

# Instruction for writing CIPAC methods

## CIPAC 法を記載するための注意事項

### 序論

CIPAC 法は、英語を母国語としない多くの人々が使用することを想定している（訳者注：記載はないが、英語で書くことを前提にしている）。方法の執筆者はこのことを念頭に置き、わかりやすい表現を用い、実施する手順を明確に簡潔に、しかし十分、詳細で曖昧さのない記述を行う必要がある。

### 一般的な注意事項

CIPAC 法は、「方法の概要」の項を除き、命令形で記述する必要があり、受動態で記述する必要がある。国際的に認められている略語や、初めて使用する際に十分な説明がある場合を除き、略語は使用しない。

### 脚注の使用

読者の注意を散漫にしてしまうので、脚注の使用は避ける。その内容は本文中に盛り込むか、特別な章や補助章を使用する。脚注は使用すべきではない。唯一の例外は、CIPAC 法のステータスを示す脚注であり、承認された年と方式を作成した地域 PAC 等が記載されている。

### 単位、記号、命名法

例えば、重量の代わりに質量、mm Hg または Torr の代わりに Pa、ppm の代わりに mg/kg ( $\mu\text{g/g}$  ではない) など、SI 単位、記号および接頭辞を使用する。濃度の単位（物質濃度の量）は、以下のように表現する（IUPAC 規則、訳者注：IUPAC、Compendium of Chemical Terminology Gold Book、2014 の 78 ページ amount of substance）。

$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$  (従来は 1 N)、

$c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$  (従来は 2 N)。

$c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/l}$  (従来は 0.1N)

訳者注：「 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ 」は、濃度 1 mol/l の水酸化ナトリウム溶液であることを示す。

他の溶液の濃度は以下のように表す：

% (m/m)、% (v/v)、または、g/l (またはその約数)。

訳者注：「m」は質量のこと。

溶液を他の溶液で希釈して調製する場合は、ISO の規則（訳者注：ISO 78-2: 1999 Chemistry—Layouts for standards—Part 2: Methods of chemical analysis, Annex A, A. 10. 4. 2. 3）に従う、すなわち、

$v_1 \rightarrow v_2$  は、溶液  $v_1$  を希釈して最終容量を  $v_2$  にすることを意味する。

$v_1 + v_2$  は、指定された溶液の  $v_1$  に、溶媒の  $v_2$  を加えることを意味する。

$v_1 : v_2$ 、または  $v_1/v_2$  は使用しない。

農薬の名称には、ISO の一般名を使用する。化学物質の名称は、IUPAC の命名規則に従う必要がある。有効成分の記述欄には、Chemical Abstracts に基づく名称を加える必要がある。方法の本文では、分子式は使用しない。長い名称は省略されたり、平凡な名称で代用されたりすることがある。試薬の項では、その略語や俗称で説明される必要がある。

### 様式

CIPAC の様式に慣れるための最良の方法は、CIPAC ハンドブックの最新巻の 1 つから例を取ることであり、規格ではないことに留意すること。

### 分析方法のコード化および相互参照（クロスリファレンス）

分析方法は、GCPF（訳者注：Global Crop Protection Federation、現在の CropLife International）の 2 文字のコードを利用した CIPAC のコーディングシステム（訳者注：JMPS でも採用）で識別する必要がある。つまり、アムプロピロホス原体のコードは次のようになる：500/TC/M/—。原則として、各剤型は独自の方法を持つべきである。それぞれの製剤の方法に違いがない場合は、基本的な方法を参照すれば十分である。それ以外の場合で、違いが部分的であったり、小さ

かたたりする場合には、次のような文章を使って文章を短くする：

500/TC/3.c の場合、.....を除く

500/TC/3.c の場合、.....を置き換え、.....を除く

500/TC/3.c の場合、一緒に.....

....."から始まる 500/TC/3.c については以下のとおり

500/TC/3.c については、"....."から続ける

異なる製剤に対する分析方法の順序は、原体、濃厚原液、水和剤、顆粒水和剤、乳剤、フロアブル、液剤、粒剤、粉剤、さらに通常の濃度の低い順とし、類似の製剤は一緒にグループ化する必要がある。

## 章の構成と配置

これまでに分析方法が発表されていない新規化合物の場合、当該有効成分に関する情報を記載した短い記述部分を設けるべきである。この章には、構造式、化学名、CAS 番号、分子式、相対分子量および最も重要な物理定数（融点、沸点、蒸気圧、水および最も重要な溶媒への溶解度）などを含める必要がある。また、加水分解性や安定性などの化学的特性も加える必要がある。純品および/または原体の外観、どのような製剤があるかという特性の説明でリストを完成させる。

