色である。

(2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5mL を加える (25ppm 以下)。

(3) ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う。(10ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.50g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用い

て調製した薄層板にスポットする。風乾後、直ちに酢酸エチル／ヘキサン／メタノール混液（3：3：2）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧した後、水酸化カリウム・エタノール試液を均等に噴霧し、100℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分<2.48> 0.5%以下（2g, 容量滴定法, 直接滴定）。

**定量法** 本品約0.4gを精密に量り、200mLの共栓三角フラスコに入れ、メタノール40mLに溶かし、フェノールフタレイン試液3滴を加える。この液に水酸化ナトリウム・メタノール試液1mLずつを、29.5～30.5℃で2分間放置しても液の赤色が消えてなくなるまで加える。次に、常温で薄めた硝酸（1→2）5mLを加えて振り混ぜ、水50mL及び0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加え、よく振り混ぜた後、ニトロベンゼン5mLを加えて0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定<2.50>する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液5mL）。別に本品約0.4gを精密に量り、これにメタノール40mL、薄めた硝酸（1→2）5mL、フェノールフタレイン試液3滴、水酸化ナトリウム・メタノール試液15mL及び水50mLを加え、更に0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加えてよく振り混ぜたものにつき、同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L硝酸銀 1mL=25.744mg  $C_4H_8Cl_3O_4P \times 1.03$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## トリクロルホン乳剤

### Trichlorfon Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するトリクロルホン ( $C_4H_8Cl_3O_4P$ : 257.44) を含む。

**製法** 本品は「トリクロルホン」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色～微黄色澄明な粘性のある液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「トリクロルホン」20mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 10mL とし、試料溶液とする。別に「トリクロルホン」20mg をアセトンに溶かして 10mL とし、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィ―<2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィ―用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール混液 (4:4:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧した後、水酸化カリウム・エタノール試液を均等に噴霧し、100°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポット及び標準溶液から得たスポットは褐色を呈し、それらの  $R_f$  値は等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL を水で 100mL とした液の pH は 3.0～6.0 である。

**水分<2.48>** 0.5% 以下 (2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

**定量法** 本品のトリクロルホン約 20mg に対応する量を精密に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、ヘキサメチルジシラザン／トリメチルクロロシラン混液 (2:1) 0.3mL を加え、30 分間放置した後、内標準溶液 10mL を正確に加え、アセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にトリクロルホン標準品約 20mg を精密に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、ヘキサメチルジシラザン／トリメチルクロロシラン混液 (2:1) 0.3mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィ―<2.02> により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリクロルホンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{トリクロルホン (C}_4\text{H}_8\text{Cl}_3\text{O}_4\text{P) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : トリクロルホン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸ジ- $n$ -ブチルのアセトン溶液 (1→2500)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)



カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用シアノプロピル-メチルシリコンポリマーを 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充填する。

キャリアガス：窒素又はヘリウム

流量：トリクロルホンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルホンの順に流出し，その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## トリクロロホン粉剤

### Trichlorfon Powder

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するトリクロロホン ( $C_4H_8Cl_3O_4P$ : 257.44) を含む。

**製法** 本品は「トリクロロホン」をとり、粉剤の製法により製する。

**性状** 本品は白色～灰白色の粉末である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「トリクロロホン」20mg に対応する量を取り、アセトン 10mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離した後、上澄液を試料溶液とする。別に「トリクロロホン」20mg をアセトンに溶かして 10mL とし、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液 (4:4:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧した後、水酸化カリウム・エタノール試液を均等に噴霧し、100°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポット及び標準溶液から得たスポットは褐色を呈し、それらの  $R_f$  値は等しい。

#### 純度試験

ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (10ppm 以下)。

**定量法** 本品のトリクロロホン約 20mg に対応する量を精密に量り、アセトン 20mL を正確に加えて 10 分間よく振り混ぜ、遠心分離する。上澄液 5mL を正確に量り、ヘキサメチルジシラザン/トリメチルクロロシラン混液 (2:1) 0.3mL を加え、30 分間放置した後、内標準溶液 10mL を正確に加え、アセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別に、トリクロロホン標準品約 20mg を精密に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、ヘキサメチルジシラザン/トリメチルクロロシラン混液 (2:1) 0.3mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリクロロホンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{トリクロロホン (C}_4\text{H}_8\text{Cl}_3\text{O}_4\text{P) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : トリクロロホン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸ジ-*n*-ブチルのアセトン溶液 (1→2500)

#### 試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム：内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルシリコンポリマーを 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3.0%の割合で被覆したものを充填する。

キャリアーガス：窒素又はヘリウム

流量：トリクロルホンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, トリクロルホンの順に流出し, その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

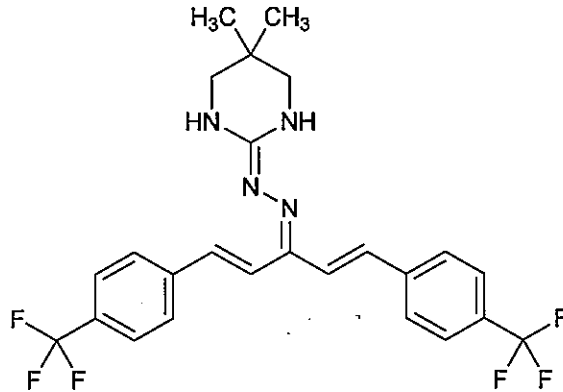
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

# ヒドラメチルノン

## Hydramethylnon



$C_{25}H_{24}F_6N_4$ :494.48

2-(((1*E*,4*E*)-1,5-Bis[4-(trifluoromethyl)phenyl]penta-1,4-dien-3-ylidene)hydrazone)-5,5-dimethylhexahydropyrimidine  
[67485-29-4]

本品は定量するとき、ヒドラメチルノン ( $C_{25}H_{24}F_6N_4$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は黄色～橙色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、水にはほとんど溶けない。

融点<2.60> 186～190°C

### 確認試験

- (1) 本品を減圧下、60°Cで3時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3400 $cm^{-1}$ 、2960 $cm^{-1}$ 、1608 $cm^{-1}$ 、1324 $cm^{-1}$ 、1121 $cm^{-1}$ 及び825 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。
- (2) 本品及びヒドラメチルノン標準品10mgずつをクロロホルム10mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき薄層クロマトグラフィ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし、風乾した後、クロロホルム/メタノール混液 (19:1) を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長254nm) を照射するとき、 $R_f$ 値0.2付近に青紫色のスポットを認め、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値及び色調は等しい。

### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mLを加える (20ppm以下)。
- (2) ヒ素<1.11> 本品 0.2g をとり、第3法により検液を調製し、試験を行なう。(10ppm以下)。
- (3) 類縁物質 本品の移動相溶液 (3→2000) 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロ

マトグラフィー<2.01>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ヒドラメチルノン以外の物質の合計量は5%以下である。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 10cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填したもの。

カラム温度：35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.8g に水 350mL を加えて溶かし，アセトニトリルを加えて 1000mL としたもの。

流量：ヒドラメチルノンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：ヒドラメチルノンに対する保持時間の比が約 0.2~2.0 の範囲

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，保持時間約10分のピークA，ヒドラメチルノン，保持時間約21分のピークBの順に溶出し，ピークAとヒドラメチルノンおよびヒドラメチルノンとピークBの分離度はそれぞれ1.5および4.5以上である。

**定量法** 本品及びヒドラメチルノン標準品約 80mg を精密に量り，それぞれをメタノール 50mL に溶かし，次に内標準溶液 5mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 50mL とし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドラメチルノンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ヒドラメチルノン (C}_{25}\text{H}_{24}\text{F}_6\text{N}_4) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：ヒドラメチルノン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 N-アセチル-4-トルイジンのメタノール溶液 (1 $\rightarrow$ 200)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充填し，これを 2 本連結したもの。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：ヘプタン/ジメトキシエタン/アセトニトリル/エタノール (99.5) / アンモニア水 (28) 混液 (600 : 300 : 150 : 50 : 3)

流量：ヒドラメチルノンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ヒドラメ

チルノン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である。  
システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すと  
き，内標準物質のピーク面積に対するヒドラメチルノンのピーク面積の比の相  
対標準偏差は1.0%以下である。

