

PCP 塩 安 の 製 造 実 験

迫 村 寿 男
角 田 博 博
山 本 泰 男

Preparation of PCP (Pentachlorophenol) - NH_4Cl Mixture as a Herbicide-Fertilizer Combination

Toshio Sakomura

Hiroshi Tsunoda

Yasuo Yamamoto

Two methods of incorporating PCP and NH_4Cl in a combination product, i.e. by blending and coating, have been studied.

In the manufacture of granular mixture by blending powdered Na-PCP and NH_4Cl , mixing a small amount of Na-PCP uniformly into a solid fertilizer is a very difficult task, but it was found that the process is made practically possible by an addition of less than 5% of $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ or soluble starch.

In the method of PCP coating on granular NH_4Cl by spraying organic solvent such as CH_3OH , a good uniform mix was obtained easily, provided adequate size of NH_4Cl granular was used.

In the determination of PCP, the color reaction of 4-aminoantipyrine was utilized with good accuracy.

1. ま え が き

近年 PCP が水田除草剤として脚光をあびているのは、2,4-D等の従来の主要な除草剤では効果のない水田雑草「ノビエ」に対して除草効果が顕著であることと PCP が肥料と混合可能であることが、省力化農業の要望にこたえうるからである。除草剤と肥料との混合は両者の化学的性質はもちろん施用時期、施用部位等の利用面から制約されることも多いが、PCP 肥料は混合可能な数少ない一例であり、すでに PCP 尿素 PCP 石灰窒素および PCP 化成が他の農薬肥料にさきがけて市販されているのは周知のとおりである。

農薬肥料の製造法は種々あるが、大別すれば次の3種類になると考えられる。

- (1) 混合造粒法
- (2) 溶融法
- (3) 被覆法

本報では、PCP 塩安を(1)および(3)によって製造す

る場合に考えられる若干の問題点について実験室規模の検討を加えると共に PCP 肥料中の PCP の定量法について考察した。

2. 実 験 の 部

1) PCP 肥料中の PCP の定量法

PCP の定量法としては、Gottlieb ら¹⁾の4アミノアンチピリン法、メチレンブルーかサフランイン試薬を用いる Haskins 法²⁾、紫外線吸収スペクトル (UV 法) による方法³⁾、PCP の塩素を無機イオンに変えて行う方法⁴⁾の他に PCP アルコール溶液をアルカリ滴定する JIS 法等がある。この中 Haskins 法は再現性のある測定値をうるためにはかなりの熟練を要するようであり⁵⁾、アルカリ滴定法では通常 PCP 中に含まれる TCP その他の酸性物質の影響を免れがたい。UV 法は簡便な方法であるが、PCP と TCP の吸収波長の極大値が近接しているため、適当な波長を選んで混合溶液の吸光度を知り計算によって求めるか、あ

るいは UV 法にさきがけて何らかの方法で PCP と TCP を分離する必要がある。結局 4 アミノアンチピリン法による定量法を検討することにして、Gottlieb 法を追試したところ反応して生じた色調は極めて不安定であったが、Gottlieb 法の改良法である沼田の方法⁶⁾によるときは色調が安定であり、100 μ g 以下の範囲で Lambert-Beer の法則に従うことがわかった。

(1) 4 アミノアンチピリンによる PCP 定量法
〔実験および考察〕

沼田の方法に準じた。すなわち PCP 標準液 (m.p. 189-190°C の PCP 100mg に 1%NaOH 3ml を加えて溶解し、0.025% Na₂CO₃ により 10ppm 溶液とす) 適量を共栓比色管にとり 0.025% Na₂CO₃ で 10ml とし、0.2% 4 アミノアンチピリン溶液 2ml と 10% 赤血塩溶液 1ml を加えて直ちに 10sec 振とう後、速かにベンゼン 10ml を加え振って呈色液をベンゼン層に移し、上層をピペットで吸いとり綿をつめた漏斗で口過、吸光度を測定した結果を図 1, 2 に示した。

