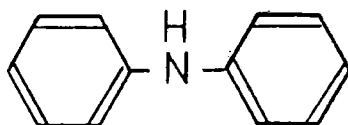


ジフェニルアミンの濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和51年6月10日～昭和51年9月3日

2. 試料名 ジフェニルアミン(試料No K-120)

構造式



性 状	純 度	99.72%	沸 点	302℃
	凝固点	52.0℃	引火点	152.8℃
	比 重	1.159	溶 解	対水難溶
	融 点	54℃		

(提示資料による)

3. 試験方法及び条件

環保業第5号 }
薬 発 第615号 } 魚介類の体内における化学物質の濃縮度試験による
49基局第392号 }

3.1 試験装置及び機器

- (a) 水系環境調節装置 流水式
(b) 高速液体クロマトグラフ 検出器 UV

3.2 試験条件

3.2.1 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ平均体重 0.18 g、塩化第二水銀検定合格魚※

※田端 健二 用水と廃水 14 1297～1303(1972)

(b) 分散剤及び分散法

分散剤 硬化ヒマシ油(HCO-20及びHCO-100)

分散法 供試物質1gに対しHCO-20 2gとHCO-100
2gをアセトンに溶解した後アセトンを留去する
これを水に溶解して1lとし1000 ppmの原液を
調製した。

(c) 試験温度 25±2℃

(d) 結 果 48時間 T L m 値 5.1 ppm

3.2.2 濃縮度試験

(a) 蓄養及び順化

受入時薬浴

硫酸銅30gを水60lに溶解し、酢酸36mlを添加
した溶液に30秒間薬浴したが、スレがひどく鰓病も多
く認められたので5月26日より3日間受入槽を止水に
して10 ppm 塩酸クロルテトラサイクリンで薬浴した。

温度順化と薬浴

25℃において10 ppm 塩酸クロルテトラサイクリン
で24時間薬浴を行った。

(b) 試験魚

コイ 平均体重 約28.7 g
平均体長 約10.3 cm

(c) 分散剤及び分散法

T L m 試験の手法と同手法

(d) 試験温度 25±2℃

(e) 試験濃度

設定値 定量限界等を考慮して設定[※]した。

第1濃度区 0.1 ppm

第2濃度区 0.01 ppm

※ 設定理由は5.1に補足説明をする。

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度(単位 ppm)

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W
第1濃度区	0.091	0.089	0.090	0.092	0.089
第2濃度区	0.0099	0.0098	0.0097	0.0095	0.0090

3.2.3 分析試料の前処理

(a) 魚体

試験魚

- 体重測定
- 細片化
- ←海砂 10 g
- ←無水硫酸ナトリウム 100 g
- 脱水
- ←アセトニトリル 150 ml
- 抽出(振とう 10分) } × 2

アセトニトリル層

- ← n-ヘキサン 75 ml
- 脱脂(振とう)

以下次頁に続く

前頁より引続き

n-ヘキサン層

アセトニトリル層

- 濃縮乾固(ロータリーエボポレーター)
- ←ベンゼン 2 ml
- カラムクロマトグラフ[※]によるクリーンアップ

HLC 試料

※ カラムクロマトグラフィー条件

充てん剤 5%含水シリカゲル 10 g

クロマト管 ガラス 20 mmφ×30 cm

溶離液 第1フラクション 10%ベンゼン含有 n-ヘキサン 50 ml

第2フラクション 30% 70 ml

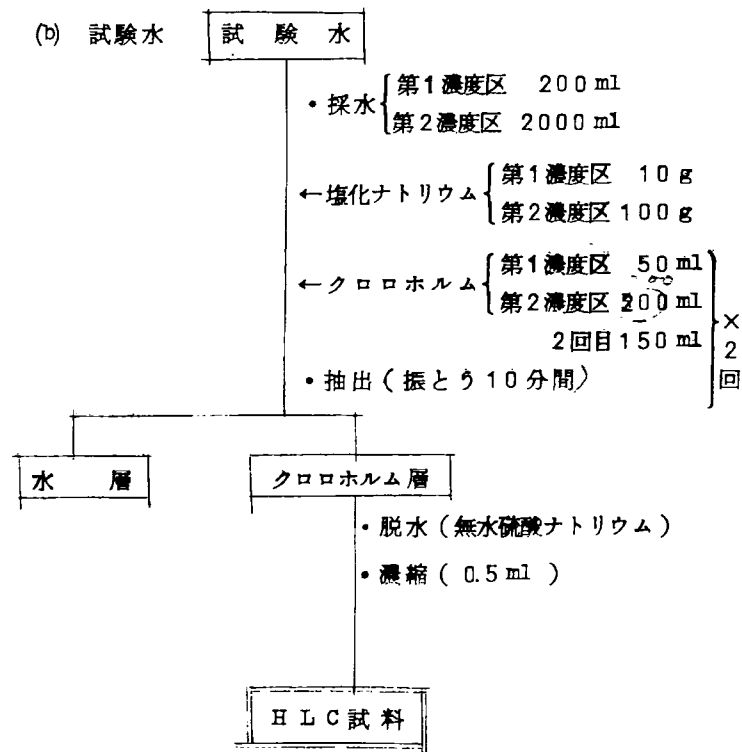
L C 試料 供試物質は第2フラクションに溶出する。

この層をイオン交換水 50 ml で水洗し、無水硫酸ナトリウムで脱水した後ロータリーエボポレーターで濃縮乾固する。(わずかに液は残す)

乾固物を 2-(N-フェニルアミノ)-ナフタレン(内標準として) 15 ppm 含有のメチルアルコール溶液で定容する。

以下次頁に続く

(b) 試験水



3.2.4 分析条件

高速液体クロマトグラフ (HLC)

充てん剤 日立ゲル 3010

カラム ステンレス 4 mmφ×50 cm

溶離液 5% n-ヘキサン含有メチルアルコール

検出器 波長可変流動光度計 (測定波長 291 nm)

以下次頁に続く

4. 試験結果

表一 濃縮倍率

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	付 図	付 表
第1濃度区	189 190	153 168	212 199	101 162	242 134	1, 4 5~10	3, 4, 6
第2濃度区	149 185	51 69	253 137	219 253	229 174	2, 4 5~10	3, 5, 6

5. 備 考

5.1 水槽濃度設定理由について

機器の検出限界 (図一3 参照) は約 2 ppm である。魚体重 30 g, 最終液量 10 ml, 回収率 80% と考えると

$$\frac{2}{\frac{80}{100} \times \frac{30}{10}} = 0.83 \div 1 \text{ ppm をなり}$$

魚体中濃度で約 1 ppm が分析限界である。

低濃度区で濃縮性低い場合、10 倍以下表示をすれば高濃度区 1 ppm, 低濃度区 0.1 ppm とできるが、高濃度区 1 ppm は 48 時間 T Lm 値の $\frac{1}{5}$ に当り無理である。

試験魚に生理的障害を与えないためには少なくとも 48 時間

T Lm 値の $\frac{1}{50}$ 以下が望ましい。

以下次頁に続く

そこで予備飼育を行つて濃縮性を検討した結果、100 倍以上の濃縮が認められたので、3.2.2(c)のように水槽濃度を設定した。

高濃度区 0.1 ppm は48時間TL_m値の約 $\frac{1}{50}$ に当るが、試験期間中試験魚に外観，行動，摂取，排泄物等の異常は認められなかつた。

以 上