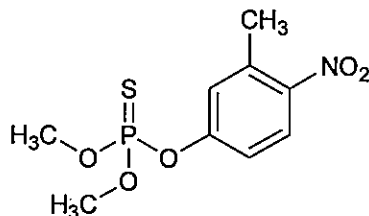
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェニトロチオン

### Fenitrothion



$C_9H_{12}NO_5PS$  : 277.23

*O,O*-Dimethyl *O*-(3-methyl-4-nitrophenyl) phosphorothioate

[122-14-5]

本品は定量するとき、フェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$ ) 95.0%以上を含む。

性状 本品は淡黄色～淡褐色澄明な油状の液である。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、ジクロロメタン、クロロホルム及びジエチルエーテルと混和する。

本品はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品 50mg を水酸化カリウム・エタノール試液 5mL に溶かすとき、液は黄色を呈する。この液をフラスコに移し、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて中和し、更に 1mol/L 塩酸試液 0.1mL 及びエタノール (95) を加えて 25mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィ用 3-メチル-4-ニトロフェノール 30mg を水酸化カリウム・エタノール試液 5mL に溶かし、1mol/L 塩酸試液を加えて中和し、更に 1mol/L 塩酸試液 0.1mL 及びエタノール (95) を加えて 25mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液 (20:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→50000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266~269nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数 1521 $cm^{-1}$ 、1347 $cm^{-1}$ 、972 $cm^{-1}$  及び 827 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

(1) 酸 本品 1.0g をメタノール 20mL に溶かし、水 5mL を加えて振り混ぜた後、メチルレッド試液 2 滴及び 0.01mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL を加えるとき、液

の色は黄色である。

(2) 重金属 本品 1.0g を分解フラスコにとり、薄めた硫酸 (1→2) 4mL を加え、更に硝酸 5mL を加え、硫酸の白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 5mL を加え、再び硝酸の白煙が発生するまで注意して加熱する。この操作を液の色が無色になるまで繰り返す。冷後、過酸化水素 (30) 1mL を加え、硫酸の白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、水 15mL を注意しながら加え、ろ過し、更にフラスコの内壁を水 10mL で洗ってろ過し、ろ液を合わせる。ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、薄めた酢酸 (100) (1→10) 8mL を加えた後、ネスラー管に入れ、水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は検液の調製と同様に操作し、鉛標準液 2.0mL 及び水を加えて 50mL とする (20ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20g をクロロホルム 25mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L ずつを正確にとり、定量法の操作条件で、ガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、検出感度は標準溶液 2 $\mu$ L から得たフェニトロチオンのピークの高さが 4~8cm になるよう調整し、面積測定範囲はフェニトロチオンの保持時間の約 0.1~3 倍の範囲とする。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフェニトロチオン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフェニトロチオンのピーク面積より大きくない。

定量法 本品及びフェニトロチオン標準品約 0.2g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて 25mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg) = } M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フルオランテンのクロロホルム溶液 (3→200)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ビス[m-(m-フェノキシフェノキシ)フェニル]エーテルを 125~150 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 195 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: フェニトロチオンの保持時間が約 16 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトロチオン、内標準物質の順に流出し、その分離度が 4 以上ものを用いる。



## 貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

## フェニトロチオン乳剤

### Fenitrothion Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$ : 277.23) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は微黄色～淡黄褐色澄明の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」50mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 15mL とし、試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」50mg をアセトン 15mL に溶かし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液（20:1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 4.0～7.0 である。

**水分<2.48>** 0.5% 以下（2g、容量滴定法、直接滴定）。

**定量法** 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 0.1g を精密に量り、内標準溶液 20mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$ : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 無水カフェインのアセトン溶液 (1→150)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50% トリフルオロブピルメチルシリコンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、フェニトロチオンの順に流出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

## フェニトロチオンフロアブル剤

### Fenitrothion Flowable

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$ : 277.23) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」をとり、フロアブル剤の製法により製する。

**性状** 本品は乳白色のやや粘性の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」50mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 15mL とし、試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」50mg をアセトン 15mL に溶かし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液（20：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH <2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 4.0～7.0 である。

**定量法** 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、アセトン 20mL を加え、15 分間超音波を照射し、抽出した後、ろ過する。更に残留物につき、アセトン 10mL で抽出を 2 回繰り返す。ろ液を合わせ、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 0.1g を精密に量り、内標準溶液 20mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー <2.02> により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$ : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 無水カフェインのアセトン溶液 (1→150)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50% トリフルオロプルピルーメチルシリコーンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能：標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、フェニトロチオンの順に流出し、その分離度は4以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェニトロチオン粉剤

### Fenitrothion Powder

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$  : 277.23) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」をとり、粉剤の製法により製する。

**性状** 本品は白色～灰白色の粉末である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」50mg に対応する量を取り、アセトン 15mL を加え、10 分間よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」50mg をアセトン 15mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行なう。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液（20 : 1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**純度試験** ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 2 法により検液を調製し、試験を行う。ただし、硫酸は加えない（10ppm 以下）。

**定量法** 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、アセトン 20mL を加え、30 分間よく振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。残留物につき、アセトン 10mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返す。上澄液を合わせ、内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 0.1g を精密に量り、内標準溶液 20mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$  : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 無水カフェインのアセトン溶液 (1→150)

**試験条件**

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50% トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 170℃ 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，フェニトロチオンの順に流出し，その分離度が 4 以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## フェニトロチオンマイクロカプセル剤

### Fenitrothion Microcapsule

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$ : 277.23) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」をとり、マイクロカプセル剤の製法により製する。

**性状** 本品は帯黄白色の懸濁液で、粘性がある。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」50mg に対応する量を取り、アセトン 15mL を加え、10 分間超音波を照射した後、よく振り混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」50mg をとり、アセトン 15mL を加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液（20：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

pH<2.54> 3.0～8.0

**カプセル外のフェニトロチオン** 本品のフェニトロチオン約 0.4g に対応する量を精密に量り、塩化ナトリウム飽和溶液 15mL を加えて軽く振り混ぜ、内標準溶液 5mL を正確に加え、更にデカン 5mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、毎分約 2800 回転で 1 分間遠心分離を行い、上層を試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 80mg を精密に量り、デカンを加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の内標準物質及びフェニトロチオンのピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式によりカプセル外のフェニトロチオンの量を求めるとき、0.5% 以下である。

$$\text{カプセル外のフェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 10$$

$M_S$ : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

$M_T$ : 本品の秤取量 (mg)

内標準溶液 セバシン酸ジブチルのデカン溶液 (1→1250)

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する。

システム適合性



システムの性能：標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトロチオン、内標準物質の順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比の相対標準偏差は 3% 以下である。

**定量法** 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、30 分間超音波を照射した後、よく振り混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 50mg を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 セバシン酸ジブチルのアセトン溶液 (3 $\rightarrow$ 1000)

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm、長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50% トリフルオロプロピルメチルシリコーンポリマーを 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：165 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 17 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトロチオン、内標準物質の順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェニトロチオン油剤

### Fenitrothion Oil

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$  : 277.23) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」をとり、油剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色～微黄色澄明の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」50mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 15mL とし、試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」50mg をアセトン 15mL に溶かし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液（20 : 1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**定量法** 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 50mg を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィ<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 無水カフェインのアセトン溶液 (1→150)

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィ用 50% トリフルオロプロピルメチルシリコーンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィ用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 170℃ 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、フェニトロチオンの順に流出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 氣密容器

## フェニトロチオン・フタルスリン混合乳剤

### Fenitrothion · Phthalthrin Mixed Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェニトロチオン ( $C_9H_{12}NO_5PS$ : 277.23) 及びフタルスリン ( $C_{19}H_{25}NO_4$ : 331.41) を含む。

**製法** 本品は「フェニトロチオン」及び「フタルスリン」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は微黄色～淡黄褐色澄明の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェニトロチオン」0.25g に対応する量を取り、アセトンを加えて 10mL とし、試料溶液とする。別に「フェニトロチオン」0.25g 及び「フタルスリン」25mg をそれぞれアセトン 10mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ジエチルエーテル混液 (20:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットのうち 2 個のスポットは、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットと  $R_f$  値が等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100 mL とした液の pH は 3.0～7.0 である。