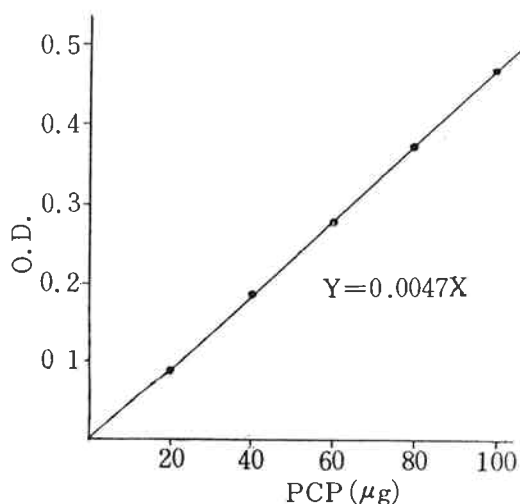


Fig. 1 PCP の検量線

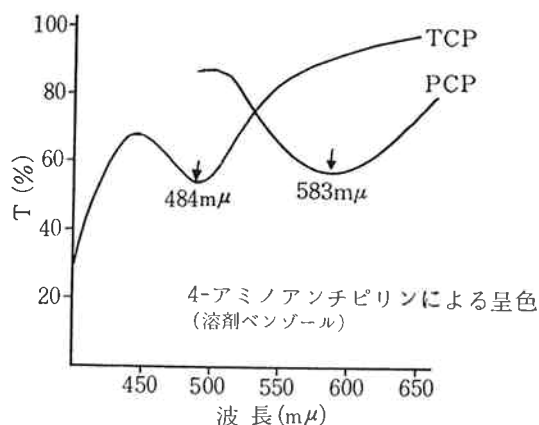


Fig. 2 PCP, TCP の吸収曲線

583m μ で吸収極大を示し Lambert-Beer の法則に従い、また TCP の影響は実用上考慮の必要がないことがわかった。この方法の精度に影響する要因の一つは赤血塩溶液を加えてからベンゼンを添加するまでの時間である。30sec 以上間隔があるとしたいいたい色するので直ちに添加の必要がある。ただし呈色液をベンゼン層に移せば 30min 以上安定である。また pH が発色に影響するので試料の pH は 10.0~10.5 に調整する必要がある。

(2) 4 アミノアンチピリンによる PCP 水溶剤および PCP 肥料中の PCP の定量

〔実験および考察〕

市販 PCP 水溶剤 (PCP-Na86%保証) を 0.025% Na₂CO₃ で適当にきしやくし 1) - (1) の方法によって分析した結果と JIS 方法による分析値を表 1 に示した。

Table 1 PCP 水溶剤の分析値

アミノアンチピリン法 (%)	JIS 法 (%)
88.4	91.4
89.3	90.2
87.7	88.0
平均 88.5	89.9

また PCP-Na と粉状 NH₄Cl との混合物および焼石膏、水溶性でん粉、燐安を加えた種々の PCP-Na 添加量の混合物をつくり分析に供した。分析方法として試料の一定量を分液漏斗にとり、HCl 酸性溶液とし、ベンゾールを加えて生成する PCP を完全に移し、その一定量を取りこれに 0.025% Na₂CO₃ 少量を加えて湯浴上でベンゼンを留去後 0.025% Na₂CO₃ で適当にきしやくして供試液とし、前記の方法に従って定量した結果を表 2 に示した

Table 2 混合物中の PCP 回収率

PCP-Na 添加量 (%)	添加物の種類と添加量 (%)	回収率 (%)	R (n=4) (%)
10.2	なし	99.8	1.57
4.4	なし	100.4	0.37
5.7	焼石膏 4.2	98.6	1.24
5.1	水溶性でん粉 3.8	98.2	1.51
7.3	燐安(NH ₃ /P ₂ O ₅ 1.5mol) 5.0	99.5	0.53

表 1 においてアミノアンチピリン法による値が JIS 法による値より低かったが、供試 PCP 水溶剤中の TCP の定量を行わなかったため、分析値の差が TCP によるものかどうか明らかでない。またこの方法によって PCP 肥料中の PCP を定量する場合、酸性水溶液よりベンゾール層に PCP を完全に転溶させる点に

P C P 塩 安 の 製 造 実 験

留意すれば、熟練を要せずしてかなりの精度の結果が期待できる。

2) 混合造粒法による製造実験

粉体の原料を混合し適当の水分をあたえて造粒する最も普遍的な方法であるが、この方法では量的に少ない PCP-Na を造粒物にできるだけ均一に分布させることが一つの問題点となる。また PCP 肥料はその除草効果を有効に発揮させるために、粒径は 8mesh 以下であることが望ましいので、原料の粒径は小であることが無難である。予備実験の結果では PCP-Na、NH₄Cl とともに粒度が 48mesh all pass (可能であれば 60mesh all pass) が最低限必要であると考えられる。しかし適当な添加剤例えば焼石膏、水溶性でん粉、燐安を添加すれば造粒がより容易となり、かつ粒径別の PCP 分布および硬度に対し好影響をあたえることが明らかになった。

