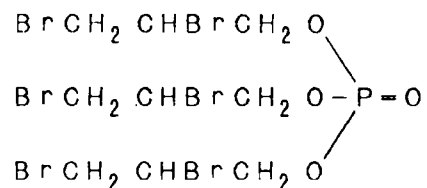


## 濃縮度試験報告書-Ⅱ

1. 試料名 トリス(2,3-ジブロモプロピル)フォスフェート  
(試料№K-174)

構造式



同定 IRスペクトル (図-15参照)

性状

外観 褐色液体

純度 90%以上

分配係数(n-オクタノール/水)

$\log P_{ow} = 1.75$  (LC法による)

溶解性 対水 294 ppm (TOC計による)  
対メタノール, アセトニトリル, アセトン, ベンゼン,  
クロロホルム, 酢酸エチル 1000 ppm以上

2. 試験期間 昭和58年1月6日~昭和58年3月3日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号 }  
薬 発 第 6 1 5 号 } <魚介類の体内における化学物質の  
49基第392号 } 濃縮度試験>による

## 3.1 TLM試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.23 g 塩化第二水銀検定合格魚\*1

\*1 田端健二: 用水と廃水, 14,1297~1303(1972)

(b) 溶解法(分散剤及び分散法)

分散剤

硬化ヒマシ油誘導体(HCO-50)

オリーブ油

溶解法(分散法)

供試物質1gとHCO-50 20gとオリーブ油 5gをアセトンに溶解後、アセトンを留去する。つぎに脱塩水を加え、全量を1ℓに定容して1000ppm(W/V)の分散液を調製した。

(c) 試験温度  $25 \pm 1^\circ\text{C}$

(d) 試験結果

48時間TLM値 : 87 ppm(W/V)

(図-3参照)

## 3.2 濃縮度試験

### 3.2.1 試験条件

(a) 水系環境調節装置 流水式

試験水槽

ガラス製

容 量 100 リットル

流量 582 リットル/日

原 液\*2 : 希釈水 = 4 ml/分 : 400 ml/分

\*2 3. 1 (b) で調製した分散液を希釈して原液とした。

第1濃度区用原液 10 ppm (W/V)

第2濃度区用原液 3 ppm (W/V)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 25.4 g

平均体長 9.8 cm

平均脂質含量\*3 4.9 %

\*3 E.G. Bligh and W.J. Dyer, Can. J. Biochem. Physiol. 37, 911(1959)

(c) 外部消毒及び順化

(1) 外部消毒

止水状態で10 ppm塩酸クロロテトラサイクリン水溶液で24時間薬浴を行った。

(2) 順化

25℃ × 14日間

(d) 試験温度 25±1℃

(e) 水槽中の溶存酸素濃度

第1濃度区 6.0~6.4 ppm (図-13参照)

第2濃度区 6.5~6.9 ppm (図-14参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

本物質は魚に対する選択毒性が認められ、ヒメダカのTLm値は87 ppm、コイのそれは約2.4 ppm (図-3-1及び図-3-2参照)であった。そこでコイを供試魚として濃縮性試験を行なう場合、第2濃度区の水槽設定濃度は2 ppbとするのが望ましいが、分析機器の精度からそれは困難であり、第2濃度区を0.03 ppm\*4、第1濃度区を0.1 ppmに設定した。

\*4 精度良く定量できる濃度は6 ppm (図-8参照)である。

水分析時の前処理操作において300倍濃縮して回収率が82.6%であり、予備飼育7日間の結果より水槽濃度の低下を20%と見込み、次の計算式により第2濃度区の水槽濃度を0.03 ppmと設定した。

1濃度区は第2濃度区の10倍に設定した。

(計算式) 第2濃度区の水槽濃度は

6

$\frac{1500}{5} \times \frac{82.6}{100} \times \frac{100-20}{100} \div 0.03 \text{ ppm}$  になる

設定値

(単位 ppb(W/V))

	供試物質	分散剤	
		HCO-50	オリーブ油
第1濃度区	0.1	2.0	0.5
第2濃度区	0.03	0.6	0.15

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppb(W/V))

	2 W	3 W	4 W	6 W
第1濃度区	81.5	80.0	81.0	82.4
第2濃度区	24.9	24.3	24.9	25.8

### 3.2.2 分析条件

#### (a) 使用分析機器及び条件

装置 高速液体クロマトグラフ 型-CBC組立て  
 カラム 0.1  $\mu$  × 6 mm  $\phi$ , ステンレス製  
 固定相 ERC-ODS-1161  
 溶離液 (魚体分析用) アセトニトリル/水 (65:35V/V)  
 (水分析用) メタノール/水 (78:22V/V)  
 検出器 UV-VIS分光光度計 220 nm (図-16参照)  
 型-SPD-2A