方法は、特に以下の章を指定された順に記載するが、常に連続した番号を使用する：

### 1. 試料採取

この章では、資材の量を指定する必要がある。試料の均質性を得るためなど、特別な注意を払う必要がある場合は、この章で言及する必要がある。

### 2. 同一性の確認

同定性確認の 1 つは、定量に使用したクロマトグラフィー法の（相対的な）保持時間で確認できる。必要に応じて、クロマトグラムやスペクトルの例を参照する。分光光度法の場合は、有効成分を製剤中の他の成分から分離する必要がある。可能な限り標準的な表現を用いること（付録参照）。

### 3. 有効成分

この章では、手順の正確な説明と、必要な材料および装置のリストを記載する。以下の小見出しを使用する：

## 分析方法の概要

方法の分析原理、重要な条件（例：吸収を測定する波長、内部または外部標準法の使用）、および最も重要な操作の簡単な説明を行う。手順の中で重要な役割を果たす化学物質について言及し、同時に詳細な説明をしすぎないようにする。受動的な表現を使用する。

## 目的

この補助章は、各方法の上にあるコードから目的が十分に明らかになっているため、通常は省略することができる。この章は、方法の適用の可能性に他の制限がある場合にのみ使用する。

## 試薬

方法に必要な試薬のリストを提供する。

特に指定のない限り、すべての化学物質は分析用の品質を持つと理解されている。可能な限り、それぞれの試薬の章（CIPAC ハンドブック E）を参照する。前述のとおり、標準溶液の強さ\*を示すために ISO 表記を使用する。すべての化学物質には IUPAC 名を使用する。本法の残りの部分で長い名称に使用する略語をここで示す。この章では、内部標準液および検量線溶液の調製についても説明する。CIPAC 法では、「内部標準溶液」は内部標準物質のみを含む溶液を意味し、「検量線溶液」は内部標準物質に標準物質の純品（外部標準法の場合は標準物質の純品のみ）を加えた溶液を意味する。

訳者注\*：「溶液の強さ」は、1 リットルの溶液に含まれる溶質の量（グラム）と定義される。溶液の強さ＝溶質の質量（グラム）／溶液の体積（リットル）で表す。

## 装置

この章では、最も重要な機器のリストを示している。ブランドや製造者名ではなく、性能の面から器具を説明する。天秤、ガラス器具（ビーカー、三角フラスコ、ピペット、ビュレット、全量フラスコ）などの通常の実験器具については、特に言及する必要はない。

## 手順

この章は命令形で書く。

計量手順には標準的な表現を使用し、必要な精度を示すこと（付録を参照）。量の表現は以下のようにする：

「ジクロロメタン（40 ml）に溶解し、内部標準溶液（25.0 ml）をピペットで加え、希釈して定容する。」

補助章の見出しの例は以下のとおり：

### (a) 操作条件

カラムの種類、カラムの寸法、カラム・注入口・検出器の温度、注入量、流量、おおよその保持時間、必要な理論段数、スプリット注入またはスプリットレス注入、移動相組成、波長設定などの操作条件を明記する。

### (b) 検量線の作成

### (c) 直線性の確認

### (d) システムの安定性の確認

### (e) 検量線

### (f) 試料調製

### (g) 定量

### (h) 計算

統一性を保つために、有効成分の含有量を計算する式には、可能な限り標準的な記号を使用する（付録参照）。

最終的な計算式は可能な限り単純にすること。

例えば、検量線溶液と試料溶液の希釈率が同じ場合は、希釈係数を省略する。

また、検量線溶液と試料溶液に添加する内部標準液の量が等しい場合（ $r=q$ 、付録参照）、レスポンス・ファクターの計算式から  $r$  を、また、含有量の計算式から  $q$  を省くことができる。

含有量は、常に g/kg の単位で表す。

小数点以下の桁数が多すぎる場合は mg/kg を用いてもよい。

この章の最後に、その方法を用いた試験で算出された併行許容差および室間再現許容差の数値を記載する。

**併行許容差  $r$**  = 有効成分濃度  $\circ$  g/kg において  $\circ$  g/kg

**室間再現許容差  $R$**  = 有効成分濃度  $\circ$  g/kg において  $\circ$  g/kg

訳者注：ISO 5725-1 に合わせて修正した。それぞれ、 $s_r$ 、 $s_R \times 2.8$  から計算する。

## 4. 不純物

FAO 規格などで要求があれば、不純物の分析方法を追加する。

## 5. 物理的性状試験後の有効成分の定量

物理的性状試験（例：懸垂性、ふるい分け試験）の適用後に、加工された製剤またはその分画中の有効成分の濃度または量を定量しなければならない場合、その特定の製剤のための方法を参照するか、修正した方法を示すかして、使用する方法を記載する必要がある。特に、懸濁液の場合には、通常の方法が直接適用できない場合がある。その他のケースでは、その方法を異なる濃度レベルに適合させなければならないかもしれない。物理的性状試験自体は繰り返さず、当該 MT 法を参照する。