(1) 造粒水分に及ぼす添加剤の効果

〔実験材料〕

保証成分 (%)	分析値 (%)	粒度
NH ₄ Cl NH ₄ -N25	25.8	48mesh all pass
PCP-Na PCP-Na86	88.5	〃 〃
焼石膏 化学薬品		150mesh 〃

〔実験および考察〕

上記 NH₄Cl と PCP-Na の混合物、およびその混合物に焼石膏を添加したもの(焼石膏は全体の4.0%、PCP-Na は 4.3%になるように添加)に種々の水分をあたえて小型皿型回転造粒機 (Dia, 60cm, 30r.p.m.) で造粒し、その結果を表 3 に示す。

Table 3 造粒水分に及ぼす添加剤の効果

造粒水分	焼石膏	無添加	添加
15.8		水分不足, 造粒不能	水分やや不足 造粒困難
16.5		〃, 〃	
17.9		〃, 32mesh 前後の ものが多い	水分適当
18.5		水分適当	
19.9		8~32mesh のものが多い	水分やや過剰
20.8		水分過剰+8mesh のもの が多くなる	水分過剰

焼石膏無添加の場合は添加の場合に比べて適当な粒径の得られる水分がやや多く、かつ適当水分の範囲が狭い。添加剤の効果は適当水分の範囲を広くし、水分の過不足による造粒への影響を軽減するのに役立つ。

(2) 粒径別 PCP 含量および硬度に及ぼす添加剤の効果

〔実験材料〕

NH₄Cl, PCP-Na, 焼石膏については 2)-(1) 記載のものを使用, また水溶性でん粉と燐安 (NH₃/P₂O₅ 1.5mol) はいずれも化学薬品 (150mesh all passとす) を用いた。

〔実験および考察〕

NH₄Cl, PCP-Na およびこれに 3 種類の添加剤をそれぞれ混合, PCP-Na は全体の4.3%, 添加剤は 4.0%になるよう配合した混合物 200g に造粒水分を適当量 (17.1~18.8%) 加え, 2)-(1)と同様に造粒,

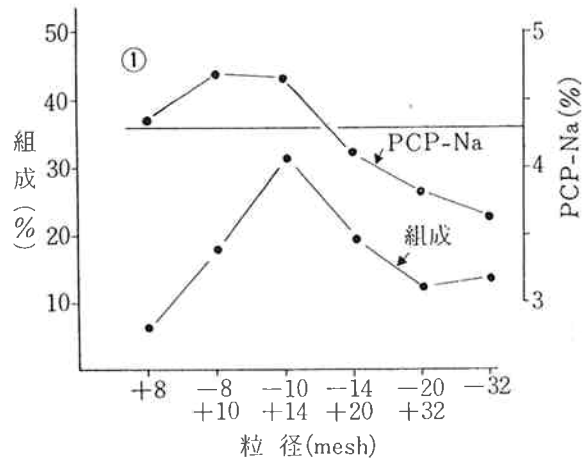


Fig. 3-1 添加剤の粒径別 PCP 含量に及ぼす効果

注) 添加剤 燐安
造粒水分 17.9%
収量 167g
製品 135g
製品/収量 80.8%

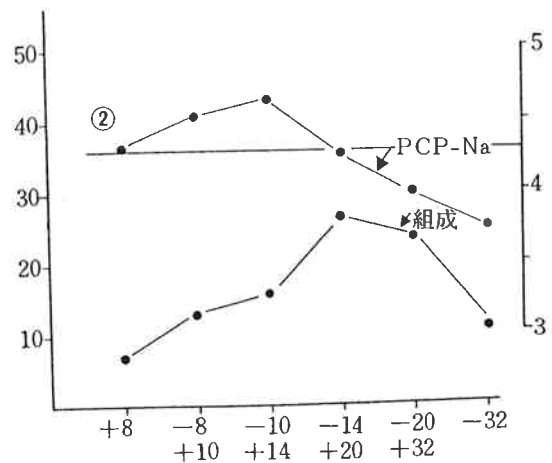


Fig. 3-2

注) 添加剤 焼石膏
造粒水分 17.1%
収量 172g
製品 140g
製品/収量 81.4%

乾燥 (101~103°C), 篩別して粒度分布および粒径別の PCP 含量を定量した結果は図 3 のとおりである。ここで収量とは造粒機に付着した固形物を除いた全てを指し、製品とは 8~32mesh の粒径のものをさす。添加剤によって製品/収量は明らかに向上しているが、造粒機に付着した固形物の中には製品になるものはほとんどないので、製品/原料によって各添加剤の造粒効果を比較すれば、添加剤の効果がより判然とする。添加剤の種類による造粒効果の差異は明瞭ではないが、でん粉、焼石膏を用いる場合が燐安を用いる場合よりも製品が多く、造粒も容易な感じであった。

