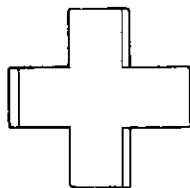


濃 縮 度 試 験 報 告 書

1. 試 料 名 1,5,9-シクロデカトリエン
(試料名 K-468)

構 造 式



同 定 GC-MS スペクトル (図-17参照)
性 状
外 観 無色液体
比 重 0.881
純 度 99%以上 ([REDACTED] 試薬使用)
trans, trans, trans 体 94%
trans, trans, cis 体 5%
trans, cis, cis 体 1%以下

分配係数 (n-オクタノール/水)

log Pow 6.19以上 (LC法による)

溶 解 性 対水 10ppm以下 (TOC計による)
対 n-ヘキサン, アセトン, ジクロロメタン
二硫化炭素, ベンゼン, アセトニトリル
1000ppm以上

2. 試 験 期 間 昭和57年5月25日~昭和58年3月4日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号
薬 発 第 615 号
49 基 局 第 392 号
〔魚介類の体内における化学物質の濃縮度試験〕による

3.1 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.26g 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 (HCO-20, HCO-40)

溶 解 法 (分散法)

供試物質 1g と HCO-20 25g, HCO-40 25g 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て全量を 1ℓ に定容し、1,000ppm (w/v) の分散液を調製した。

(c) 試 験 温 度 25±1℃

(d) 試 験 結 果

48 時間 T L m 値 : 0.116ppm (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

揮発性化学物質用濃縮度試験装置を使用

試験水槽

ガラス製

容量 100 L

流水量 1155 L/日

原液^{*2}：希釈水 = 2 ml/分 : 800 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 4 ppm(w/v)

第2濃度区用原液 0.4 ppm(w/v)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 26.2 g

平均体長 9.8 cm

平均脂質含量^{*3} 5.0%

*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 4.2~4.9 ppm (図-15参照)

第2濃度 4.2~4.8 ppm (図-16参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は、80 ppb (図-8参照)である。水分析時の前処理操作において100倍濃縮して回収率が79.6%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、次の計算式より第2濃度区の水槽濃度を1 ppbと設定した。第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

$$\frac{80}{\frac{1000}{10} \times \frac{79.6}{100} \times \frac{100-20}{100}} \approx 1 \text{ ppb になる}$$

設定値

(単位 ppb(w/v))

	供試物質	分散剤	
		HCO-20	HCO-40
第1濃度区	10	250	250
第2濃度区	1	25	25

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))

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W
第1濃度区	5.54	5.59	6.12	6.49	6.90	6.95
第2濃度区	0.442	0.511	0.576	0.617	0.650	0.666

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

○ 魚体分析用

装置	ガスクロマトグラフ 型—島津GC-R1A
カラム	(魚体回収試験及び第1濃度区魚体分析) 5% Therman 3000/Chromosorb W HP 1 m × 3 mm ϕ , ガラス製 カラム温度 100℃ (第2濃度区魚体分析) 10% OV-17/Chromosorb W HP 3 m × 3 mm ϕ , ガラス製 カラム温度 190℃
キャリアガス	窒素
検出器	FID