**水分<2.48>** 0.50% 以下 (2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

#### 定量法

(1) フェニトロチオン 本品のフェニトロチオン約 50mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5mL を正確に加えた後、アセトンを加えて 25mL とし、試料溶液とする。別にフェニトロチオン標準品約 0.1g を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし、更にアセトンを加えて 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニトロチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトロチオン (C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$ : フェニトロチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 サリチル酸ベンジルのアセトン溶液 (1→200)

#### 試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィ

一用ケイソウ土に2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：170℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェニトロチオンの保持時間が約15分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、フェニトロチオンの順に流出し、その分離度が6以上のものを用いる。

(2) フタルスリン 本品のフタルスリン約25mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、ジクロロメタンを加えて50mLとし、試料溶液とする。別にフタルスリン標準品約50mgを精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし、更にジクロロメタンを加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフタルスリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

$$\text{フタルスリン (C}_{19}\text{H}_{25}\text{NO}_4) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

$M_S$ ：フタルスリン標準品の称取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリフェニルのジクロロメタン溶液 (1 $\rightarrow$ 250)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm、長さ1mのガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを150~180 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：185℃付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：300℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フタルスリンの保持時間が約25分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フタルスリン、内標準物質の順に流出し、その分離度が2.0以上のものを用いる。

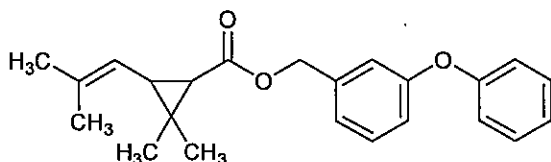
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェノトリン

### Phenothrin



$C_{23}H_{26}O_3$ : 350.45

3-Phenoxybenzyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-dimethyl-  
3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate  
[26002-80-2]

本品は定量するとき、フェノトリン ( $C_{23}H_{26}O_3$ ) 90.0%以上を含む。

性状 本品は微黄色～黄褐色澄明な油状の液である。

本品はエタノール (99.5)、アセトン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は、水にほとんど溶けない。

旋光度  $<2.49>$   $[\alpha]_D^{20}$ :  $-2.0 \sim -9.0^\circ$  (0.4g, クロロホルム, 20mL, 100mm)

#### 確認試験

- (1) 本品の 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて pH2～4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1→10000) につき、紫外可視吸光度測定法  $<2.24>$  により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271～273nm 及び 277～279nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル法  $<2.25>$  の液膜法により試験を行うとき、波数  $1725\text{cm}^{-1}$ ,  $1586\text{cm}^{-1}$ ,  $1488\text{cm}^{-1}$  及び  $1157\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 酸 本品 2.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2～3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 0.6mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属  $<1.07>$  本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) キシレン及び類縁物質 本品 0.2g をアセトン 2mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー  $<2.02>$  により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、フェノトリンに対する保持時間比が約 0.03 及び 0.04 のキシレンの合計量は 2.0% 以下であり、フェノトリン及びキシレン以外の物質の合計量は 9.5% 以下

である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度で注入し，直ちに 230 $^{\circ}$ C になるまで 1 分間に 5 $^{\circ}$ C の割合で昇温し，230 $^{\circ}$ C 付近の一定温度に 24 分間保つ。

キャリアーガス：窒素

流量：フェノトリンの保持時間が 35～45 分になるように調整する。

カラムの選定：定量法のカラムの選定に適合するものを用いる。

検出感度：試料溶液 1mL にアセトン 19mL を加えた液 1 $\mu$ L から得たフェノトリンのピーク高さが 4～8cm になるように調整する。

面積測定範囲：フェノトリンの保持時間の約 0.02～1.4 倍の範囲

#### 異性体比

- (1) 幾何異性体比 本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし，試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積  $A_a$  及び保持時間の大きい方のピーク面積  $A_b$  を測定するとき， $A_b / (A_a + A_b)$  は 0.75～0.85 である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェノトリンの 2 つのピークのうち後に流出するピークの保持時間が約 40 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フェノトリンの 2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

- (2) 光学異性体比 本品 25mg をヘキササン 100mL に溶かし，試料溶液とする。試料溶液 3 $\mu$ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。保持時間 40～70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークの面積  $A_c$  並びにそのピークに対する保持時間比が約 0.86，0.93 及び 1.06 のピークの面積  $A_a$ ， $A_b$  及び  $A_d$  を測定するとき， $(A_a + A_c) / (A_a + A_b + A_c + A_d)$  は 0.95 以上である。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径 4mm，長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン- $\alpha$ -アミノプロピルシリル化シリカゲル（共有結合型）を充填したものを 2 本直列に接続する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン

流量：試料溶液のピークのうち最も大きいピークの保持時間が 50~60 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 3 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークとそのピークに対する保持時間比が約 0.86 のピークの分離度が 3 以上のものを用いる。

**定量法** 本品及びフェノトリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフェノトリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェノトリン (C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_3) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：フェノトリン標準品の称取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-2-エチルヘキシルのアセトン溶液 (1 $\rightarrow$ 100)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：220 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェノトリンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，フェノトリンの順に流出し，その分離度が 4 以上のものを用いる。

**貯法**

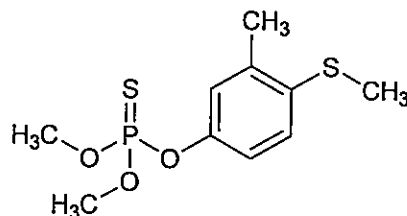
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。



## フェンチオン

### Fenthion



$C_{10}H_{15}O_3PS_2$ :278.33

O,O-Dimethyl O-[3-methyl-4-(methylthio)phenyl] phosphorothioate  
[55-38-9]

本品は定量するとき、フェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ ) 95.0~101.0%を含む。

**性状** 本品は淡褐色~褐色澄明な粘性のある液である。

本品はメタノール、エタノール (95) 及びアセトンと混和し、ヘキサンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

#### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1→100000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251~254nm に吸収の極大を示し、波長 280~290nm に吸収の肩を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数 2940 $cm^{-1}$ , 1475 $cm^{-1}$ , 1225 $cm^{-1}$ , 1036 $cm^{-1}$  及び 661 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (2) ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (10ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 2g をアセトン 20mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1.5mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (5:2) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用塩化パラジウム (II) 試液を均等に噴霧し、105°C で 15 分間加熱して発色させるとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 5 個以下であり、かつ標準溶液から得たスポットより濃くない。

**定量法** 本品及びフェンチオン標準品約 50mg ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、更にアセトン 30mL を加えて混合し、試料溶

液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン (C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{PS}_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 : フタル酸ジ-2-エチルヘキシルのアセトン溶液 (3 $\rightarrow$ 200)

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.32mm, 長さ 30m のフェーズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5%フェニル 1%ビニルーメチルポリシロキサンを厚さ 0.25 $\mu$ m で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 190 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : フェンチオンの保持時間が約 2.4 分になるように調整する。

スプリット比 : 1 : 75

#### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フェンチオン、内標準物質の順に流出し、その分離度は 50 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0%以下である。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェンチオン乳剤

### Fenthion Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ : 278.33) を含む。

**製法** 本品は「フェンチオン」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は微黄色～淡褐色澄明なやや粘性のある液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェンチオン」50mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 20mL とし、試料溶液とする。別に「フェンチオン」50mg をアセトン 20mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液（5:2）を展開溶媒として約 13cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得たスポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH <2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 3.0～6.0 である。

**水分 <2.48>** 0.50% 以下（2g、容量滴定法、直接滴定）。

**定量法** 本品のフェンチオン約 10mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、試料溶液とする。別にフェンチオン標準品約 0.1g を精密に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー <2.02> により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン (C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{PS}_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

$M_S$ : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス（2- $n$ -ブトキシエチル）のアセトン溶液（1→400）