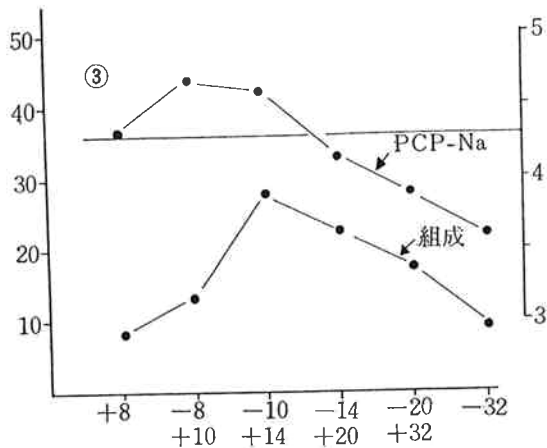


Fig. 3-3

注) 添加剤 でん粉
 造粒水分 18.2%
 収量 176 g
 製品 143 g
 製品/収量 81.3%

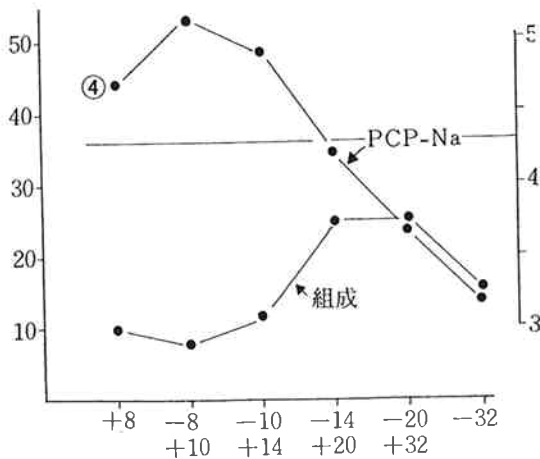


Fig. 3-4

注) 添加剤 なし
 造粒水分 18.8%
 収量 167 g
 製品 122 g
 製品/収量 73.1%

添加剤の粒径別 PCP 含量への影響は顕著で PCP 含量の偏差が少なくなっている。粒径と PCP 含量との関係を見ると、一般に粒径の小なるものは平均値 (PCP-Na 仕込量 4.3%) 以下であり、粒径の比較的大なるものは平均値以上の PCP 含量を示すが、興味あることは添加剤の有無にかかわらず 14~20mesh の粒径のものはほぼ仕込量の PCP 含量を示すことである。PCP 塩安の粒が生長していく過程を考えると、始めは NH₄Cl 中心に粒が生長していくが、NH₄Cl の粒径がある程度になると、したいに PCP を粒状物中にとりこみ、PCP 含量が増加していく。PCP 塩安の PCP はほとんど全部フェノール型であり、水に対する溶解度が極めて低い (約 17ppm/20°C) ので NH₄Cl との結合は NH₄Cl 粒子表面の飽和溶液への PCP 粒子の包含によるものと考えられるが、図 3 より推察すればおそらくフェノール型粒子は小粒の NH₄Cl 表面の飽和溶液には包含されがたく、ある程度の粒径になって始めてその粒径を構成する NH₄Cl 小粒子間の飽和溶液にとりこまれるものと解される。添加剤の造粒効果もほとんど物理的なものであり、水溶性でん粉はその糊着作用により、燐安 (NH₃/P₂O₅ 1.5mol) はその水に対する溶解度が NH₄Cl より大であり、その飽和溶液が PCP と NH₄Cl 粒子の共存を促し、焼石膏は水分添加により一部石膏を形成しその結合力により造粒に寄与するものと推察した。なお硬度に及ぼす添加剤の効果をみるため次の実験を行った。原料の配合は 2)-(2) と同様にすなわち NH₄Cl, PCP-Na および添加剤を PCP-Na 4.3% 添加剤 4.0% になるように混合し、造粒水分 18% を加えて直径、高さともに 3mm の小円柱状の肥料を製造し、101~103°C で 2 hrs 乾燥し、「木屋式硬度計」で硬度を測定した結果を表 4 に示す。(20ヶ体の平均)