○ 水分析用

装置	ガスクロマトグラフ—質量分析計 型—JMS-DX300
----	--------------------------------

GC 条件

カラム	5% OV-17/クロモソルブ W HP 1 m × 2 mm ϕ , ガラス製
-----	--

キャリアガス	ヘリウム
--------	------

質量分析計条件

セパレータ温度	200℃
---------	------

イオン化電圧 70 eV

加速電圧 3 kV

イオン源温度 210℃

測定 m/e 162

(b) 標準溶液の調製法

○ 魚体分析用

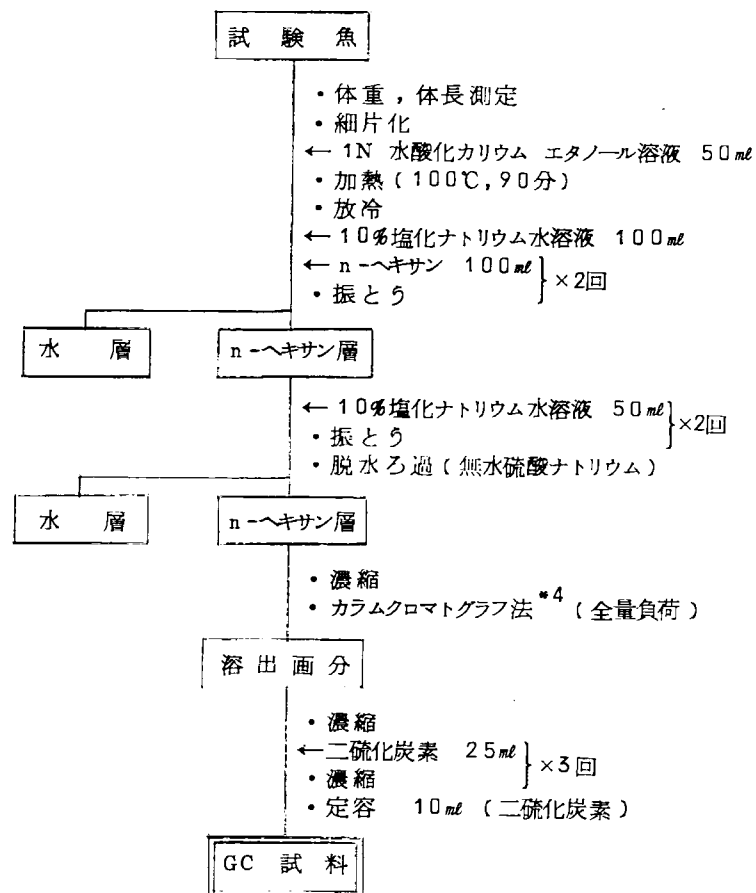
供試物質 0.1 g を精秤し二硫化炭素に溶解後、全量を
100 ml に定容して 1000 ppm (w/v) の標準液を調製
した。これを二硫化炭素で希釈して所定濃度の標準
溶液を調製した。

○ 水分析用

上記と同様の方法で、溶媒としてジクロロメタンを使
用し、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 $60\mu\text{g}$ 添加) 84.5 %
魚体中濃度が回収試験時より著しく高い場合、最終定容液を適宜希釈する

*4 カラムクロマトグラフの条件

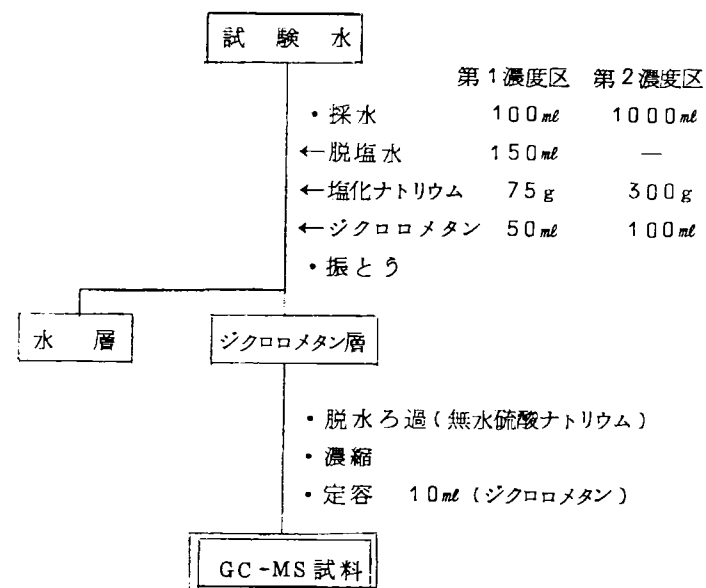
クロマト管 20 mm ϕ , ガラス製

充てん剤 3% 含水塩基性 アルミナ 10 g (ウェルム社製)
(n-ヘキサンで充てん)

