整理番号

C－601－7004

標 題 名

農林省認定　農薬分析法

農薬協会公示第 5 号

著 者 名

発行者名

農薬協会

発 行 年

昭和 23 年(1948 年)

製作年月

2019年10月

C-601
7004

農林省認定 農薬分析法

(昭和23年2月17日
農薬協會公示第5號)

社團法人 農 薬 協 會

植物防疫資料館図書之印

砒　　酸　　鉛

1. 全　砒　素

試　　藥

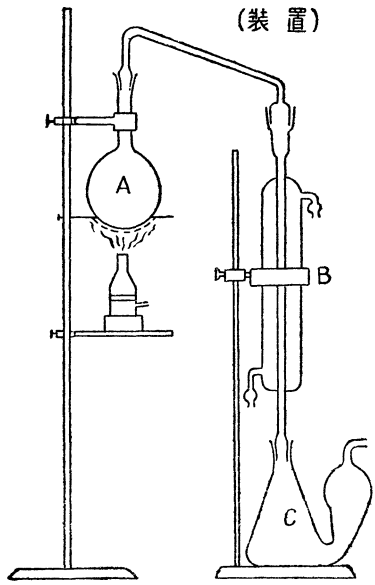
(a)　標準亞砒酸液　純粹亞砒酸(As_2O_3)2gをビーカーに移し濃硫酸10ccを含む水150-200ccを加え煮沸溶解させる。冷却後500ccの定容フラスコに移し標線まで稀釋する。此の液10ccは亞砒酸(As_2O_3)0.04gを含有する。

(b)　標準臭素酸液　臭素酸曹達(sodium bromate $NaBrO_3$)1.525gを水に溶解し1ℓに稀釋する。此の液1ccは亞砒酸(As_2O_3)約0.003gに相當するも正確な濃度は次の方法により決定する。即ち標準亞砒酸液(a)25ccを300ccの三角フラスコに入れ、濃鹽酸15ccを加え全體を100ccに稀釋し、90°Cに熱する。而してメチールオレンヂ指示藥(c)5滴を用い臭素酸液にて滴定する。此の指示藥は滴定の終りに近ずいた時加えるを要する。又溶液は臭素酸液をよく分布させる爲に間斷なく振盪し、且つ滴定が終りに近ずいた時は臭素酸液は徐々に加える。滴定の終點は溶液が赤色から無色に變ずることにより判定される。標準亞砒酸液の使用量と臭素酸液の所要量とから臭素酸液の亞砒酸(As_2O_3)に對する値を算出し之に1.1617を乘じ砒酸量(As_2O_5)を求める。標準臭素酸液は變質し易いから其の値を時々標準亞砒酸液に對して檢定補正する。

(c)　メチール、オレンヂ指示藥　メチールオレンヂ(methyl orange)0.1gを水に溶解し100ccに稀釋する。

(裝　　置)

圖の如き裝置を用うる蒸溜フラスコ(A)は內容約200ccで25ccの點に標線を附して置けば便利である。(B)は冷却管、(C)は吸收フラスコでその



內容は約300ccである。

定　量　法

試料0.2gを蒸溜フラスコ（A）に移し結晶第一硫酸鐵($FeSO_4 7H_2O$) 5g臭素加里（KBr）2gを加え次に濃鹽酸（比重1.19）50ccをフラスコの頸部に附着した試料を洗い落しつつ注加し、直ちに蒸溜フラスコを蒸溜裝置に連結する。吸收フラスコ(C)には豫め水80ccを入れて蒸溜裝置に連結し、又冷却管には水を通じて置く。而して蒸溜フラスコを加熱して蒸溜を開始し25cc餘を溜出させる。此の間約30分を要する。斯くして蒸溜を終り吸收フラスコ中の溜出液は三角フラスコに移し90°Cに熱してメチールオレンヂ指示藥を用い標準臭素酸液にて滴定する。其の所要cc數から全砒素の百分率を砒酸(As_2O_5)として算出する。

2. 水溶性砒素

試　藥

(a) 標準沃度液　約N/20液を次のようにして調製する。純粹の沃度6.35gを其の倍量の沃度加里とよく混和し、小量の水に溶解後濾過し、1ℓに稀釋する。此の液の濃度は次のようにして定める。標準亞砒酸液（a）50ccを三角フラスコに取り、滴定實施に於ける容積まで稀釋し、重炭酸曹達にて中和し、尙4-5gを過剩に加える。而して三角フラスコを振盪し乍らビューレットから沃度液を滴下し、黃色の消失緩慢となつた時、澱粉指示藥（b）5ccを加え再び沃度液を1滴宛滴下し永久性

の青色を得るに至りて止める。斯くして沃度液の所要cc數と標準亞砒酸液の所要量とから沃度液の亞砒酸に對する値を算出し之に1.1617を乘じ砒酸(As_2O_5)に對する値を求む、標準沃度液は變質し易いから其の値を時々標準亞砒酸液に對して檢定補正する。

(b) 澱粉指示藥　細粉末の馬鈴薯澱粉2gに冷水を加えて糊狀とし煮沸水200cc中に攪拌し乍ら注ぎ入れ直ちに加熱を中止する。

(c) チオ硫酸曹達液　約N/40の液を作る。卽ち結晶チオ硫酸曹達（sodiumthiosulfate $Na_2S_2O_3 5H_2O$）13gを水に溶解し500ccに稀釋する。