## タイピング

この章では、最終的なタイプスクリプトについてのみ説明する。本文は、14 ポイントの Times New Roman フォントで入力する。

行間は 1 行送り、左端に 3.5 cm の余白をとり、本文を記入する。中央の見出しは太字の大文字で表記する。その他の見出しは、この文書にあるようにボールドまたはイタリック体にする。インデントは控えめにする。新しい段落は、

本文から論理的に続く場合にのみ開始する。最終的なタイプスクリプトを 3.5 インチのディスクットに入れ、できれば Word 97 for Windows で作成する。また、A4 用紙で作成し、コピーを 2 部提出する。

訳者注：フロッピーディスクの使用が主流ではないことや電子メールでのやりとりが一般的となっていること、ワードのバージョンアップがあること等、現状に合わせ適切に対応する必要がある。

## 図表の書き方

図面や検量線の追加は、必要不可欠な場合や、記述が長くなったり複雑になったりした場合にのみ行う。赤外線吸収スペクトルは、特定の製剤のスペクトルではなく、有効成分のスペクトルであることが望ましい。

よく定義され、完全に分離されたピークを持つ単純なクロマトグラムは、通常、追加情報をほとんど与えず、保持時間と、理論段数、ピーク分離などのクロマトグラフィパラメータの短いリストで簡単に置き換えることができる。複雑な状況、ピーク形状が異なる場合、詳細が重要な場合は、クロマトグラムのみを提供すること。

クロマトグラムとスペクトルは、ワード文書に埋め込み可能なファイルとして提出する必要がある。最新の分析機器のソフトウェアには、クロマトグラムやスペクトルをワード文書にグラフを挿入するためのフォーマットに変換するツールが用意されている（例：Perkin Elmer 社の Report Manager）。スキャナーで作成したグラフは、ほとんどの場合、品質が低く、高解像度でスキャンした場合、作成されたファイルは 1.4 MB のディスクットに保存するには大きすぎるが多い。

訳者注：特殊なフォーマットに変換せずに Word への画像の組み込みが可能であり、現状に合わせ適切に対応する必要がある。

## 付録

### 1. 同一性の確認に係る標準的な語句の例

#### GLC (HPLC)

以下の GLC (HPLC) 法を使用する。

試料溶液の内部標準物質に対する (有効成分) ○○の相対的な保持時間は、検量線溶液のそれと比べて△%以上の差があってはならない。

または：

以下の GLC(HPLC)法を用いる。

(有効成分) ○○と試料溶液の内部標準物質の保持時間の差が、検量線溶液の保持時間から△%以上乖離してはならない (△ s 以下であることが望ましい)。

または、絶対検量線法の場合：

以下の GLC(HPLC)法を用いる。

試料溶液の (有効成分) ○○の保持時間は、検量線溶液の保持時間と比べて△%以上の差があってはならない。

または：

以下の GLC(HPLC)法を用いる。

試料溶液の (有効成分) ○○の保持時間と検量線溶液の保持時間との差が△ s 以下である必要がある。

#### 赤外線吸収スペクトル：

約 x mg の材料と X mg の臭化カリウムを用いて、試料と (有効成分) ○○の標準試料から臭化カリウムディスクを調製する。

ディスクを 4000 から 400  $\text{cm}^{-1}$  までスキャンする。試料から得られるスペクトルは、標準試料から得られるスペクトルと大きく異なってはならない。

### 2. 試料調製で用いられる標準的な語句の例

約 x mg (または  $x \pm \Delta$  mg) (有効成分) ○○を含む有効な試料を、全量フラスコ/三角フラスコ/丸底フラスコ (xx ml) に 0.1 mg 単位で秤量する (w mg)。

### 3. 計算式中で用いられる標準的な記号

$t$	= 試料の定量に必要な体積 ml
$b$	= ブランク試料の定量に必要な体積 ml
$a$	= 逆滴定に必要な体積 ml
$N$	= 標準溶液の規定度
$A$	= 試料溶液の吸光度
$A'$	= 検量線溶液の吸光度
$A_o$	= バックグラウンドの吸光度
$f_i$	= 単回のレスポンス・ファクター、 $i=1, \dots$
$f$	= 平均レスポンス・ファクター
$H_s$	= 検量線溶液における○○(有効成分)のピーク面積または高さ
$H_w$	= 試料溶液における○○(有効成分)のピーク面積または高さ
$L_r$	= 検量線溶液における内部標準物質のピーク面積または高さ
$L_q$	= 試料溶液における内部標準物質のピーク面積または高さ
$s$	= 検量線溶液中の○○(有効成分)の重量(mg)
$w$	= 試料採取量 (mg)
$r$	= 検量線溶液における内部標準物質の重量(mg)
$q$	= 試料溶液における内部標準物質の重量 (mg)
$P$	= ... (有効成分)の標準品の純度(g/kg)
$R$	= 試料溶液における○○(有効成分)と内部標準物質の面積比 (高さ比)
$R'$	= 検量線溶液における○○(有効成分)と内部標準物質の面積比 (高さ比)
$V_i$	= 希釈率、 $i=1, \dots$