

~~중~~
D.D.V.P (C₄H₇O₄P) 의定量法에關하여

~~중~~
중어위크

藥品檢定科

I 緒 論

D.D.V.P. 石油溶液과 γ-B.H.C. 와 D.D.T. 를 混用한 D.D.V.P. P. 의 石油溶液에서 D.D.V.P. 를 定量하고자 하여 前者에 있어서는 雜質成分을 定量하여 D.D.V.P. 量을 算出하였고 後者에서는 雜質을 定量하는 方法을 適用할때 γ-B.H.C., D.D.T. 의 障害 與否를 檢討하였음.

II 實 験

材 料	99% D.D.V.P.	市販品
	γ-B.H.C.	"
	D.D.T.	"
	石 油	"
試 藥	N/10 水酸化나트륨液	이소부 로밀알콜고을- 중어위크
	N/10 鹽 酸	金陵나트륨
	N/10 窒酸銀液	窒 酸
	N/10 유식안화암모늄液	黃 酸
	모리브덴酸암모늄試液 (K.P.)	

錄 作 1 雜의定量..... C₄ H₇ O₄ P₂ 約 30mg 의 對應量을 精密히 稱取하여 窒酸 80cc, 鹽化第二鐵 0.015, 窒酸카뮌 0.3g 을 加하고 注意해서 NO₂ 의 赤褐色 gas 가 出來될때

까지 加熱함. 다시 50% 醋酸 3cc 를 加하여 SO₃ gas 의 白
 煙이 出나올때까지 加熱함. 鹽安모니아水 10cc 를 加하여 窒酸
 으로 中和하고 다시 窒酸 5cc 를 加하여 55±5°c 로 加溫함.
 50°c 의 모리브덴酸 ^{도유} 試液 50 cc 를 加하고 55±5°c 에서
 3時間維持하여 生成한 黃色沈澱을 1% 窒酸다음에 1% 窒酸카
 롬으로 洗滌하여 洗液이 中性이 될때까지 繼續함. 이沈澱을
 N/10 水酸化나트륨液 50 cc 에 녹히고 殘余의 alkali 를 N/10
 鹽酸으로 逆測定함.

$$\begin{aligned} N/10 \text{ NaOH} 1\text{cc} &= 0.1347\text{mg} - P \\ &= 0.9610\text{mg} - C_4 H_7 O_4 P Cl_2 \end{aligned}$$

2. 鹽素의 定量 C₄ H₇ O₄ P ^{Cl₂} 約 100mg 의 對應
 量을 精密히 秤取하여 이소부르필알코올 30cc 와 紙片으로 한
 金屬나트륨 3.5g 을 徐徐히 加하고 迴流冷却器를 裝置한 容器
 에서 1時間 煮沸함. 다시 50% 이소부르필알코올 15cc 를 徐徐
 히 冷却器上口로부터 加하고 10分間 煮沸함. 물 60cc 를 加하
 고 指示藥으로 靑堊후타레인液을 使用하여 窒酸으로 中和後 다
 시 窒酸 10cc 를 加하고 N/10 窒酸液 25cc 및 니트로벤젠 5cc 를
 加해서 鹽素이온을 鹽化銀으로 沈澱시키고 殘余의 窒酸銀을
 N/10 유씨안암모늄으로 逆測定함.

$$\begin{aligned} N/10 \text{ Ag NO}_3 1\text{cc} &= 3.546\text{mg} Cl \\ &= 22.1\text{mg} C_4 H_7 O_4 P Cl_2 \end{aligned}$$

III. 實驗成績

Sample	Method	NO.	D.D.V.P. Taken(mg)	Found(mg)	Found(%)
D.D.V.P. 0.5 w/v %	P 定量	1	30	29.4	98.0
		2	30	29.5	97.3
		3	30	30.1	100.3
0.5 w/v % Solvent 石油	Cl 定量	1	100	99.8	99.8
		2	100	99.5	99.5
		3	100	99.5	99.5
D.D.V.P. 0.5 w/v % γ-B.H.C. 0.3 w/v % Solvent 石油	P 定量	1	30	29.2	97.3
		2	30	29.3	97.7
		3	30	29.2	97.3
D.D.V.P. 0.5 w/v % D.D.T. 0.3 w/v % Solvent 石油	P 定量	1	30	29.1	97.0
		2	30	29.4	98.0
		3	30	29.2	97.3

IV. 考察 및 結論

D.D.V.P. 만 사용한 殺蟲液에서는 磷. 鹽素를 定量하는 어느方法이라도 D.D.V.P. 를 定量할수있음. D.D.V.P. 와 γ-B.H.C. 或은 D.D.T. 가 併用된 殺蟲液에서는 磷을 定量하는 方法을 適用할때 D.D.V.P. 定量에 있어 γ-B.H.C. 或은 D.D.T. 의 存在가 障礙하지않음.

D.D.V.P. 만 있을때는 定量過程이 比較的 簡單한方法로 定量하는 方法을 適用함이 可하고 γ-B.H.C. D.D.T. 의 混在時는 鹽素定量으로는 γ-B.H.C. D.D.T. 分子中에 存在하는

因素로 因하여 D.D.V.P. 만의 定量이 不能이므로 磷을 定量
하는 方法으로 充足함。