定　量　法

粉末試料2gを三角フラスコに移し、使用前に煮沸し室溫に放冷したる蒸溜水100ccを加え10分間煮沸する。然る後直ちに炭酸を含まない蒸溜水を以て1ℓの定容フラスコ中に洗い入れ1ℓに充す。放冷後濾過し透明な濾液を一定量採り砒酸の定量を行う。卽ち濾液500ccを三角フラスコに移し濃硫酸3ccを加えて煮沸蒸發し約100ccに減少した時沃度加里1gを加え煮沸を繼續し遂に約40ccに濃縮する。冷却後約200ccに稀釋し、チオ硫酸曹達液を1滴宛滴下し、沃度の色を完全に消失させる（此の際澱粉指示藥の使用を避ける）。重炭酸曹達にて中和し、尙4－5g過剩に加え標準沃度液を以て滴定する。卽ち黃色の消失緩慢になつた時澱粉指示藥5ccを加え沃度液を1滴宛滴下し、永久性の青色が得られたらやめる。

同一の試藥及容量を用い同樣の操作を行い同樣の青色を得るに要する標準沃度液の量を求めて補正を行い、標準沃度液の所要cc數から水溶性砒素の百分率を砒酸（As_2O_5）として算出する。

3. 酸　化　鉛

粉末試料0.5gをビーカーに入れ稀硝酸（1＋4）約25ccを加えて砂皿上にて加熱溶解する。若し不溶物ある時は濾過した後少くとも400ccに稀

釋し加熱して殆んど煮沸に至らしめ、强アムモニア水を僅かに沈澱を生ずる程度に加え次に稀硝酸(1＋9)を加えて其の沈澱を溶解し尙1-2cc過剩に加う。而して殆んど煮沸するまで加熱しつつ10% 熱クローム酸加里液50ccを絶えず攪拌し乍ら加う。熱い間に豫め140-150°C に熱し且つ秤量せるグーチクルシブルにより上澄液を濾過し沈澱は傾斜法によりて熱湯を以て數回洗滌したる後クルシブル中に全部移し入れ尙濾液が全く無色となるまで洗滌する。クローム酸鉛は140-150°Cにて乾燥し恒量とする。クローム酸鉛の重量より係數0.6906を用いて酸化鉛(PbO)の百分率を算出する。

此のクローム酸鉛の沈澱は微量の砒酸鉛を含有することがあり、計算値が稍高すぎることもあるが其の誤差は0.1—0.2% 以上に達することは稀である。

砒　酸　石　灰

1. 全　砒　素

試　　藥

砒酸鉛の項に準ずる。

定　量　法

砒酸鉛の項に準ずる。

2. 水 溶 性 砒 素

試　　藥

(a) チモールフタレイン指示藥　チモールフタレイン(thymolphtalein) 1g を酒精100cc に溶解する。

(b) 炭酸液　蒸溜水に炭酸瓦斯を通じ、之をN/50苛性曹達液にて檢定し約N/50の炭酸液を調製する。炭酸液は時々調製し新鮮なるものを使用する。

(c) 硫酸ヒドラヂン液　硫酸ヒドラヂン (hydrazinesulfate) 20g及び臭化曹達 (NaBr) 20g を鹽酸(1＋4) 1ℓ に溶解する。

(d) 標準臭素酸液　砒酸鉛の項に準ずる。

定　量　法

試料 0.5g を 250cc の三角フラスコに移し、使用前に煮沸し 30°C に放冷した蒸溜水 100cc を加え 30°C に保ちつつ 1 時間毎に 1 分間振盪し 3 時間後チモールフタレイン指示藥 3 滴を加え炭酸液を以て青色の消失するに至るまで滴定する。多くの場合數分内に再び青色を呈することがあるから尙炭酸液を數滴追加する。屢々試料によりては斯の如き青色の永久性消失に達する爲に數時間に亘つて炭酸液の追加を必要とすることあり褪色後炭酸を含まない蒸溜水で 250cc に充し尙 8 時間目まで 1 時間毎に 1 分間振盪し 24 時間を經過させる。次に乾燥濾紙にて濾過し濾液 100cc を採り砒素の定量を行う。砒素の定量は砒酸鉛の水溶性砒素定量法に準じて行う。

砒　酸　鐵

1. 全　砒　素

試　藥

(a) 標準亞砒酸液　砒酸鉛の項に準ずる。

(b) 標準臭素酸液　砒酸鉛の項に準ずる。

(c) メチールオレンヂ指示藥　メチールオレンヂ (methylorange) 0.1g を水に溶解し 100cc に稀釋する。

定　量　法

砒素の含量 0.4g を超えない樣試料を秤量し、濃鹽酸 100cc を加えて蒸溜フラスコ中に移し、次に鹽化第一銅 (Cu_2Cl_2) 5 g を加え直ちに蒸溜を行う。而して蒸溜フラスコ内の液が約 40cc に減少した時點滴濾斗から濃鹽酸 50cc を加う。斯く濃鹽酸 50cc 宛加えることを繰り返し蒸溜を續け 200

cc以上の溜出液を得るに至つて中止する。冷却管及び總ての連接導管を充分洗ひ、その洗液及び溜出液は合して1ℓの定容フラスコに移し標線まで稀釋し、よく振盪混合する。この液一定量を採り砒酸鉛の項に準じ標準臭素酸液を以て定量する。