Table 4 添加剤と硬度

添加剤	硬度 (kg/cm ²)
なし	1.79
焼石膏	3.19
水溶性でん粉	5.12
燐安	2.57

PCP 塩安の硬度は添加剤によって向上するが、特にでん粉の効果は顕著であり、燐安ではその効果が少ない。

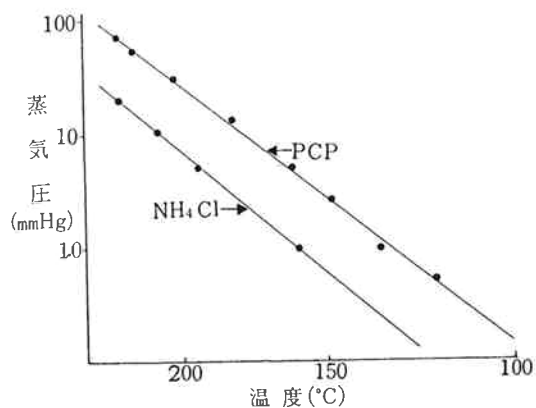
(3) PCP 塩安の強制乾燥時における物質収量

蒸気圧と温度との関係は次式で近似的に示される。

$$\log P = -k/T + C \quad (k \text{ 及び } C: \text{物質固有の恒数})$$

P と 1/T を座標にとると直線関係で示されるから、この式により PCP, NH₄Cl の P-t を求めたのが図

P C P - 塩安の製造実験

Fig. 4 PCP と NH₄Cl の蒸気圧

4である。PCP は NH₄Cl に比べて蒸気圧が高いので PCP 塩安の乾燥工程における PCP の損失は NH₄Cl より著しいものと考えられる。乾燥工程を強制乾燥と自然乾燥（配合および造粒時の乾燥を含む）に分けると自然乾燥時における減量はほとんど水分と考えられるので、ここでは強制乾燥時の NH₄-N および PCP の損失について考察した。

【実験および考察】

NH₄Cl (NH₄-N 25.8%) 38g と PCP-Na (再結したものの PCP 87.0%) 2 g の混合物に水 8 g を加え充分混和した後、小型シャーレにうすくひろげて直ちに 110°C 1hr および 140°C 30min 乾燥し、PCP および NH₄-N を定量した。PCP は前記1)の方法により、NH₄-N はホルモル法によった。110°C 1hr 乾燥における成分の変化は次のとおりである。

Table 5 110°C 乾燥における物質収支

	乾燥前	乾燥後
全重	48.00 g (100.0%)	40.50 g (84.4%)
NH ₄ -N	9.80 g	9.73 g (24.03%)
PCP	1.740 g	1.697g (4.19%)

乾燥前の NH₄-N, PCP 含量は自然乾燥時の損失を無視した計算値である。これによると乾燥による全減量は 7.5 g であり、N, PCP の損失はそれぞれ約 0.07 g, 0.043 g である。全減量から N, PCP の損失を差引いたものが水分の蒸発量と考えられるが、これは全損失の約 98.5% を占めている。そして T-N (全窒素) に対する損失 N は 0.71% であり、T-PCP に対する損失 PCP は 2.47% となる。

次に 140°C, 30min 乾燥における成分の変化は表 6 のとおりである。

Table 6 140°C 乾燥における物質収支

	乾燥前	乾燥後
全重	48.00 g (100%)	39.70g (82.7%)
NH ₄ -N	9.80 g	9.58 g
PCP	1.74 g	1.62 g

この場合の全減量 (8.30 g) に対する蒸発水分量は約 95.9% となり、全減量に占める N, PCP の損失割合が高くなっている。T-N に対する損失は 2.24%, T-PCP に対する損失 PCP は 6.90% におよんでいる。この実験は粉体を混和したままの状態の強制乾燥であり、乾燥機において粒状物が乾燥される状態とは温度条件を除外しても著しく異なるものであり、単なる参考資料に過ぎないが、PCP の昇華による損失は NH₄Cl よりさらに著しいので、実際の乾燥工程においては、PCP 塩安自体の温度が 100°C 以上になることは極力避けられる必要がある。