試験条件

検出器：炎光光度検出器（P フィルター）

カラム：内径 3mm、長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 125～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：190 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェンチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェンチオ

ン、内標準物質の順に流出し、その分離度が3以上のものを用いる。

**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェンチオン粉剤

### Fenthion Powder

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ ; 278.33) を含む。

**製法** 本品は「フェンチオン」をとり、粉剤の製法により製する。

**性状** 本品は白色～灰白色の粉末である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェンチオン」50mg に対応する量を取り、アセトン 20mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。別に「フェンチオン」50mg をアセトン 20mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (5:2) を展開溶媒として約 13cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

#### 純度試験

ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (10ppm 以下)。

**定量法** 本品のフェンチオン約 20mg に対応する量を精密に量り、アセトン 50mL を加えて、よく振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。更に残留物をアセトン 50mL で 2 回抽出する。上澄液を合わせ、内標準溶液 20mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 200mL とし、試料溶液とする。別にフェンチオン標準品約 0.1g を精密に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 20mL を正確に量り、内標準溶液 20mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン (C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{PS}_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

$M_S$ : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス (2- $n$ -ブトキシエチル) のアセトン溶液 (1→400)

#### 試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム: 内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 125～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 190°C 付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：フェンチオンの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フェンチオン、内標準物質の順に流出し、その分離度が3以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## フェンチオン粒剤

### Fenthion Granule

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ : 278.33) を含む。

**製法** 本品は「フェンチオン」をとり、粒剤の製法により製する。

**性状** 本品は灰白色～褐色の粒である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェンチオン」50mg に対応する量を取り、アセトン 20mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。別に「フェンチオン」50mg をアセトン 20mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液(5:2)を展開溶媒として約 13cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**純度試験** ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール(95)溶液(1→50)に代えて、硝酸マグネシウムのエタノール(95)溶液(1→10)を用いる(10ppm 以下)。

**硬度** 本品に粒度の試験を準用して得た 50 号(300 $\mu$ m)ふるいの残留物 100g につき試験を行うとき、50 号(300 $\mu$ m)ふるいを通過するものの質量は 15g 以下である。

**定量法** 本品のフェンチオン約 0.25g に対応する量を精密に量り、アセトン 50mL を加え、20 分間よく振り混ぜた後、ガラスろ過器(G4)でろ過する。更に残留物につき、アセトン 50mL による抽出を 2 回繰り返す。ろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 50mL とし、試料溶液とする。別にフェンチオン標準品約 0.1g を精密に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン } (C_{10}H_{15}O_3PS_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{5}{2}$$

$M_S$ : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス(2- $n$ -ブトキシエチル)のアセトン溶液(1→400)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器(P フィルター)

カラム：内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 125~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：190 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェンチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, フェンチオン, 内標準物質の順に流出し, その分離度が 3 以上のものを用いる。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。



## フェンチオン・ジクロロボス混合乳剤

### Fenthion · Dichlorvos Mixed Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ : 278.33) 及びジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$ : 220.98) を含む。

**製法** 本品は「フェンチオン」及び「ジクロロボス」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は微黄色～淡褐色澄明なやや粘性のある液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェンチオン」50mg に対応する量を取り、アセトンを加えて 20mL とし、試料溶液とする。別に「フェンチオン」50mg 及び「ジクロロボス」20mg をそれぞれアセトン 20mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10  $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ベンゼン/ジエチルエーテル/エタノール (99.5) 混液 (10:10:4:1) を展開溶媒として約 13cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧し、更に希水酸化カリウム・エタノール試液を噴霧するとき、試料溶液から得た 2 個のスポットは、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100 mL とした液の pH は 3.0～6.0 である。

**水分<2.48>** 0.5% 以下 (2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

#### 定量法

(1) フェンチオン 本品のフェンチオン約 10mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、試料溶液とする。別にフェンチオン標準品約 10mg を精密に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン (C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{PS}_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス (2- $n$ -ブトキシエチル) のアセトン溶液 (1→400)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 125～150 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：190 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェンチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フェンチオン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

- (2) ジクロロボス 本品のジクロロボス約 4mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 5mL を正確に加え，更にアセトンを加えて 50mL とし，試料溶液とする。別にジクロロボス標準品約 20mg を精密に量り，アセトンを加えて，正確に 10mL とする。この液 2mL を正確に量り，内標準溶液 5mL を正確に加え，更にアセトンを加えて 50mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。内標準物質のピーク面積に対するジクロロボスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジクロロボス (C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P) の量(mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

$M_S$ ：ジクロロボス標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリ-*n*-ブチルのアセトン溶液 (3→2000)

試験条件

検出器：炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルシリコーンポリマーを 125～150 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：150 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジクロロボスの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ジクロロボス，内標準物質の順に流出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フェンチオン・ジクロロボス混合油剤

### Fenthion · Dichlorvos Mixed Oil

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するフェンチオン ( $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ : 278.33) 及びジクロロボス ( $C_4H_7Cl_2O_4P$ : 220.98) を含む。

**製法** 本品は「フェンチオン」及び「ジクロロボス」をとり、油剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色～微黄色澄明の液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「フェンチオン」50mg に対応する容量をとり、アセトニトリル 10mL を加えてはげしく振り混ぜた後、アセトニトリル層をとり、試料溶液とする。別に「フェンチオン」50mg 及び「ジクロロボス」30mg をそれぞれアセトニトリル 10mL に溶かし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10 $\mu$ L につき薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ベンゼン/ジエチルエーテル/エタノール (99.5) 混液 (10:10:4:1) を展開溶媒として約 13cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硝酸銀・チモールブルー・メタノール試液を均等に噴霧し、更に希水酸化カリウム・エタノール試液を噴霧するとき、試料溶液から得た 2 個のスポットは標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

#### 定量法

(1) フェンチオン 本品のフェンチオン約 50mg に対応する容量を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、試料溶液とする。別にフェンチオン標準品約 50mg を精密に量り、アセトンを加えて正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、内標準溶液 10mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンチオンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェンチオン (C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{PS}_2) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : フェンチオン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリス (2-*n*-ブトキシエチル) のアセトン溶液 (1→400)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 125~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：190 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：フェンチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フェンチオン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

(2) ジクロロボス 本品のジクロロボス約 30mg に対応する容量を精密に量り，アセトンを加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り，内標準溶液 5mL を正確に加え，更にアセトンを加えて 50mL とし，試料溶液とする。別にジクロロボス標準品約 30mg を精密に量り，アセトンを加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り，内標準溶液 5mL を正確に加え，更にアセトンを加えて 50mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロロボスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジクロロボス (C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：ジクロロボス標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリ-*n*-ブチルのアセトン溶液(3 $\rightarrow$ 2000)

試験条件

検出器：炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム：内径約 3mm，長さ約 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルシリコーンポリマーを 125~150 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：150 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジクロロボスの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ジクロロボス，内標準物質の順に流出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

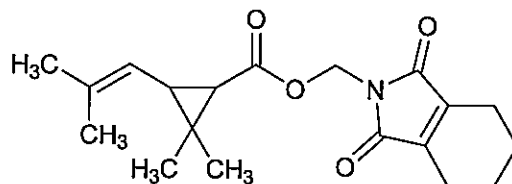
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## フタルスリン

### Phthalthrin



$C_{19}H_{25}NO_4$ : 331.41

3,4,5,6-Tetrahydrophthalimidomethyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate

[7696-12-0]

本品は定量するとき、フタルスリン ( $C_{19}H_{25}NO_4$ ) 90.0%以上を含む。

本品は安定剤としてジブチルヒドロキシトルエン ( $C_{16}H_{24}O$ : 220.35) 2.0%以下を含む。

**性状** 本品は白色～淡黄褐色の粉末又は小塊である。

本品はアセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) 又はヘキサンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品のクロロホルム溶液 (1→50) は旋光性がない。

本品は 60～80℃で融解し、無色～淡黄褐色澄明な油状の液となり、冷却するとき、徐々に固化する。

#### 確認試験

- (1) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて pH2～4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品の 50mg に酸化カルシウム 30mg を加えて徐々に加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- (3) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1→2500) につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278～283nm に吸収の極大を示す。
- (4) 本品 1.0g 及びジブチルヒドロキシトルエン標準品 20mg をそれぞれアセトン 20mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液 (14:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットのうち 1 個のスポットは、標準液から得たスポットと  $R_f$  値が

