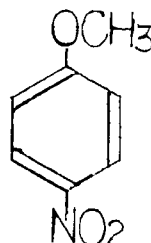


4-ニトロフェニルメチルエーテルの濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和51年8月2日～昭和52年1月25日
2. 試料名 4-ニトロフェニルメチルエーテル(試料№K-193)
- 構造式



性状 純度 99.2% 融点 54℃
 沸点 259℃
 溶解性 アルコール、エーテルに溶解
 水 0.059g/100ml (30℃)
 (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) ガスクロマトグラフ 日本電子社製 JGC-20KE型

3.2 試験条件

3.2.1 TLM試験

(a) 試験魚

ヒメダカ平均体重 0.18g 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(日光ケミカルズ HCO-20)

分散法 供試物質 0.5g と硬化ヒマシ油 2.5g をアセトンに溶解した後アセトンをロータリーエバポレーターで留去する。これに温イオン交換水を加えて分散させ、さらに超音波(20KHz)を5分間照射した後500mlに定容して1000ppm(W/V)の原液を調製した。

(c) 試験温度

25±2℃

(d) 結果

48時間TLM値 55ppm

3.2.2 濃縮度試験

(a) 外部消毒及び順化

(1) 外部消毒

止水状態で10ppm塩酸クロロテトラサイクリン溶液に24時間薬浴を2回行つた。

(2) 順化

25℃×12日

(b) 試験水槽

ガラス製 容量 100l
 流量 579l/日

(c) 試験魚

コイ 平均体重 約28g
 平均体長 約10cm

(d) 分散法

3.2.1(b)に同じ

(e) 試験温度

25 ± 2℃

(f) 設定濃度

48時間 T L m 値 55 ppm ÷ 50 ppm の $\frac{1}{10^4}$
及び $\frac{1}{10^4}$ に設定した。

(単位 ppm)

	供試物質	硬化ヒマシ油
第1濃度区	0.05	0.25
第2濃度区	0.005	0.025

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (ppm)

	2 W	3 W	4 W	6 W
第1濃度区	0.042	0.043	0.042	0.042
第2濃度区	0.0042	0.0045	0.0045	0.0046

3.2.3 分析試料の前処理

(a) 魚体

試験魚

- ・体重測定
 - ・細片化
 - ←アセトニトリル 80 ml
 - ・ホモジナイズ
 - ・傾斜
- × 3回

以下次頁に続く

前頁より引続き

残渣

主成分液

←無水硫酸ナトリウム 100g

- ・脱水
- ・ろ過 (東洋 No. 5 C ろ紙)

硫酸ナトリウム層

ろ液

- ・濃縮 (ロータリーエバポレーターで約 10 ml まで)
- ←イオン交換水 100 ml
- ←n-ヘキサン 20 ml
- ・振とう

n-ヘキサン層

水層

- ←ベンゼン 50 ml
 - ・抽出 (振とう 10 分間)
- × 2回

水層

ベンゼン層

- ・脱水 (無水硫酸ナトリウム)
- ・濃縮 (ロータリーエバポレーターで約 5 ml まで)
- ←n-ヘキサン 10 ml
- ・カラムクロマトによるクリーンアップ※

G C 試料

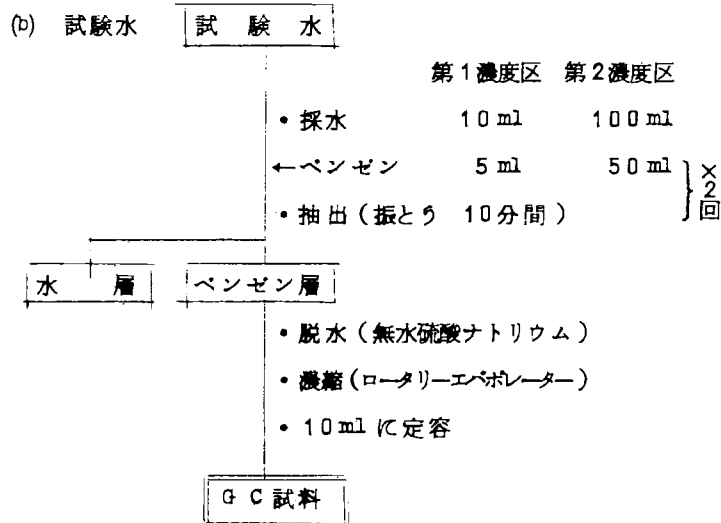
※ カラムクロマトグラフィー条件

充てん剤 5%含水シリカゲル (ワコーゲル C-200) 5g

クロマト管 ガラス 10 mmφ

溶離液 n-ヘキサン:ベンゼン = 1:1

供試物質は 10~40 ml に溶出し、この分画を 50 ml に定容する。



3. 2. 4 分析条件

ガスクロマトグラフ 日本電子社製 JGC-20KE型

検出器 ECD

充てん剤 シリコンCV-17 3%/クロモソルフW DMCS-
AW 80-100メッシュ

カラム ガラス 2mmφ×2m

カラム温度 130℃

キャリアガス N₂

以下次頁に続く

4. 試験結果

表一 2 濃 縮 倍 率

	2 W	3 W	4 W	6 W	付 図	付 表
第1濃度区	2.6 2.1	2.6 2.2	2.2 1.0	3.0 0.8	1, 4, 5	3, 4, 6
第2濃度区	11.4 14.4	18.6 17.4	9.2 ※5.7	※5.3 9.2	2, 4, 6	3, 5, 6

※ 参考値

5. 備 考

5. 1 分析限界について

機器の検出限界 (図一 3) は約 0.01 ppm (0.04 ng) であり
魚体重 30 g, 最終液量 50 ml, 及び回収率 60 % と考えれば

$$\frac{0.01}{\frac{60}{100} \times \frac{30}{50}} \div 0.03 \text{ ppm} \text{ となり}$$

魚体中濃度で 0.03 ppm が分析限界である。

したがって濃縮性が低い場合、水槽濃度が設定にほぼ近ければ

$$\frac{0.03}{0.005} = 6 \text{ となり}$$

第2濃度区は6倍以下表示となる。

以 上