3) 被覆法による PCP 塩安の製造実験

被覆法には農薬を水または溶剤に溶解して肥料に噴霧する方法とその一変形として適当な融点をもつ農薬であれば熔融して粒状肥料にコーティングさせる方法とがある。前者の方法では各種の有機溶剤が使用されるが、スプレー時に農薬原液を適当にきしやくすれば農薬成分の調整は比較的容易である。農薬原液としては例えばアルドリンはトリクロールエチレンまたはケロシン溶液として外国では市販されており、またスプレーの工程は熱または篩分けに起因する農薬の損失を防ぐため通常乾燥、篩別後行われ、直ちに貯蔵または包装されることが多いという⁸⁾。PCP を有機溶剤にかして粒状 NH₄Cl にスプレーする場合 PCP 含有量 (通常 4~5%) はアルドリンのそれ (通常 0.2~0.4%) に比べて著しく多いため有機溶剤の選択が問題となる。高沸点の溶剤を用いて篩別後スプレーするとすれば乾燥工程を必要とするし、低沸点溶剤を用いるときは農薬原液の調整維持が困難となる。PCP の各種有機溶剤に対する溶解度は図 5 に示したが、10°C 以上では CH₃OH に最もよく溶解するから、CH₃OH を用いて農薬原液を調整しスプレー実験を行ったが、スプレー中溶剤が揮散して PCP によりノズルがふさぐので、この実験では PCP と粒状 NH₄Cl を混合し、CH₃OH をスプレーする方法を検討し二三の問題点について実験した。

(1) CH₃OH 添加量と粒径別 PCP 含量

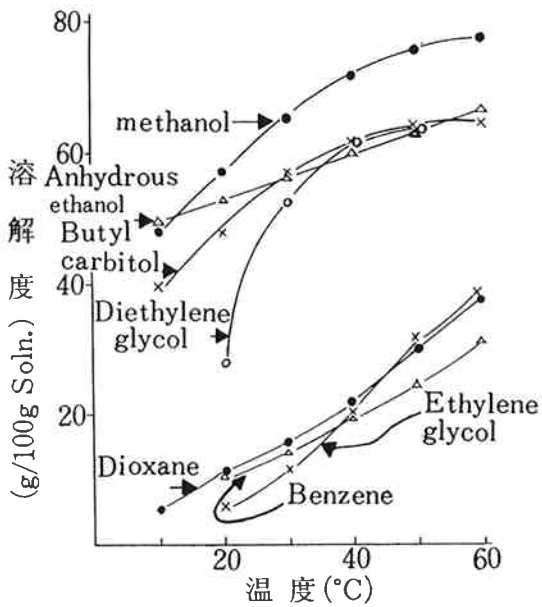


Fig. 5 PCPの溶解度

〔実験および考察〕

円筒形の磁広口瓶 (15×15cm) に各種粒径の粒状 NH₄Cl (8~10, 10~14, 14~20, 20~32, 32~48 mesh) 各80g宛計400gをとり、これに PCP (PCP として 98.0%) 20gを混合後、広口瓶を水平位置より約 10° 傾斜させて 75r.p.m. で回転させつつ、CH₃OH を 8, 16, および24g宛滴下し、さらに 15min 混合した後、通風乾燥させ、各粒径別の PCP 含量を定量した結果を図6に示した。図中の横線は PCP の仕込量を示す

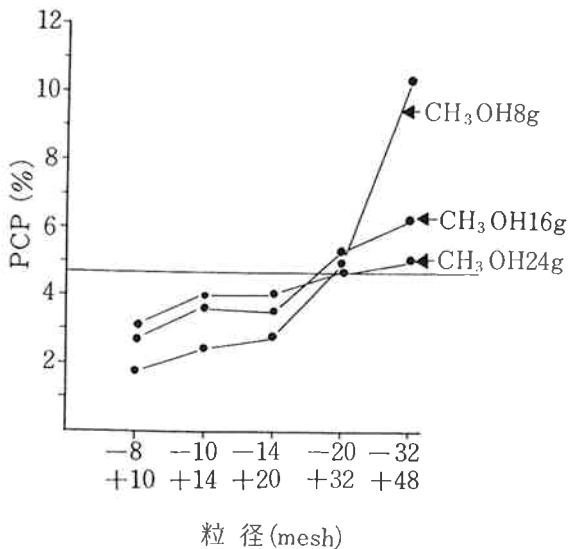


Fig. 6 CH₃OH添加量と粒径別PCP含量

が、粒径の小なるものから被覆されやすく、また CH₃OH の添加量が増すにつれて粒径別の PCP 含量の差異が減少する。(CH₃OH 16および24gを滴下した場合は通風乾燥による固化現象—後記参照—が