等しい。

#### 純度試験

- (1) 酸 本品 1.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2~3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 2.5mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 菊酸無水物 本品約 2g を精密に量り、モルホリンのメタノール溶液 (87→10000) 25mL を正確に加えて溶かし、5 分間放置した後、0.1mol/L 塩酸・メタノール液で滴定<2.50>する (指示薬:メチルエロー・メチレンブルー試液 3~4 滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。菊酸無水物 ( $C_{20}H_{30}O_3$ : 318.45) の量は 3.0% 以下である。

0.1mol/L 塩酸・メタノール液 1mL = 31.845mg  $C_{20}H_{30}O_3$

- (4) 類縁物質 本品 0.10g をアセトン 15mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L につき、定量法 (1) の操作条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、検出感度は標準溶液 3 $\mu$ L から得たフタルスリンのピーク高さが 2~4cm になるよう調整し、面積測定範囲はフタルスリンの保持時間の約 0.1~3 倍の範囲とする。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフタルスリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフタルスリンのピーク面積より大きくない。

#### 異性体比

本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積  $A_a$  及び保持時間の大きい方のピーク面積  $A_b$  を測定するとき、 $A_b / (A_a + A_b)$  は 0.75~0.85 である。

#### 操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 190 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: フタルスリンの 2 つのピークのうち後に流出するピークの保持時間が約 40 分になるように調整する。

カラムの選定: 試料溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フタルスリンの 2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

## 定量法

(1) フタルスリン 本品及びフタルスリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフタルスリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フタルスリン (C}_{19}\text{H}_{25}\text{NO}_4) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$  : フタルスリン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリフェニルのアセトン溶液 (1 $\rightarrow$ 50)

### 操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : フタルスリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フタルスリン、内標準物質の順に流出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

(2) ジブチルヒドロキシトルエン 本品約 0.5g を精密に量り、内標準溶液 5mL を正確に加えて溶かし、更にアセトンを加えて 10mL とし試料溶液とする。別にジブチルヒドロキシトルエン標準品約 50mg を精密に量り、アセトンに溶かし、正確に 10mL とする。この液 2mL を正確に量り、内標準溶液 5mL を正確に加え、更にアセトンを加えて 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジブチルヒドロキシトルエンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ジブチルヒドロキシトルエン (C}_{15}\text{H}_{24}\text{O)} \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

$M_S$  : ジブチルヒドロキシトルエン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 ケイ皮酸メチルのアセトン溶液 (1 $\rightarrow$ 400)

### 操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3mm, 長さ 1.5m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度 : 180 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：ジブチルヒドロキシトルエンの保持時間が約7分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジブチルヒドロキシトルエン、内標準物質の順に流出し、その分離度が4以上のものを用いる。

#### 貯法

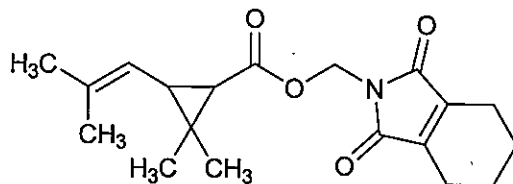
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。



## d-T80-フタルスリン

### d-T80-Phthalthrin



$C_{19}H_{25}NO_4$ :331.41

3,4,5,6-Tetrahydrophthalimidomethyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate

[7696-12-0]

本品は定量するとき、*d*-T80-フタルスリン ( $C_{19}H_{25}NO_4$ ) 92.0%以上を含む。

本品は安定剤としてジブチルヒドロキシルエン ( $C_{15}H_{24}O$ :220.35) 2.0%以下を含む。

**性状** 本品は微黄色～黄褐色澄明な油状の液で、一部結晶化することがある。結晶化したものは、60～70℃で融解する。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

旋光度 <2.49>  $[\alpha]_D^{20}$ : -11.0～-20.0° (0.4g, クロロホルム, 20mL, 100mm)

**確認試験** 「フタルスリン」の確認試験を準用する。

**純度試験** 本品の一部が結晶化している場合は、融解して均一にした後、試験を行う。

(1) 酸 「フタルスリン」の純度試験 (1) を準用する。ただし、0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1.8mL を加える。

(2) 重金属 <1.07>、菊酸無水物及び類縁物質 「フタルスリン」の純度試験 (2)、(3) 及び (4) を準用する。

(3) トルエン 本品 0.50g をとり、内標準溶液 2mL を正確に加えて溶かし、更にエタノール (99.5) を加えて 10mL とし、試料溶液とする。別にトルエン 0.50g をとり、エタノール (99.5) を加え、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、内標準溶液 2mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加えて 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー <2.02> により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するトルエンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求めるとき、 $Q_T$  は  $Q_S$  より大きくない。

内標準溶液 クロロベンゼンのエタノール (99.5) 溶液 (7→1000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管に 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.3~0.4 $\mu$ m，表面積 50m<sup>2</sup>/g 以下）を充填する。

カラム温度：170 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：トルエンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，トルエン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 1.7 以上のものを用いる。

異性体比 本品の一部が結晶化している場合は，融解して均一にした後，試験を行う。

(1) 幾何異性体比 「フタルスリン」の異性体比を準用する。

(2) 光学異性体比 本品 25mg を移動相 100mL に溶かし，試料溶液とする。試料溶液 3 $\mu$ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークの面積  $A_c$  並びにそのピークに対する保持時間比が約 0.89，0.95 及び 1.06 のピークの面積  $A_a$ ， $A_b$  及び  $A_d$  を測定するとき， $(A_a+A_c) / (A_a+A_b+A_c+A_d)$  は 0.95 以上である。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径 4mm，長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用(R)-N-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシンーアミノプロピルシリル化シリカゲル（共有結合型）を充填したものを 2 本直列に接続する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン/エタノール (99.5) 混液 (500 : 1)

流量：試料溶液のピークのうち最も大きいピークの保持時間が 50~60 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 3 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークとそのピークに対する保持時間比が約 0.89 のピークと分離度が 3 以上のものを用いる。

定量法 本品の一部が結晶化している場合は，融解して均一にした後，試験を行う。

(1) *d*-T80-フタルスリン 「フタルスリン」の定量法 (1) を準用する。

$$d\text{-T80-フタルスリン (C}_{19}\text{H}_{25}\text{NO}_4) \text{ の量 (mg)} = M_s \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_s$ ：フタルスリン標準品の秤取量 (mg)

(2) ジブチルヒドロキシトルエン 「フタルスリン」の定量法 (2) を準用する。

$$\text{ジブチルヒドロキシトルエン (C}_{15}\text{H}_{24}\text{O) の量 (mg)} = M_s \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

$M_s$ ：ジブチルヒドロキシトルエン標準品の秤取量 (mg)

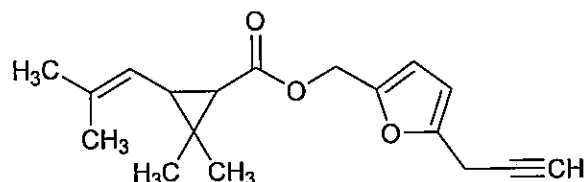
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 氣密容器.