#### (b) 標準溶液の調製法

##### ○魚体分析用

供試物質0.1gを精秤し、アセトニトリルに溶解後、全量を100  $\mu$ lに定容して1000 ppm (W/V)の標準液を調製した。

これをアセトニトリル/水 (65:35V/V) で希釈して所定濃度の標準溶液を調製した。

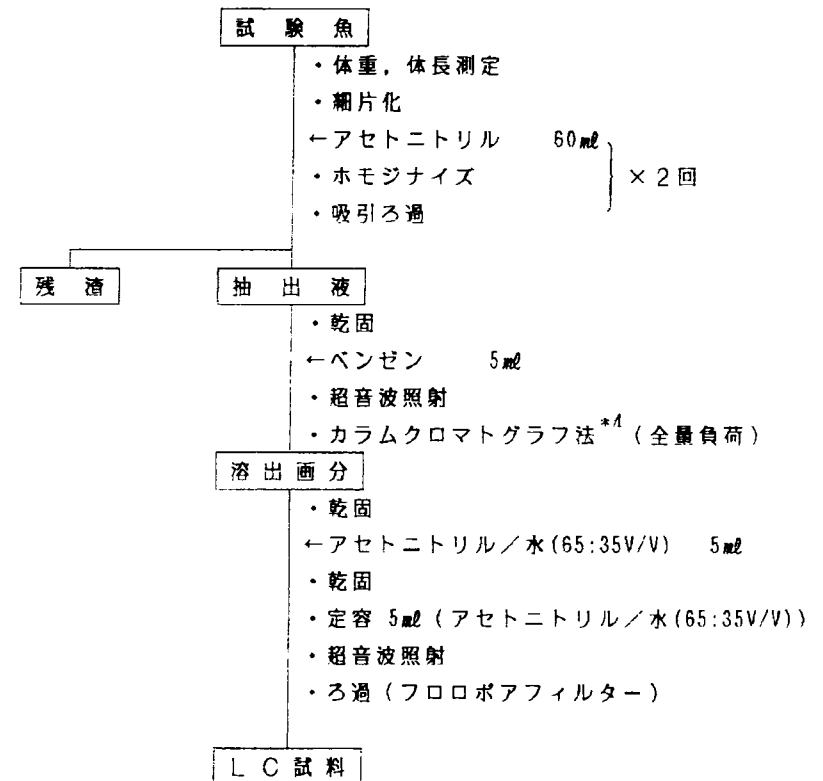
##### ○水分析用

供試物質0.1gを精秤し、メタノールに溶解後、全量を100  $\mu$ lに定容して1000 ppm (W/V)の標準液を調製した。

これをメタノール/水 (78:22V/V) で希釈して所定濃度の標準溶液を調製した。

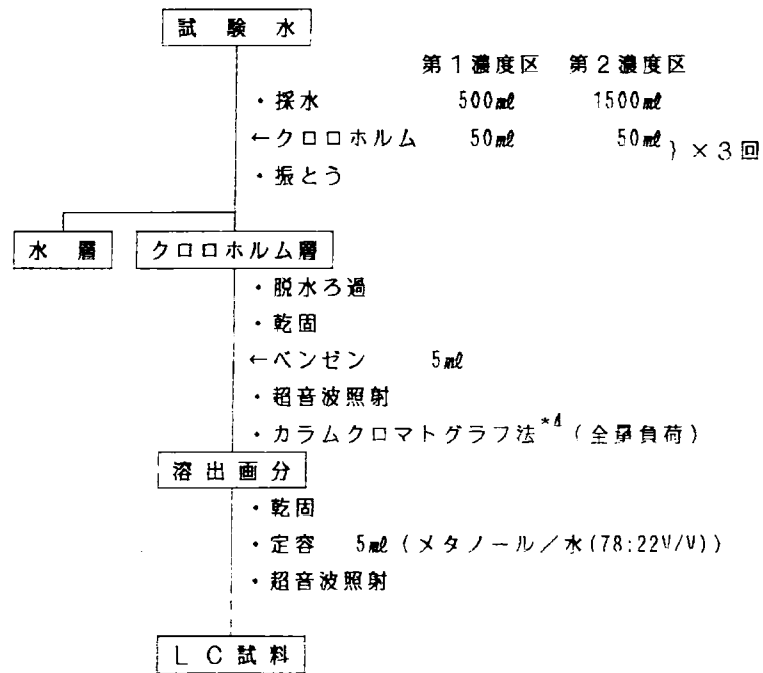
### (c) 分析試料の前処理

#### (1) 魚 体



上記操作による回収率 (供試物質45  $\mu$ g添加) 87.5 %

## (2) 試験水



上記操作による回収率

第1区 85.0 % (供試物質50μg添加)  
第2区 82.6 % (供試物質45μg添加)

### \*4 カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20mmφ. ガラス製  
充てん剤 5%含水中性アルミナ 10g (ウェルム社製)  
(ベンゼンで充てん)

分画法 : 第1画分 ベンゼン 50ml  
第2画分 クロロホルム/ベンゼン(1:3V/V) 120ml

供試物質は第2画分に溶出する

## 4. 試験結果

### 4.1 供試魚の状態

外観観察結果 正常

### 4.2 濃縮度試験の結果

表-2 供試物質の濃縮倍率

	2 W	3 W	4 W	6 W
第1濃度区	0.7以下 0.7以下	(1.9) (1.3)	0.7以下 0.7以下	0.7以下 0.7以下
第2濃度区	2.2以下 2.2以下	(4.3) 2.2以下	2.2以下 2.2以下	2.2以下 2.2以下

参考値 : ( ) で表示

なお試験結果の表示について濃縮倍率と定量精度の関係は次の通りである。

	魚体中濃度 (ppm)	濃縮倍率	魚体中濃度(ppm) の計算方法
精度よく定量 できる範囲	1.1 以上	第1区 13以上 第2区 41以上	$\frac{A}{100} \times \frac{D}{E \times F}$
参考値の範囲	0.06 ~ 11	第1区 0.7~13 第2区 2.2~41	
検出限界の 範囲	0.06 以下	第1区 0.7 以下 第2区 2.2 以下	$\frac{B}{100} \times \frac{D}{E \times F}$

A・精度よく定量できる濃度 = 5.6 ppm (図-4 参照)  
B・検出限界の濃度 ( $S/N=2$ ) : 0.3 ppm (図-4 参照)  
C・回収率 : 87.3 %      E・最終液量 : 5 ml  
D・魚体重 : 30 g      F・分取比 : 1

以 上