2. 水溶性砒素

試　　薬

砒酸鉛の項に準ずる。

定　量　法

砒酸鉛の項に準ずる。

3. 鐵

試　　薬

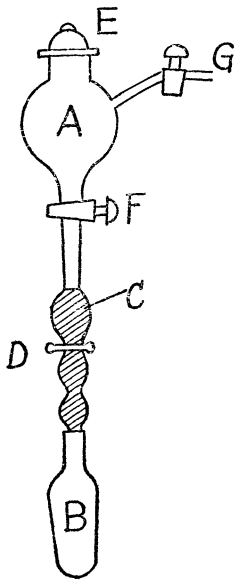
(a) 亞鉛アマルガム　精製した水銀450gと電氣亞鉛10gを200ec定容フラスコに移し稀硫酸(1＋10)の少量にて覆ひ、湯煎上にて加熱し、固形亞鉛の消失するに至りて冷却し、密栓して保存する。

(a) 標準過マンガン酸加里液　過マンガン酸加里3.16gをビーカーに入れ水300ccを加えて溶解しグラスウールを充塡せる漏斗にて濾過し、濾液を1lに充せばN/10液となる。正確な濃度は標準蓚酸曹達液を用いて檢定補正する。

定　量　法

前記鹽化第一銅法にて砒素を溜出したる殘溜液をビーカーに採り、硝酸を加えて煮沸した後250ccの定容フラスコに移し水を加えて標線まで稀釋しよく振盪混合する。其の100ccをビーカーに採りアムモニア水にて强アルカリ性とすれば沈澱を生ずる。この沈澱を濾過し、洗滌後稀硫酸(1＋4)20ccに溶解させ亞鉛アマルガムにて還元する。亞鉛アマルガムによる

還元には先つ裝置の瓶Bとゴム管Cとを連結して之に水を滿たし次に分液漏斗Aに少量の水を入れコックFを開いたままゴム管Cを分液濾斗Aの下端の硝子管に挿入しゴム管Cを壓して硝子管中の空氣を完全に水と置換させピンチコックD及びコックFを閉じEより上記の試料溶液25ccを注加する。次に過マンガン酸加里の炭酸曹達溶液と濃硫酸とにて洗滌した炭酸瓦斯をコックGより送入して分液漏斗A内の空氣を炭酸瓦斯と置換し直ちにE及びGを閉じて少くとも10分間激しく振盪し、暫時靜置後Fを少しづつ開いて亞鉛アマルガムの細粒を落下し水と置換させ隨時Dを開いてアマルガムを瓶Bに移す。かくして最後のアマルガムがFを流下した時ゴム管Cを指にて壓しアマルガム上の溶液を悉くF上に昇らせてコックFを閉じ溶液とアマルガムとを完全に分離する。分液漏斗A内の溶液はFを通し濾紙にて500ccの三角フラスコに入れ分液漏斗Aの内壁及濾紙を稀硫酸（1＋10）にて洗滌する。この溶液を標準過マンガン酸加里液にて滴定し、其の所要量より鐵の百分率を算出する。



砒酸マンガン

1. 全　砒　素

砒酸鉛の項に準ずる。

2. 水溶性砒素

砒酸鉛の項に準ずる。

3. マ　ン　ガ　ン

試　　藥

(a) 標準過マンガン酸加里液　過マンガン酸加里15.803gを新鮮なる蒸溜水に溶解し、1ℓに稀釋する。石綿を布いたグーチクルシブルにて濾過し、數日間暗所に放置したる後次の如くしてその濃度を決定する。

純粋なる蓚酸曹達($Na_2C_2O_4$)0.5gを水に溶解し稀硫酸(1＋4)25ccを加え200ccに稀釋する。約70°Cに熱し、過マンガン酸加里液にて滴定し淡紅色を呈するに至りて止める。所要cc數より過マンガン酸加里液の濃度（約N/2）を算出する。

(b) 亞鉛華乳

酸化亞鉛（ZnO）を水中で混和し、クリーム狀にする。

定　量　法

試料5gをビーカーに入れ水100ccと濃鹽酸20ccを加え煮沸溶解させる。冷却後定容フラスコに移し、500ccに稀釋する。50ccをビーカーに採り水100ccにて稀釋した後亞鉛華乳を少量宛加え鐵を沈澱させる。濾過することなく直ちに標準過マンガン酸加里液にて滴定し上層液が淡紫紅色を呈するに至りて止める。標準過マンガン酸加里液の所要cc數より係數0.01304を用いてマンガン(MnO_2)の百分率を算出する。

弗加砒酸石灰

1. 全　砒　素

砒酸鉛の項に準ずる。

2. 水溶性砒素

砒酸石灰の項に準ずる。

3. 全　弗　素

試　　藥

(a) 鹽化加里酒精溶液　鹽化加里(KCl)60gを使用前に煮沸し室溫に冷却

した蒸溜水400ccに溶解し中性の酒精(95%)400ccを加える。而してフェノールフタレインを以て檢定し、若し中性でないときは苛性曹達液又は鹽酸を以て正しく中性とする。