## *d*-T80-フラメトリン

### *d*-T80-Furamethrin



$C_{18}H_{22}O_3$ :286.37

[5-(Prop-2-yn-1-yl)furan-2-yl]methyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate  
[23031-38-1]

本品は定量するとき、*d*-T80-フラメトリン ( $C_{18}H_{22}O_3$ ) 90.0%以上を含む。

本品は安定剤としてジブチルヒドロキシトルエン ( $C_{15}H_{24}O$ : 220.35) 2.0%以下を含む。

**性状** 本品は黄褐色～褐色澄明の油状の液である。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

旋光度 $\langle 2.49 \rangle$   $[\alpha]_D^{20}$ :  $-12.0 \sim -22.0^\circ$  (0.4g, クロロホルム, 20mL, 100mm)

#### 確認試験

- (1) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて pH2~4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2~3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、硝酸銀のエタノール (95) 溶液 (1→100) 1mL を加えるとき、白色～黄白色の沈殿を生じる。更にアンモニア水 2~3 滴を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル法 $\langle 2.25 \rangle$ の液膜法により試験を行うとき、波数  $3300\text{cm}^{-1}$ ,  $1726\text{cm}^{-1}$ ,  $1560\text{cm}^{-1}$  及び  $1156\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。
- (4) 「フタルスリン」の確認試験 (4) を準用する。

#### 純度試験

- (1) 酸 本品 2.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2~3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 2.5mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属 $\langle 1.07 \rangle$  本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 菊酸無水物 本品約 2g を精密に量り、モルホリンのメタノール溶液 (87→10000) 25mL を正確に加えて溶かし、5 分間放置した後、0.1mol/L 塩酸・メタノール液で

滴定<2.50>する(指示薬:メチルエロー・メチレンブルー試液3~4滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

菊酸無水物( $C_{20}H_{30}O_3$ :318.45)の量は3.0%以下である。

0.1mol/L 塩酸・メタノール液 1mL=31.845mg  $C_{20}H_{30}O_3$

(4) トルエン 本品 0.50g をとり、内標準溶液 2mL を正確に加えて溶かし、更にエタノール(99.5)を加えて10mLとし、試料溶液とする。別にトルエン 0.50g をとり、エタノール(99.5)を加え、正確に100mLとする。この液 3mL を正確に量り、内標準溶液 2mL を正確に加え、更にエタノール(99.5)を加えて10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するトルエンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_s$  を求めるとき、 $Q_T$  は  $Q_s$  より大きくない。

内標準溶液 クロロベンゼンのエタノール(99.5)溶液(7→1000)

操作条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3mm, 長さ 1m のガラス管に 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径 0.3~0.4 $\mu$ m, 表面積 50m<sup>2</sup>/g 以下)を充填する。

カラム温度:170 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量:トルエンの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定:標準溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トルエン、内標準物質の順に流出し、その分離度が1.7以上のものを用いる。

(5) 類縁物質 本品 0.10g をアセトン 30mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L ずつを正確にとり、定量法(1)の操作条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、検出感度は標準溶液 3 $\mu$ L から得た *d*-T80-フラメトリンのピーク高さが2~4cm になるように調整し、面積測定範囲は *d*-T80-フラメトリンの保持時間の約0.1~3倍の範囲内とする。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の *d*-T80-フラメトリン及び *d*-T80-フラメトリンに対する保持時間比が約0.13のジブチルヒドロキシトルエン以外のピークの合計面積は、標準溶液の *d*-T80-フラメトリンのピーク面積より大きくない。

異性体比

(1) 幾何異性体比 本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。保持時間 40分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積  $A_a$  及び保持時間の大きい方のピーク面積  $A_b$  を測定するとき、 $A_b / A_a$

+A<sub>b</sub>) は 0.75~0.85 である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：130 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：*d*-T80-フラメトリンの 2 つのピークのうち後に流出するピークの保持時間が約 40 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, *d*-T80-フラメトリンの 2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

(2) 光学異性体比 本品 25mg をヘキサン 100mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 3 $\mu$ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークの面積  $A_c$  並びにそのピークに対する保持時間比が約 0.88, 0.94 及び 1.05 のピークの面積  $A_a$ ,  $A_b$  及び  $A_d$  を測定するとき,  $(A_a + A_c) / (A_a + A_b + A_c + A_d)$  は 0.95 以上である。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用(R)-N-(3, 5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン-アミノプロピルシル化シリカゲル (共有結合型) を充填したものを 2 本直列に接続する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン

流量：試料溶液のピークのうち最も大きいピークの保持時間が 50~60 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 3 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークとそのピークに対する保持時間比が約 0.88 のピークとの分離度が 3 以上のものを用いる。

#### 定量法

(1) *d*-T80-フラメトリン 本品及びフラメトリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り, それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対する *d*-T80-フラメトリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$d\text{-T80-フラメトリン (C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_3) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : フラメトリン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 テレフタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトン溶液 (1→100)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25%シアノエチル-メチルシリコーンポリマーを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：160 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：*d*-T80-フラメトリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，*d*-T80-フラメトリン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

(2) ジブチルヒドロキシトルエン 「フタルスリン」の定量法 (2) を準用する。

$$\text{ジブチルヒドロキシトルエン (C}_{16}\text{H}_{24}\text{O) の量 (mg)} = M_s \times \frac{Q_T}{Q_s} \times \frac{1}{5}$$

$M_s$ ：ジブチルヒドロキシトルエン標準品の秤取量 (mg)

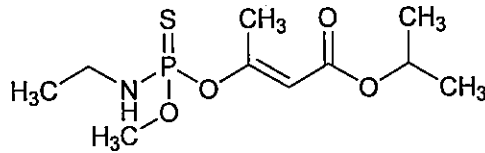
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## プロペタンホス

### Propetamphos



$C_{10}H_{20}NO_4PS$ :281.31

1-Methylethyl (2*E*)-3-[[*(ethylamino)*(methoxy)phosphorothioyl]oxy]but-2-enoate  
[31218-83-4]

本品は定量するとき、プロペタンホス ( $C_{10}H_{20}NO_4PS$ ) 91.0%以上を含む。

性状 本品は淡黄色～淡褐色澄明なわずかに粘性のある液である。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はクロロホルムと混和し、水に極めて溶けにくい。

#### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1→50000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 218～222nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数  $3330\text{cm}^{-1}$ 、 $2990\text{cm}^{-1}$ 、 $1715\text{cm}^{-1}$ 、 $1385\text{cm}^{-1}$ 、 $1140\text{cm}^{-1}$  及び  $815\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 酸 本品 0.3g をメタノール 15mL に溶かし、水 5mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加えて穏やかに振り混ぜるとき、液は赤色を呈しない。
- (2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) ヒ素<1.11> 本品 0.20g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (10ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.12g をクロロホルム 10mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、プロペタンホス以外の物質の合計量は 9.0%以下である。

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2～3mm、長さ 2m の硬質ガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%フェニルメチルシリコーンポリマーを 150～175 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：150 $^{\circ}$ C付近の一定温度で注入後、200 $^{\circ}$ Cになるまで、1分間に 8 $^{\circ}$ Cの



割合で昇温し、200℃付近の一定温度に14分間保つ。

キャリアーガス：窒素

流量：プロペタンホスの保持時間が約4分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1μLにつき、上記の条件で操作するとき、プロペタンホスのピークとプロペタンホスに対する保持時間比が約0.6のピークの分離度が2.0以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1μL から得たプロペタンホスのピークの高さがフルスケールの約90%になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からプロペタンホスの保持時間の約4倍の範囲

**定量法** 本品及びプロペタンホス標準品約0.1gを精密に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え、更にアセトンを加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロペタンホスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{プロペタンホス (C}_{10}\text{H}_{20}\text{NO}_4\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：プロペタンホス標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジブチルのアセトン溶液 (2→100)

**試験条件**

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm、長さ1.5mのガラス管にガスクロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンポリマーをシラン処理した150~180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：190℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：プロペタンホスの保持時間が約4分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2μLにつき、上記の条件で操作するとき、プロペタンホス、内標準物質の順に流出し、その分離度が5以上のものを用いる。

**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## プロペタンホス乳剤

### Propetamphos Emulsifiable Concentrate

本品は定量するとき、表示量の 90.0～110.0% に対応するプロペタンホス ( $C_{10}H_{20}NO_4PS$ :281.31) を含む。

**製法** 本品は「プロペタンホス」をとり、乳剤の製法により製する。

**性状** 本品は微黄色～淡黄褐色澄明なやや粘性のある液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「プロペタンホス」30mg に対応する量を取り、アセトンを加えて正確に 15mL とし、試料溶液とする。別に「プロペタンホス」30mg をアセトン 15mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフィー<2.03>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L につき、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン／酢酸エチル／アセトン混液（7:3:1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**pH<2.54>** 本品 5mL に水を加えて 100mL とした液の pH は 4.0～6.0 である。