みられた。) なお CH₃OH の添加量にかかわらず 20~32mesh のものはほぼ仕込量の PCP 含量を示し、10~14mesh と 14~20mesh の粒径においては PCP 含量にほとんどの差異が認められない。

(2) PCP 塩安の吸湿性

〔実験および考察〕

下記 PCP 塩安6種の各 3g を秤量管にとり、NH₄Cl 飽和溶液を入れたデシケーターにいれ、25~27°C の恒温室に放置 (相対湿度約78%)、9日間の重量増を図7に示した。

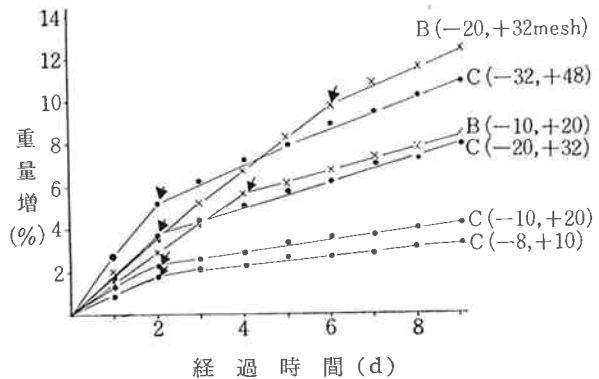


Fig. 7 PCP 塩安の吸湿性

供試 PCP 塩安

混合法によるもの(B)	PCP含量 (%)
10~20 mesh	4.12
20~32 "	6.03
被覆法によるもの(C) PCP含量 (%)	
8~10 mesh	1.80
10~20 "	2.70
20~32 "	5.07
32~48 "	10.53

混合法、被覆法ともに粒径の小なるものほど吸湿性が多いのは当然であるが、被覆法において 8~10mesh と 10~20mesh の間には重量増の著しい差はないが、20mesh 以下では吸湿性が顕著に増加する傾向がある。また混合法によるものが被覆法のものに比べて吸湿性が大であるのは原料の PCP-Na に起因する吸湿性が考えられること及び被覆法のものより、porousであるためと思われる。

PCP 塩安の重量増は9日間の測定ではほぼ直線的に増加している。これは次のように考えることができる。⁹⁾ 一般に長期間の吸湿曲線は次式によって表わされる。

P C P 塩安の製造実験

$$W = \alpha(1 - e^{-\beta t})$$

W : 吸湿重量

t : 時間

 α, β : 恒数

$$\frac{dW}{dt} = \alpha\beta e^{-\beta t} = \beta(\alpha - W)$$

したがって α は $t \rightarrow \infty$ のときの W を示すから、吸湿速度は吸湿容器 ($\alpha - W$) の減少と共に低下することになるが、t が非常に小なる範囲では $\alpha - W$ は一定と見なされるから

$$\frac{dW}{dt} \approx K$$

すなわち吸湿曲線はほぼ直線的であると考えられる。ほぼ直線的な重量増がみられるものの被覆法の場合には2日後に屈折点が認められる。粒径および含量いかんにかかわらず2日後に屈折点のあることは、被覆法による吸湿性は NH_4Cl それ自体の性質に左右されるものであって、PCP には何らかの影響をうけないことを示している。他方混合法では PCP 含量によって屈折点が異なる。すなわち 10~20mesh のものでは4日後に、20~32mesh では6日後に認められる。この場合は単に NH_4Cl のみでなく、添加された PCP-Na の量にも支配されることを示すものと推察される。

(3) CH_3OH 添加量と PCP の被覆度

3)-(1)の実験において CH_3OH の添加量にかかわらず 10~20mesh の粒径のものは PCP 含量の「パラツキ」が少なく、また3)-(2)の実験においてはその粒径のものは 20~32mesh のものと比べ吸湿性が著しく少なく、被覆法の原料として好適と考えられたので、今回は10~20mesh のものを用いて次の実験を行った。

〔実験および考察〕

広口瓶に 10~20mesh NH_4Cl 400g と PCP 20g を混合、所定の CH_3OH を添加、2) により造粒、乾燥後 32mesh で篩別、未吸着の PCP を除いて分析に供した。実験結果(表7)において PCP 被覆度とは原料 PCP に対する肥料に被覆された PCP の割合を示すが、この損失の大部分は広口瓶の器壁に付着することによる。また固化率とは CH_3OH 添加量が増すにつれて乾燥時に数粒が軽い固結を示したので 8mesh で篩別、全体重に対する篩上のものの割合を指す。