(b) 標準苛性曹達　約N/5液を炭酸鹽を含有しないように調製する。

(c) メチールオレンヂ指示藥　メチールオレンヂ(methylorange) 0.1gを水に溶解し100ccに稀釋する。

定　量　法

試料0.5gを小型ビーカーに移し、水20—25ccを以て處理する。微粉沈澱珪酸0.3g及びメチールオレンヂ指示藥數滴を加え濃鹽酸を滴下し溶液に永久性微紅色を呈させ而して尚鹽酸を2cc過剰に加え時計皿にてビーカーを覆い1分間煮沸する。室温に冷却後固形鹽化加里4gを加え全部溶液する迄攪拌を行う。酒精(95%)25ccを加え、屢々攪拌を行い乍ら1時間經過後濾紙の上にアスベストを敷いたグーチクルシブルを以て濾過する。沈澱は鹽化加里酒精溶液にて洗滌する。而して其の洗滌液がフェノールフタレイン指示藥と標準苛性曹達液の1滴によりて呈した赤色を最早消失しなくなつて止める(普通3-4回の洗滌を行う)。グーチクルシブル及び内容物を400ccのビーカーに移し、使用前に煮沸した水100cc及びフェノールフタレイン指示藥1-2cc加え加熱後標準苛性曹達液を以て滴定を行う。この際滴定は煮沸中に完了させる。所要cc數から弗素(F)の百分率を算出する。

N/5 NaOH 1cc＝弗素(F) 0.0057g

(硼素、アルミニウム及び多量の除蟲菊粉を含有しない場合に適用する。)

銅製劑一號
銅製劑二號
銅製劑三號
有機銅製劑
低含銅製劑

銅

試　　藥

(a) 稀鹽酸液　濃鹽酸1容に水4容を加う。

(b) 30%沃度加里液　沃度加里30gを水に溶解し100ccに稀釋する。

(c) 澱粉指示藥　細粉末の馬鈴薯粉2gに冷水を加え糊狀とし、煮沸水200cc中に攪拌しながら注ぎ入れ直ちに加熱を中止する。

(d) 標準チオ硫酸曹達液　チオ硫酸曹達($Na_2S_2O_3\,5H_2O$) 24.822gを蒸溜水に溶解し、1ℓに稀釋すればN/10液となる。此液の1ccは銅0.006357gに相當するが正確な濃度は標準沃度液によつて檢定する。尙次の方法によつても決定し得る。

純粹な銅箔0.2を正確に秤量し250ccのフラスコに入れ稀硝酸(1+1) ccを加え加熱溶解後50ccに稀釋し煮沸して赤煙を追い出し、强臭素水(bromine water) 5ccを加え再び煮沸して臭素を完全に除去する。次で火上より降し强アンモニア水を僅かに過剩(約7cc)に加え再び煮沸し過剩のアンモニアを除去する。アンモニアが全く除去された時は液は變色し一部沈澱を生ずるからよく判別し得る。次に强醋酸を少しく過剩(80%醋酸3-4cc)に加え1分間煮沸し室溫に冷却したる後30%沃度加里液10 ccを加え直ちにチオ硫酸曹達液を滴下して褐色淡くなるに及び澱粉指示藥を加えて著しき青色を呈せしめた後注意して滴定を繼續し遊離沃度によりて生じた青色が全く消失した後(青

色は終點に近づいて淡紫色に變化する。此際チオ硫酸曹達液を1滴毎に暫らく間を置いて反應を完成させる時は1滴以內に於て容易に終點の決定をなし得る）チオ硫酸曹達液の所要 cc 數及銅の量から其の濃度を算出する。

定　量　法

試料1－2gを稀鹽酸（1＋4）25ccに溶解する。若し不溶解物ある場合は濾過を行い透明液とする。全容を約50ccに稀釋し强アムモニア液を過剩に加えた後煮沸して過剩のアムモニアを驅逐する。この點は液色の變化と部分的沈澱の生成によつて知り得る。

次に强醋酸（80%）3—4ccを加え、1—2分間煮沸し冷却後30%沃度加里液10ccを加え標準チオ硫酸曹達液にて滴定する。卽ち標準チオ硫酸曹達液を滴下し褐色淡くなるに及び澱粉指示藥を加えて滴定を繼續し遊離沃度によりて生じた靑色が全く消失するに至つて止める。標準チオ硫酸曹達液の所要cc數から銅（Cu）の百分率を算出する。