**水分<2.48>** 0.50% 以下（2g, 容量滴定法, 直接滴定）。

**定量法** 本品のプロペタンホス約 30mg に対応する量及びプロペタンホス標準品約 30mg を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えた後、ヘキサンを加えて 25mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロペタンホスのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{プロペタンホス (C}_{10}\text{H}_{20}\text{NO}_4\text{PS) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : プロペタンホス標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 リン酸トリ-*n*-ブチルのヘキサン溶液 (1→10000)

試験条件

検出器: 炎光光度検出器 (P フィルター)

カラム: 内径 3mm, 長さ 1.5m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25% シアノエチル-メチルシリコンポリマーを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度: 180 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: プロペタンホスの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、プロペタンホスの順に流出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

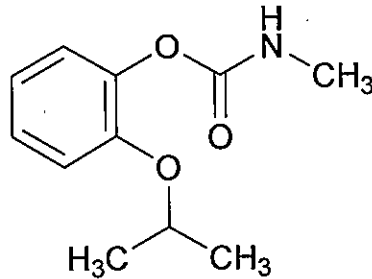
貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

## プロポクスル

### Propoxur



$C_{11}H_{15}NO_3$  : 209.24

2-(1-Methylethyl)oxyphenyl methylcarbamate

[114-26-1]

本品は定量するとき、プロポクスル ( $C_{11}H_{15}NO_3$ ) 97.0~101.0%を含む。

**性状** 本品は白色~淡黄赤色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール (99.5) に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

#### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1→20000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269~273nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数  $3310\text{cm}^{-1}$ 、 $1711\text{cm}^{-1}$ 、 $1251\text{cm}^{-1}$ 、 $1190\text{cm}^{-1}$  及び  $736\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

融点<2.60> 86~92°C

#### 純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5g をメタノール 10mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 50mg をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、プロポクスル以外のピークの合計面積は 2.0% 以下である。

#### 試験条件

カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：275nm)

面積測定範囲：試料溶液注入後からプロポクスルの保持時間の約 4 倍の範囲

検出感度：試料溶液 1mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 100mL とする。この液 10 $\mu$ L から得たプロポクスルのピークの高さがフルスケールの

約 20% になるように調整する。

水分 < 2.48 > 0.5% 以下 (2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 < 2.44 > 0.10% 以下 (1g)。

**定量法** 本品及びプロポクスル標準品約 50mg を精密に量り, それぞれに内標準溶液 5mL を正確に加えて溶かした後, エタノール (99.5) を加えて 50mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー < 2.01 > により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するプロポクスルのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{プロポクスル (C}_{11}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ : プロポクスル標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 プチロフェノンのエタノール (99.5) 溶液 (1 $\rightarrow$ 100)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 280nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (11:9)

流量: プロポクスルの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, プロポクスル, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 6 以上のものを用いる。

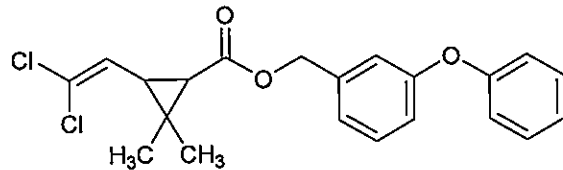
**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ペルメトリン

### Permethrin



$C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ : 391.29

3-Phenoxybenzyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-3-(2,2-dichlorovinyl)-  
2,2-dimethylcyclopropane-1-carboxylate

[52645-53-1]

本品は定量するとき、ペルメトリン ( $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ ) 90.0%以上を含む。

性状 本品は黄褐色～褐色澄明な油状の液で、一部結晶化することがある。結晶化したものは、25～50℃で融解する。

本品はエタノール (99.5)、アセトン、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品のクロロホルム溶液 (1→50) は旋光性がない。

#### 確認試験

- (1) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて pH2～4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1→10000) につき、紫外可視吸光度測定法 < 2.24 > により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271～275nm 及び 277～281nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、炎色反応試験法 < 1.04 > (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験 本品の一部が結晶化している場合は、融解して均一にした後、試験を行う。

- (1) 酸 本品 2.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2～3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 0.5mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属 < 1.07 > 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) キシレン及び類縁物質 本品 0.2g をアセトン 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー < 2.02 > により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ペルメトリンの 2 つのピークのうち先に流出するピークに対する保持時間比が約 0.02 及び 0.03 のキシレンの合計量は 2.0% 以下であり、ペルメトリン及

びキシレン以外の物質の合計量は 9.5%以下である。

#### 操作条件

検出器，水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20M を 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C付近の一定温度で注入し，直ちに 230 $^{\circ}$ Cになるまで 1 分間に 5 $^{\circ}$ C の割合で昇温し，230 $^{\circ}$ C付近の一定温度に 44 分間保つ。

キャリアーガス：窒素

流量：ペルメトリンの 2 つピークのうち先に流出するピークの保持時間が 40～50 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ペルメトリンの 2 つの分離度が 1.2 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1mL にアセトン 19mL を加えた液 1 $\mu$ L から得たペルメトリンの 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピークの高さが 3～5cm になるように調整する。

面積測定範囲：ペルメトリンの 2 つのピークのうち先に流出するピークの保持時間の約 0.02～1.7 倍の範囲

異性体比 定量法で得られた試料溶液のクロマトグラムにつき，保持時間 20 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積  $A_a$  及び保持時間の大きい方のピーク面積  $A_b$  を測定するとき， $A_b / (A_a + A_b)$  は 0.50～0.70 である。

定量法 本品の一部が結晶化している場合は加温して融解し，均一にした後，試験に用いる。本品及びペルメトリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する保持時間 20 分付近に近接して現れるペルメトリンの 2 つのピーク面積の合計面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ペルメトリン (C}_{21}\text{H}_{20}\text{Cl}_2\text{O}_3) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

$M_S$ ：ペルメトリン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-オクチルのアセトン溶液 (1→125)

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 1m ガラス管にガスクロマトグラフィー用アジピン酸ジエチレングリコールペンタエリスリトールポリエステルを 180～250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：ペルメトリンの 2 つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ペルメトリンの順に流出し、ペルメトリンの 2 のピークの分離度が 1.5 以上のものを用いる。

#### 貯法

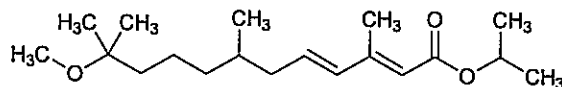
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。



## メトプレン

### Methoprene



$C_{19}H_{34}O_3$  : 310.47

1-Methylethyl (2*E*,4*E*)-11-methoxy-3,7,11-trimethyldodeca-2,4-dienoate  
[40596-69-8]

本品は定量するとき、メトプレン ( $C_{19}H_{34}O_3$ ) 94.0%以上を含む。

性状 本品は淡黄色澄明な粘稠性のある液である。

本品はエタノール (95) 又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

#### 確認試験

- (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100000) につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261~265nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の液膜法により試験を行うとき、波数  $1709\text{cm}^{-1}$ ,  $1612\text{cm}^{-1}$ ,  $1158\text{cm}^{-1}$ ,  $1108\text{cm}^{-1}$  及び  $965\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

屈折率<2.45>  $n_D^{20}$  : 1.482~1.490

比重<2.56>  $d_4^{20}$  : 0.917~0.929

不けん化物 医薬部外品原料規格 2006 一般試験法の「60.不けん化物測定法」を準用し、試験を行う (2.0%以下)。

#### 純度試験

- (1) 重金属<1.07> 本品 1.0g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0mL を加える (10ppm 以下)。
- (2) ヒ素<1.11> 本品 1.0g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (2ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.1g をヘキサン 100mL に溶かし、試料溶液とする。この液 5mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液のメトプレンのピーク面積  $A_{Ta}$ 、試料溶液のメトプレンのピークに対する保持時間比が約 0.82 のピーク面積  $A_{Tb}$  及びこれら以外のピーク面積の合計面積  $A_{Tc}$  を求めるとき、 $A_{Tb}/(A_{Ta}+A_{Tb})$  は 0.07 以下であり、かつ  $A_{Tc}$  は標準溶液のメトプレンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：メトプレンの保持時間が約 7分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 2 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, メトプレンのピークとメトペンに対する保持時間比が約 0.82 のピークの分離度が 2.4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 $\mu$ L から得たメトプレンのピーク高さが 5~10cm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からメトプレンの保持時間の約 5 倍の範囲

