

- 6) 幸 房夫, 堀場正雄, 北原 一, 村野 敦: 分析化学, 21, 1051 (1972).
- 7) 若園 潔: 除虫菊の化学と応用, 朝倉書店, 1950, p. 48.
- 8) 村山 善, 京極和旭, 井口辰興: 農化, 42, 683 (1968).
- 9) 中西美智夫, 栗山経渡, 工藤 章: 防虫科学, 35, 96 (1970).
- 10) 和歌山県薬事指導所報告, 昭和44年7月 9頁.
- 11) Vernon J. Meinen: *J. of the AOAC*, 55, 907 (1972).

Summary

A method for determination of allethrin (3-allyl-2-methylcyclopent-2-en-4-on-1-yl-di-cis, trans-chrysanthemate) in mosquito coils was developed by gas chromatography. First, the determination of technical allethrin by gas chromatography was studied. The recommended operating conditions were as follows. To about 100mg of technical allethrin β -naphthoquinoline was added as an internal standard. The allethrin was determined under the operational conditions of Table 2.

Secondly, the extraction of allethrin from mosquito coils was investigated. Usually insecticidal pyrethroids have been extracted with acetone from mosquito coils, but allethrin was not extracted completely with this solvent. The highest recovery of allethrin was obtained with the use of methanol as the solvent. More than 95% of theoretical content of allethrin was extracted from coils by Soxhlet extractor. The recommended procedure was as follows. 3~5 grams of powdered coil (80% pass through 100 mesh) were extracted with 100~120ml of methanol for 4 hours in a water bath of 85~90°C by Soxhlet extractor. Ethyl or methyl stearate was added as an internal standard, the solvent was removed in vacuo and the residual matter was dissolved in methanol: acetone (1:1) mixture. The allethrin was determined by gas chromatography under the operational conditions of Table 3.

Under these conditions, the gas chromatograms of coil base extracts and synergists had no influence upon determination of allethrin.

抄 録

トキサフェン：生分解性物質の混合物

Toxaphene Insecticide: A Complex Biodegradable Mixture. John E. Casida *et al.* *Science*, 183, 520 (1974).

工業的なトキサフェンはシリカゲルクロマトグラフイと GLC-MS 法とを組み合わせることにより, $C_{10}H_{11}Cl_{10}$, $C_{10}H_{13-n}Cl_n$ ($n=6, 7, 8, 9$) よりなる少なくとも 175 個のポリ塩素誘導体の混合物であることがわかった。β-メトキシプロピオニトリルとヘプタンを使用しての分配カラム, 及びシリカゲル-ヘキサン吸着カラムを順次反復し, さらに昇華及び再結晶により各成分の精製を試みた。

ハツカネズミの腹膜内急性毒性法により, $C_{10}H_{11}Cl_7$ と $C_{10}H_{10}Cl_8$ の結晶が毒性を呈することが明らかになった。これらはハツカネズミに対し工業製品の 6 倍及び 14 倍毒性が高く, イエバエ局所点滴法で 2 倍及び 4 倍毒性が高い。 $C_{10}H_{11}Cl_7$ は X 線結晶法, MS 法及び NMR より 2, 2, 5-endo, 6-exo, 8, 9, 10-heptachloroborane であると同定された。両者は TLC 及び GLC に

より工業製品中 2~6% 含まれていることが確認された。

哺乳動物における代謝を調べる為に ^{36}Cl 及び ^{14}C でラベルされたトキサフェンをネズミに 14 mg/kg 経口投与し, 脱塩素化と脱離反応を 14 日間調べた。トキサフェンはほとんど排泄前に代謝され, 尿及び糞便中に代謝されないものがそれぞれ 0.7%, 3%, 部分的に脱塩素化された代謝産物が 5%, 21~24% 現われる。排泄された ^{36}Cl の 44~57% は尿中に塩素イオンとして存在する。

代謝速度とその程度を調べる為にシリカゲル-ヘキサンカラムで 7 つの画分に分離したが, これらの成分の中毒ネズミとイエバエとの間の選択性には大差はなく, その毒性は工業製品の 3 倍から 3 倍の範囲であった。この結果多くのトキサフェン成分は, 哺乳動物において, 生体内脱塩素化を受けやすいグループを持ち, C-Cl 結合の約半数は代謝的に不安定である。工業的なトキサフェンの分離, 構造決定, 代謝及び環境残留について, 上述の方法でさらに詳しく決定されるだろう。

(山本敏彦)