石灰硫黃合劑

全硫化態硫黃

試　藥

(a) アムモニア性鹽化亞鉛液　純鹽化亞鉛50gを水約500ccに溶解し、强アムモニア水125cc及び鹽化アムモニウム50gを加え1ℓに稀釋する。

(b) 稀鹽酸液　濃鹽酸1容に水4容を加う。

(c) 鹽化バリウム液　鹽化バリウム10gを水に溶解し100ccに稀釋する。

定　量　法

溶液約10gを250ccの定容フラスコに移し、使用前煮沸し室溫に冷却した水にて直ちに標線まで稀釋し充分混合する。250ccのビーカー中に豫め

10–15cc の水を入れ上記稀釋液 10cc をピペットに採りその先端をビーカー中の水の表面に正しく接せしめて移し入れ最後の滴下に至つてピペットを上げる。秤量の度毎に綺麗な乾いたピペットを用いる。その溶液中の全硫黄を沈澱させるに必要なアムモニア性鹽化亞鉛液の量よりも少し過剩に加え（約 5 cc）充分に攪拌し濾過する。沈澱は冷水で 2 回洗滌し濾紙及沈澱は最初使用したビーカー中に移す。水にて覆ひ硝子棒にて紙を碎き時計皿にてビーカーをよく覆ひ乍ら過酸化曹達約 3 g を加う。屢々攪拌しつつ湯煎鍋上にて溫め全部の硫黄を硫酸に酸化せしめる（この變化は黄色の消失によりて知り得る)。而して若し必要あれば過酸化曹達を追加する。稀鹽酸にて僅かに酸性とし、濾紙の破片を除くために濾過し熱水にて充分洗滌する。濾液を約 300cc に稀釋し鹽酸にて强酸性とし沸騰するまで熱し、絶えず攪拌しつつ鹽化バリウム液を徐々に加う。鹽化バリウム液はその必要量（硫酸バリウム 1 g に對し 1 cc の割合）を加え終るに約 4 分間を要する程度の早さにて加う。此の速度は鹽化バリウム液を入れたビューレツットの先端に適當の毛細管をつけることによりてよく調節し得る。湯煎上にて蒸發乾固し、熱水にて處理し定量濾紙にて濾過し鹽化物の反應を呈しなくなるまで洗滌を行う。沈澱は注意して灼熱し、恒量とする。硫酸バリウムの重量より係數 0.1374 を用いて全硫化態硫黄の百分率を算出する。

水和硫黄劑

全硫黄

試藥

(a) 二硫化炭素　遊離硫黄を含有しないもの。

定量法

試料 1－2 g を漏斗中の乾燥濾紙上に移す。漏斗の下には豫め秤量したビーカーを置き二硫化炭素を試料に注ぎ硫黄を溶解抽出させる。

總ての硫黄が抽出される迄、二硫化炭素を少量宛注いで抽出を行う。ビーカーは火焔を避けて室溫又は湯煎上に於て二硫化炭素を揮發させる。然る後100–105°Cにて15－20分間乾燥し冷却後秤量する。其の重量より硫黄の百分率を算出する。

注意　昇華硫黄は完全に二硫化炭素に溶解しないから酸化法を適用する。

水銀製劑一號

水銀製劑二號

塗沫用水銀製劑

水　　銀

試　　藥

(a)　過酸化水素液　過酸化水素30%液。

(b)　過マンガン酸加里液　過マンガン酸加里液5 g を水に溶解し100 cc に稀釋する。

定　量　法

試料0.2－0.5g を磨り合せの空氣冷却管を有する 200cc の三角フラスコに移す。濃硫酸10cc を加え、冷却管を連結し、試料を總て酸とよく接觸させるようフラスコを廻轉する。次に冷却管を通じて過酸化水素液 3－5 ccを滴々加えた後フラスコを廻轉し混和する。活潑な反應が終つた後弱い火焔上にて15－20 分加熱し過酸化水素液を尙5 cc 追加し、有機物が全く分解されるまで加熱を繼續する(分解完了は透明液になることにより認め得る)。必要あれば尙過酸化水素液を追加する。フラスコの加熱を中止し、冷却するを待つて冷却管内を洗い落す。これに過マンガン酸加里液を液が淡紅色を呈するまで滴下し殘存する過酸化水素を分解し、ビーカー中

に濾過する。液量を約200ccに稀釋し硫化水素を通じて水銀を沈澱させる。豫め秤量したグーチクルシブルにて濾過洗滌し沈澱物は105－110°Cの乾燥器中にて乾燥する。共存のおそれある硫黄を除去するために乾燥した沈澱物を二硫化炭素にて洗い、再び乾燥の上秤量する。この硫化水銀(HgS)の量に0.86219を乗じ水銀(Hg)の百分率を算出する。

除蟲菊粉

ピレトリン

試藥

(a) ベンゾール　化學用ベンゾールを1％苛性曹達液にて二回反復振盪後水洗し、鹽化石灰で脫水蒸溜する。

(b) 石油エーテル　ベンゾールの代りに豫め5°C間隔に分溜した石油エーテルを抽出用には夏期は40－50°Cの部分を、冬期は30－45°Cの部分を用い第一菊酸抽出用には50－80°Cのものをベンゾールと同樣にアルカリ處理する。

(c) 標準苛性ソーダ液　最純苛性曹達10gを同量の水に溶解し不溶の炭酸鹽を沈澱させた後上澄液を計算量採取し、豫め煮沸し炭酸瓦斯を去つた蒸溜水約800cc中に加えN/50硫酸液に對しフェノールフタレインを指示藥として正確にN/50とする。