分画法 : 第 1 画分 n-ヘキサン 100 ml

供試物質は第 1 画分に溶出する

(2) 試験水



上記操作による回収率 (供試物質 $1\mu\text{g}$ 添加) 第 1 区 81.7 %
第 2 区 79.6 %

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

表一 2 供試物質の濃縮倍率

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W
第 1 濃度区	2690	5140	4840	12500	9750	5560
	3370	2630	8070	10800	8850	8960
第 2 濃度区	1920	4590	4080	5610	9270	10300
	2950	2450	3240	4830	14800	6220

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
検出限界の範囲	0.11	第 1 区 16 以下	$\frac{A}{100} \times \frac{C}{D \times E}$
		第 2 区 170 以下	

A・検出限界の濃度 ; 0.28 ppm (図一 4 参照)

B・回 収 率 : 84.5 % D・最終液量 : 10 ml

C・魚 体 重 : 30 g E・分 取 比 1

5. 考 察

水槽濃度の低下原因について

本物質は揮散性が予想されるため原液タンクとしてテドラ一バックを使用し、原液供給経路を短縮して試験魚を入れないで流水試験を行い、原液タンク、水槽入口および水槽濃度の保持状態をみた。(図一 23 参照)

設定濃度に対する保持率 (%)

	第 1 濃度区 原液タンク	第 1 濃度区 水槽入口	第 1 濃度区 水 槽	第 2 濃度区 水 槽
1 日 目	93.8	83.5	80.3	92.2
3 日 目	86.2	80.6	70.7	80.5

上表から水槽濃度は設定の 70~80% であり、流路系での揮散が生じることが認められた。

本試験開始後の低下は、この空試験での揮散率を上回ることから、さらに、魚体への取り込みが生じたとみられる。

以 上

参考データ

魚体部位別試験

10週間めの試験魚を2尾ずつ、頭部、外皮（頭部を除く皮、うろこ、ひれ、消化管、えら）内臓（消化管以外の臓器）、可食部（上記の部分を除いた残部）に大別し、各重量を測った後分析を行った。分析法は本試験の分析法に準ずる。

部 位 別 試 験 結 果

		供試物質濃度(ppm)	供試物質重量比(%)	部位別重量比(%)
第1濃度区	可食部	41.0 (40.7) 40.3	33.0 (31.5) 29.9	52.3 (51.8) 51.3
	頭 部	104 (114) 124	39.2 (42.9) 46.6	24.4 (25.2) 26.0
	外 皮	63.8 (62.7) 61.5	16.6 (16.1) 15.6	16.9 (17.3) 17.6
	内 臓	111 (113) 115	11.1 (9.63) 8.16	6.50 (5.70) 4.90
第2濃度区	可食部	1.73 (3.01) 4.28	27.3 (28.5) 29.7	50.8 (51.7) 52.6
	頭 部	5.52 (8.56) 11.6	46.0 (42.6) 39.1	26.9 (26.3) 25.6
	外 皮	3.37 (6.56) 9.74	18.7 (20.2) 21.6	18.0 (17.4) 16.8
	内 臓	6.11 (10.2) 14.3	7.93 (8.67) 9.40	4.19 (4.57) 4.95

()内の数字は平均値を表わす。

排泄性試験

10週間の試験終了後、正常水（供試物質及び分散剤を含まない水）による排泄性試験を行なった。（試験水槽100ℓ、流水量800 ml/min）

10週間めの試験魚中の供試物質濃度の平均（2尾）を100として、3,7,14 日目の試験魚中の供試物質の残留率を示した。

残 留 率 (%)

	3 日 目	7 日 目	14 日 目
第 1 濃 度 区	74.1 (56.3) 38.4	70.3 (105) 140	18.2 (16.5) 14.7
第 2 濃 度 区	70.6 (48.0) 25.4	14.4 (17.8) 21.1	9.15 (8.33) 7.51