Table 7 CH_3OH 添加量と被覆度、固化率の関係

CH_3OH 添加量(g)	被覆度(%)	固化率(%)
2	92.2	0
4	93.1	0
6	91.2	1.3
8	91.2	3.8
10	87.4	3.8
12	84.6	6.3
14	82.0	10.0

CH_3OH 添加量と共に被覆度が低下する。又固化率も 6~8 g でしだいに増加するが、14 g 添加の場合の固結も指圧を少し加えれば破さいする程度であった。3)-(1)の実験によれば CH_3OH 8, 16 g の添加量(PCP 量に対し約40~80%) で粒径別 PCP 含量に差があり、 CH_3OH 24 g の添加によってその差が著しく少なくなったが、表7から考えるとこの場合における被覆度はかなり低下していたと思われる。粒径を10~20mesh に揃えることにより、 CH_3OH の添加量は PCP に対し30~40% 以下で十分と考えられるので、 CH_3OH の節減に役立つと共に被覆度の低下が避けられる。

(4) 振動が PCP の付着度に及ぼす影響

〔実験および考察〕

3)-(3)の実験において CH_3OH を 4 g 添加して調整した PCP 塩安(PCP 4.34%) 30 g ずつを 200ml 容 3 角フラスコにとり、Shaker により下記時間振動(上下動、振巾 3~4 cm) させ、32mesh にて篩別したサンプルについて PCP を定量した結果を表6に示した。

Table 6 振動時間と PCP の付着度

振動時間(sec)	付着度(%)
15	97.0
30	96.2
60	96.0
120	95.5
240	95.8

ここで付着度とは始めの供試品中の PCP 含量に対する振動後の PCP 含量の割合をあらわす。時間による影響は顕著でなく 15~30sec 振動により、付着の弱い PCP が NH_4Cl 表面よりおちれば時間をかけても大きな変化がない。またこの実験の他のねらいは PCP 塩安の刺戟臭が付着していない PCP の量にどの程度影響をうけるかを検討するにあった。PCP はいうまでもなく特有の臭みがあり、粘膜を強く刺戟す

る性質があるが、低沸点の有機溶剤を用いて被覆法により PCP 塩安を製造するとき、(たとえ通風乾燥を行っても) PCP 単体よりさらに刺激性が強くなる傾向があり、 CH_3OH の場合も例外でない。この刺激性が PCP 塩安中の粉状 PCP (粒子表面に付着していない) を除去することによりいく分でも軽減されるのではないかと期待したが、特に影響はなかった。

3. ま と め

PCP 塩安を混合法、被覆法によって製造する場合の基礎的な知見を得る目的で実験を行うと共に PCP 分析法についても検討を加えた。

(1) PCP の分析法としては 4 アミノアンチピリン法がかなり精度の高い分析法と考えられる。

(2) 混合法によって粉状 PCP-Na および NH_4Cl より造粒するときは困難を伴うが、焼石膏、水溶性でん粉等の添加剤を 5% 以下使用することによって、製品の収率及び硬度が向上し、粒径別 PCP 含量の差が少なくなる。

(3) PCP 塩安を強制乾燥する場合、昇華による PCP の損失は NH_4Cl に比べて著しい。

(4) 被覆法として CH_3OH を PCP と NH_4Cl の混合物に噴霧する方法を用いたが、 NH_4Cl の粒度を揃えることによって容易に製造可能である。ただし PCP の刺激性が一段と強くなる傾向がある。

最後に分析法について御指導いただいた高木室長、斉藤氏に感謝の意を表す。

文 献

- (1) S. Gottlieb, P.B.Marsh: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 18, 16 (1946)
- (2) W.T.Haskins: Anal. Chem. 23,1672 (1951)
- (3) J.B.Laclair: Anal. Chem. 23, 1760 (1951)
- (4) Monsanto Chem. Co.: Monsants Tech, BI, No.24 (1945)
- (5) 能勢: 農薬生産技術 6, 49 (1962)
- (6) 沼田: 衛生化学 4, 94 (1957)
- (7) T.S.Carswell, H.K.Nason: Ind. Eng. Chem., 30, 622 (1948)
- (8) 久我: 肥料 IV~V 23 (1960)
- (9) 永井, 金沢: 工化誌, 55, 411 (昭27)