(d) 標準硫酸液　分析用濃硫酸1gを蒸溜水で1000ccに稀釋し、標準苛性曹達液に對しフェノールフタレインを指示藥として檢定補正し正確にN/50とする。

(e) 苛性曹達酒精液　最純苛性曹達10gを秤量し蒸溜水10ccに溶解し局方酒精で500ccに稀釋しN/2液を調製する。不溶の炭酸鹽を生ずる時は濾過する。

(f) 鹽化バリウム液　鹽化バリウム($Ba\,Cl_2\,2H_2O$) 60gを水450ccに溶解

する。

(g) エーテル　工業用エーテルは鹽化石灰を加え分溜管を附して分溜した後、又局方エーテルは直ちに 1 % 苛性曹達液にて振盪洗滌後、脫水蒸溜する。

(h) 酸性白土　市販良質のもの。

定　量　法

試料（徑 0.5mm以下の孔を有する篩を通過させる）15g を 300cc の三角フラスコに移しベンゾール 150cc を加え夏期は室溫で、冬期は 20－30°C の恒溫槽中で、20 時間浸漬抽出を行う。濾液 100cc を 150cc 丸底フラスコに採り湯煎中で加熱してベンゾールを溜去する（此際ベンゾールの代りに豫め分溜した沸點 30 － 50°C の石油エーテルにてソックスレー抽出器を用い1夜浸漬後 7－8 時間抽出し、抽出液は湯煎中で加熱して石油エーテルを完全に回收する。）

以上の方法で得た抽出物にエーテル 75cc を加え少時緩かに振盪して溶解し 300cc の分液漏斗に移し、更に容器を少量のエーテルで洗い 1 %苛性曹達液 50cc を加えて輕く振盪し遊離酸及び其の他の可溶物を除去する。分液後更に 1 %苛性曹達液 50cc で振盪し殘存する可溶物を分つ。次でエーテル層を水 50 cc で洗滌する。2 回の苛性曹達洗液及び洗滌水を集め鹽析後エーテル 50cc で振盪し、分液後全エーテルを丸底フラスコに集め湯煎中で完全にエーテルを溜去する。此の抽出物に苛性曹達酒精液 15cc を加え湯煎上で 1.5 時間逆流冷却器を附し加熱沸騰させる。加水分解後、酒精を完全に溜去し、殘渣に水 100cc を加え良く振盪して溶解し、豫め酸性白土 1 g を入れた 250cc 定容フラスコに洗い入れ鹽化バリウム液 15cc を加え振盪後水を以て 250cc に充す。濾液 200cc を水蒸氣蒸溜フラスコに採り、20%硫酸 5cc を加え水蒸氣蒸溜を行い溜出液 250cc を得て止める。溜出液は長型分液漏斗に移し、ベンゾール 50cc を加えて數分間激しく振盪

して分液する。此際生ずる混濁は少量の食鹽を加えると直ちに消失する。水層は更にベンゾール50ccで振盪分液する。各ベンゾール溶液は別々の小型分液漏斗に移し順次水10ccで洗滌し、更に水10ccを以て順次洗滌を反覆し全ベンゾール溶液を1個の分液漏斗に集め、一定量（普通10cc）の標準苛性曹達液と豫めフェノールフタレイン1滴を加えて中和した水5ccを加え約2分間激しく振盪し、暫時靜置後分液せず直ちに標準硫酸液で逆滴定し、消費された標準苛性曹達液の量から第一菊酸及びピレトリン1の量を求め次で其の百分率を算出する（此際ベンゾールの代りに豫め分溜した沸點50—80°Cの石油エーテルを用いるも差支えない）。

前記水蒸氣蒸溜に於ける殘溜液は冷却後吸引濾過し、蒸溜フラスコ及び濾紙を少量の水で洗滌し、濾液は食鹽飽和後長型分液漏斗に移し、エーテル50cc宛で3回振盪分液し、各エーテル溶液は3個の小型分液漏斗に移し水10cc宛で2回順次に洗滌後全エーテル溶液を300ccの三角フラスコに移し、湯煎中で加熱してエーテルを溜去し、乾燥器中で100°Cで10分間乾燥する。之に中性酒精2ccを加え溶解後水20ccを加え一旦沸騰させた後放冷する。若し不要の殘渣ある場合は小型の目皿漏斗を用いて濾別する。然る後フェノールフタレイン1滴を指示藥として標準苛性曹達液で滴定し1滴の滴下に依り振盪しても少時僅かに微桃色が殘るのを限度として其の所要cc數から第二菊酸及びピレトリンIIの量を求め其の百分率を算出する。

N/50 NaOH 1cc = 第一菊酸 3.34 mg
= ピレトリンI 6.56 mg
= 第二菊酸 I.97 mg
= ピレトリンII 3.72 mg

除蟲菊乳劑 1.5
除蟲菊乳劑 3

ピレトリン

定　量　法

除蟲菊粉中のピレトリン定量法を次の様に改變する。

試料を良く振盪後、除蟲菊乳劑 1.5 は 5 g 除蟲菊乳劑 3 は 2.5g を秤量し水蒸氣蒸溜フラスコ中へ水約 200cc で洗い込み稀硫酸（1＋4）にて微酸性とし、水蒸氣蒸溜を行い溜出液 50cc を得て止める。殘溜液は冷却後長型分液漏斗に移し、水約 100cc で容器を洗い食鹽飽和後エーテル 50cc を加え數分間激しく振盪する。分液後水層は更にエーテル 50cc で振盪し同樣の操作を 3 回反覆する。全エーテル液を分液漏斗に集め 1％苛性曹達液（若しくは飽和重曹液）50cc 宛を以て 2 回振盪分液する。分液後全苛性曹達液（若しくは飽和重曹液）を合し三角フラスコ中に集め湯煎中にてエーテルを完全に溜去する。以後の操作には鹼化に用うる苛性曹達酒精液及び鹽化バリウム液夫々の 30cc を用い從つて水蒸氣蒸溜に當つて 20％硫酸 10cc を用うることとし其他は除蟲菊粉の場合に準じて行う。