強熱残分<2.44> 0.10%以下 (1g)。

**定量法** 本品約 1.5g を精密に量り, エタノール (95) 10mL に溶かす。この液にフェノールフタレイン試液 3 滴を加え, さらに 0.1mol/L 水酸化カリウム液を液が淡赤色を呈するまで滴加する。この液に 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25mL を正確に加え, 還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間静かに煮沸する。冷後, 0.5mol/L 塩酸で過量の水酸化カリウムを滴定<2.50>する (指示薬: フェノールフタレイン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.5mol/L 塩酸 1mL=155.24mg  $C_{19}H_{34}O_3$

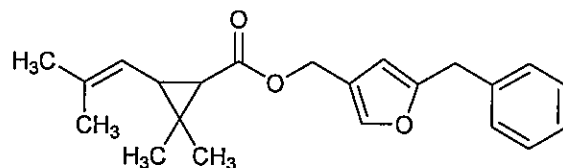
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## *d*-T80-レスメトリン

### *d*-T80-Resmethrin



$C_{22}H_{26}O_3$ : 338.44

(5-Benzylfuran-3-yl)methyl (1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-en-1-yl)cyclopropane-1-carboxylate  
[10453-86-8]

本品は定量するとき、*d*-T80-レスメトリン ( $C_{22}H_{26}O_3$ ) 88.0%以上を含む。

本品は安定剤としてジブチルヒドロキシトルエン ( $C_{15}H_{24}O$ : 220.35) 2.0%以下を含む。

**性状** 本品は無色～黄色澄明な油状の液で、一部結晶化することがある。結晶化したものは、40～50℃で融解する。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

旋光度 <2.49>  $[\alpha]_D^{20}$ : -5.0～+1.0° (0.4g, クロロホルム, 20mL, 100mm)

#### 確認試験

- (1) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、塩化ヒドロキシルアンモニウムのエタノール (95) 溶液 (1→20) 1mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2mL を加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、1mol/L 塩酸試液を加えて pH2～4 とし、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品 10mg をエタノール (99.5) 1mL に溶かし、4-ジメチルアミノベンズアルデヒドのエタノール (95) 溶液 (1→25) 1mL 及び塩酸 2mL を加えるとき、紅色の濁りを生じ、水浴上で加熱するとき、液は透明となり青緑色に変わる。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル法 <2.25> の液膜法により試験を行うとき、波数  $1722\text{cm}^{-1}$ ,  $1549\text{cm}^{-1}$ ,  $1492\text{cm}^{-1}$  及び  $1157\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。
- (4) 「フタルスリン」の確認試験 (4) を準用する。

**純度試験** 本品の一部が結晶化している場合は、融解して均一にした後、試験を行う。

- (1) 酸 本品 2.0g をエタノール (99.5) 50mL に溶かし、クルクミンのエタノール (95) 溶液 (1→1000) 2～3 滴を加え、直ちに 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 2.5mL を加えるとき、液は淡赤褐色を呈する。
- (2) 重金属 <1.07> 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 菊酸無水物 本品約 2g を精密に量り、モルホリンのメタノール溶液 (87→10000)

25mL を正確に加えて溶かし、5 分間放置した後、0.1mol/L 塩酸・メタノール液で滴定<2.50>する（指示薬：メチルエロー・メチレンブルー試液 3～4 滴）。ただし、滴定の終点は液の緑色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

菊酸無水物 ( $C_{20}H_{30}O_3$  : 318.45) の量は、4.0%以下である。

0.1mol/L 塩酸・メタノール液 1mL=31.845mg  $C_{20}H_{30}O_3$

(4) トルエン 本品 0.50g をとり、内標準溶液 2mL を正確に加えて溶かし、更にエタノール (99.5) を加えて 10mL とし、試料溶液とする。別にトルエン 0.50g をとり、エタノール (99.5) を加え、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、内標準溶液 2mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加えて 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するトルエンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求めるとき、 $Q_T$  は  $Q_S$  より大きくない。

内標準溶液 クロロベンゼンのエタノール (99.5) 溶液 (7→1000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm、長さ 1m のガラス管に 150～180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレンージビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.3～0.4 $\mu$ m、表面積 50m<sup>2</sup>/g 以下）を充填する。

カラム温度：170℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：トルエンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、トルエン、内標準物質の順に流出し、その分離度が 1.7 以上のものを用いる。

(5) 類縁物質 本品 0.10g をアセトン 30mL に溶かし、試料溶液とする。この液 4mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 $\mu$ L ずつを正確にとり、定量法 (1) の操作条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。ただし、検出感度は標準溶液 3 $\mu$ L から得た *d*-T80-レスメトリンのピークの高さが 3～6cm になるように調整し、面積測定範囲は *d*-T80-レスメトリンの保持時間の約 0.1～4 倍の範囲とする。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の *d*-T80-レスメトリン以外のピークの合計面積は、標準溶液の *d*-T80-レスメトリンのピーク面積より大きくない。

異性体比 本品の一部が結晶化している場合は、融解して均一にした後、試験を行う。

(1) 幾何異性体比 本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行う。保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積  $A_a$  及び保持時間の大きい方のピーク面積  $A_b$  を測定するとき、 $A_b / (A_a$

+A<sub>b</sub>) は 0.75~0.85 である。

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 2m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピルメチルシリコンポリマーを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：160 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：*d*-T80-レスメトリンの 2 つのピークのうち後に流出するピークの保持時間が約 40 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, *d*-T80-レスメトリンの 2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

(2) 光学異性体比 本品 25mg をヘキサン 100mL に溶かし, 試料溶液とする。試料溶液 5 $\mu$ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行う。保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークの面積 *A<sub>c</sub>* 並びにそのピークに対する保持時間比が約 0.87, 0.94 及び 1.06 のピークの面積 *A<sub>a</sub>*, *A<sub>b</sub>* 及び *A<sub>d</sub>* を測定するとき, (*A<sub>a</sub>*+*A<sub>c</sub>*) / (*A<sub>a</sub>*+*A<sub>b</sub>*+*A<sub>c</sub>*+*A<sub>d</sub>*) は 0.95 以上である。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用(*R*)-*N*-(3,5-ジニトロベンゾイル)フェニルグリシン-アミノプロピルシリル化シリカゲル (共有結合型) を充填したものを 2 本直列に接続する。

カラム温度：室温

移動相：ヘキサン

流量：試料溶液のピークのうち最も大きいピークの保持時間が 50~60 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 5 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 保持時間 40~70 分に溶出するピークのうち最も大きいピークとそのピークに対する保持時間比が約 0.87 のピークの分離度が 3 以上のものを用いる。

**定量法** 本品の一部が結晶化している場合は, 融解して均一にした後, 試験を行う。

(1) *d*-T80-レスメトリン 本品及びレスメトリン標準品約 0.1g ずつを精密に量り, それぞれに内標準溶液 10mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフィー<2.02>により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対する *d*-T80-レスメトリンのピーク面積の比 *Q<sub>T</sub>* 及び *Q<sub>S</sub>* を求める。

$$d\text{-T80-レスメトリン (C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_3) \text{ の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

*M<sub>S</sub>* : レスメトリン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 フタル酸ベンジル-*n*-ブチルのアセトン溶液 (1→100)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm, 長さ 1m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 150~180 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：210°C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：*d*-T80-レスメトリンの保持時間が約 7分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, *d*-T80-レスメトリン, 内標準物質の順に流出し, その分離度が 4以上のものを用いる。

(2) ジブチルヒドロキシトルエン 「フタルスリン」の定量法 (2)を準用する。

$$\text{ジブチルヒドロキシトルエン (C}_{15}\text{H}_{24}\text{O) の量 (mg)} = M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5}$$

$M_S$  : ジブチルヒドロキシトルエン標準品の秤取量 (mg)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。