除蟲菊エキス 6

ピレトリン

定　量　法

除蟲菊粉中のピレトリン定量法を次の樣に改變する。

試料 1.5g を秤量し丸底フラスコに移し、エーテル 75cc を加え湯煎中にて少時加溫溶解し放冷後分液漏斗に移し、1％苛性曹達液（若しくは飽和重曹液）50cc 宛を以て 2 回振盪分液する。以後の操作には鹼化に用うる苛性曹達酒精液及び鹽化バリウム液を夫々 30cc を用い、從つて水蒸氣蒸溜に當つて 20％硫酸 10cc を用うることとし、其他は除蟲菊粉の場合に準

じて行う。

硫酸ニコチン

ニコチン

試　　藥

(a) 硅タングステン酸液　硅タングステン酸($4H_2O\,SiO_2\,12WO_3\,22H_2O$) 120g を水に溶解し1ℓに稀釋する。但し硅タングステン酸には數種あり、其の內 $4H_2O\,SiO_2\,10WO_3\,3H_2O$ 及び $4H_2O\,SiO_2\,12WO_3\,20H_2O$ の組成を有する酸はニコチンと結晶性沈澱を作らないから使用してはならない。

(b) 苛性曹達液　苛性曹達 400g を水に溶解し1ℓに稀釋する。

(c) 稀鹽酸液　濃鹽酸1容に水4容を加う。

定　量　法

試料 0.5g を 500cc の丸底蒸溜フラスコ中に少量の水にて洗い入れ發泡を防ぐために少量のパラフィン及び2－3片の輕石を加え次にフェノールフタレインを指示藥として少しく過剩の苛性曹達液を加う。而して稀鹽酸 10cc を入れた1ℓ定容フラスコを受器として連接した冷却器を通じて急速に水蒸氣蒸溜を行う。蒸溜に際しては突沸又は不當の不溶解物質の分離を起さない樣蒸溜フラスコを熱して出來るだけ液の容積を減ずる。溜出液の數 cc をとり硅タングステン酸の1滴及び稀鹽酸液の1滴にて處理し何等の曇り或は混濁を起さなくなるまで蒸溜を繼續する。次に蒸溜フラスコ內の殘液のアルカリ性をフェノールフタレイン指示藥にて確める。溜出液は1ℓに稀釋し、よく混合する。若し透明でない時は乾燥濾紙にて濾過する此の溜出液の1部分をとりメチールオレンヂ指示藥にて酸性を確める。新たに溜出液 100cc をビーカーに移し、稀鹽酸液 3cc を加え加熱し乍ら硅タングステン酸液 3－5 cc を加う。結晶を大ならしむる爲に攪拌加熱と冷却とを數回反覆しその後1夜靜置する。無灰濾紙にて濾過し沈澱は冷稀

鹽酸液（1＋1000）にて洗滌する。濾紙及び沈澱は豫め秤量した白金坩堝に移し注意深く乾燥した後總ての有機物が燒失するまで灼熱する。尙約10分間以內激しく灼熱後冷却後恒量とする。この重量に0.1140を乘じニコチン量を求め次でその百分率を算出する。

デ　リ　ス　粉

結晶ロテノーン

試　　藥

(a)　クロロホルム　水及び酸を含有しないもの。

(b)　四鹽化炭素　水及び酸を含有しないもの。

(c)　ロテノーン飽和四鹽化炭素液　四鹽化炭素に純ロテノーンを過剩に加え加熱溶解後氷槽中に入れ1夜0°Cに保ち使用直前に濾過する。又は純ロテノーン0.27gを四鹽化炭素100ccに溶解し使用に際し0°Cに冷却の上供用する。

(d)　ロテノーン飽和酒精液　95%酒精に純ロテノーンを溶解飽和させる。

定　量　法

試料30gを約500ccの細口試藥瓶に移しクロロホルム300ccを加え密栓し振盪器を以て5時間振盪を行う。次いでペトリ皿の蓋を用意した漏斗に襞附濾紙を附し蒸發を防止し乍ら急速に濾過する。濾液200ccを三角フラスコに移しクロロホルムを蒸發回收する。殘溜物を70—80°Cに加熱後鹽化石灰を入れた眞空乾燥器中にて恒量とする（其の量を5倍すればクロロホルム抽出物の百分率を得る）、クロロホルム抽出物に正確に四鹽化炭素25ccを加え徐々に加熱し溶解させる。この三角フラスコを氷槽中に入れ數分間冷却する。この際若し必要あれば"ロテノーン四鹽化炭素"の極少量を接種する。三角瓶は密栓し氷室中に1夜放置し"ロテノーン四鹽化炭素"の結晶を析出せしめる。若し結晶の析出少い時は最後の秤量の際に

純ロテノーン量が1gになるよう豫め純ロテノーンの一定量を正確に追補し加熱溶解の上再び結晶させる。結晶は氷冷し乍ら目皿を附した小漏斗内に減壓吸引し捕集する。三角フラスコの内面に附着した結晶及び樹脂を洗い取る爲め出來るだけ少量（10－20cc）の氷冷したロテノーン飽和四鹽化炭素液を以て洗滌し漏斗内に移す。斯くして得た結晶は室溫にて眞空乾燥の上秤量し、之を“粗ロテノーン一四鹽化炭素”の量とする。“粗ロテノーン四鹽化炭素”の量は4gを越えさせぬよう試料採取の際注意する必要あり。さうでなければ洗滌は不完全となる。次にこの結晶を乳鉢にて良く混合粉碎し1gを30ccの三角フラスコに採り、ロテノーン飽和酒精液5ccを加え（“粗ロテノーン四鹽化炭素”の量が1gに滿たない場合はこれに比例して少量の酒精を使用する）1—2分間沸騰させた後氷室にて10數時間冷却する。析出した結晶は減壓濾別し同じく冷却したロテノーン飽和酒精液10－15ccを以て洗滌する。斯くして得た結晶を105°Cに加熱乾燥するか又は眞空乾燥して恒量とする。斯くして得た量に0.07gを加う。この0.07gは當初使用した四鹽化炭素25cc中に溶解し去つたロテノーンに對する補正量である。若し先に純ロテノーンを追補した場合は上記の量よりこれを差引く。此の値を前記“粗ロテノーン四鹽化炭素”の量に乘じて“結晶ロテノーン”量を求め、その百分率を算出する。

（參　考　法）

定　量　法

試料20－50gを濾紙筒に移しソックスレー抽出器を用いエーテルにて16時間抽出を行う。抽出完了後エーテル溶液は湯煎上にて加熱しエーテルを溜去する（抽出物は鹽化石灰を入れた眞空乾燥器中で恒量とすれば其の百分率を得る）全エーテル抽出物は其の重量の3倍量のエーテルを加え結晶あれば細かく碎き又樹脂物質は完全に溶解させる。これを氷室中に1夜放置しロテノーンの結晶を析出させる。次で圓盤濾紙を詰めたグーチク

ルシブルにて濾過し、母液を除去する爲に氷冷したエーテル10—15ccを以て洗滌し濾液の色が消失するに至らしめる。3—5分間吸引後105°Cにて乾燥恒量となし結晶ロテノーンの量を求め其の百分率を算出する。

機械油乳剤

全油分

定量法

試料約10gをバブコック、クリーム瓶(babcock cream bottle)に採りて熱水約10ccにて稀釋し稀硫酸(1＋1) 5－10ccを加う。油の分離を促す爲に湯煎鍋に約5分間漬け次に油層をクリーム瓶の頸部の目盛内に至らしめるに足る丈の飽和食鹽水を加え1分間1200回轉の遠心分離機にて5分間回轉したる後冷却するを待ち、油層の容積を讀み、その比重を決定し而してこれ等の値からその重量及び百分率を算出する。此の百分率の値から別に求められた脂肪酸（若し存在すれば石炭酸類も）の百分率を減じ試料中の油の百分率を算出する。

（參考法）

試藥

(a) 30%硫酸液　濃硫酸30gを水にて稀釋し100ccとする。

定量法

試料50gを100ccの定容シリンダーに移し、30%硫酸50ccを加う。湯煎に漬け時々振盪混合しつつ約60°Cに2時間保ちたる後1夜靜置させ分離した油層の容積を讀みその比重を決定し、而してこれ等の値よりその重量及び百分率を算出する。

ソーダ合劑

遊離苛性アルカリ

方法1

試　　藥

(a) N/10鹽酸液　常法により調製する。

(b) 鹽化バリウム液　鹽化バリウム($BaCl_2 2H_2O$)10gを水に溶解し100ccに稀釋する。

(c) 煮沸蒸溜水　蒸溜水を煮沸して炭酸瓦斯を追出し炭酸瓦斯を吸收しないよう注意し室溫まで冷却する。

(d) フェノールフタレイン指示藥　フェノールフタレイン（phenolphthalein）1gを酒精100ccに溶解する。

定　量　法

試料粉末ならば1g、液狀ならば5gを迅速に秤量し煮沸蒸溜水に溶解する（此際熱を加えて溶解しても可）而して之を250cc定容フラスコに移し鹽化バリウム液5ccを加えた後煮沸蒸溜水にて標線まで稀釋する。混合後乾燥濾紙を用い且つ空氣の接觸を出來るだけ避け乍ら迅速に吸引濾過する。濾液25ccを200ccの三角フラスコに移し煮沸蒸溜水を以て適當に稀釋を行いフェノールフタレイン指示藥を用いてN/10鹽酸にて滴定するその所要量に0.004を乘じ苛性曹達の百分率を算出し遊離苛性アルカリ量とする。

方　法　2

試料着色し、方法1の適用出來ない場合に用う。

試　　藥

(a) N/10鹽酸　方法1に準ずる。

(b) 中性酒精　95%酒精をフェノールフタレイン指示藥を用い稀苛性曹達液（約N/10）を以て正確に中和する。

定　量　法

試料0.5gを100ccの定容フラスコに移し中性酒精を適量加えよく振盪する（此際加溫しても差支なし）標線まで中性酒精にて稀釋し混合後乾燥

濾紙を用い且つ空氣の接觸を出來得る限り避け乍ら迅速に濾過する。濾液25ccを200cc三角フラスコに移し煮沸蒸溜水を以て適當に稀釋しフェノールフタレイン指示藥を用いてN/10鹽酸にて滴定する。このcc數に0.004を乘じて苛性曹達の百分率を算出し遊離苛性アルカリ量とする。