

濃縮度試験報告書

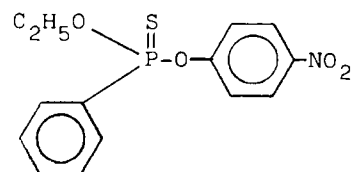
1. 試料名 O-エチル-O-p-ニトロフェニル-フェニルチオノ
ホスホネート

(試料No K-725)

分子式 $C_{14}H_{14}NO_4$ PS

分子量 323.3

構造式



同定 GC-MSスペクトル (図-15参照)

性状

外観 淡黄色結晶

融点*1 36 °C

沸点*1 100 °C / 0.03 mmHg

比重*1 1.260 (20°C)

純度*1 92% 以上

不純物 O,O-ジエチルフェニルチオノホスホネート 2%以下

S-エチル-O-p-ニトロフェニル-フェニル
チオノホスホネート 1%以下

O-エチル-O-p-ニトロフェニル-フェニル
ホスホネート 1%以下

トルエン 1%以下

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log P_{ow} = 4.78$ (振とう法による)

溶解性 対水 0.91 ppm (GC法による)

対n-ヘキサン、アセトニトリル、ベンゼン、

ジメチルスルホキシド (DMSO) 1000ppm 以上

*1 試料提供者提示資料による

2. 試験期間 昭和58年8月1日～昭和58年11月4日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号

薬 発 第 6 1 5 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 TLM試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.3g 塩化第二水銀検定合格魚*2

*2 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-40)

分散法

供試物質1gとHCO-40 50gを混合し、脱塩水を
加えて全量を1ℓに定容して、1000ppm(W/V)の分散液を調
製した。なお、便宜上供試物質の濃度は純度を100%とし
て表示した。

(c) 試験温度 25 ± 2 °C

(d) 試験結果

48時間TLM値 : 10.6 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 100ℓ

流水量 1158 ℓ/日

原液^{*3} : 希釈水 = 4 ml/分 : 800 ml/分

^{*3} 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 2 ppm (W/V)

第2濃度区用原液 0. 2 ppm (W/V)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 29. 8 g

平均体長 10. 5 cm

平均脂質含量^{*4} 4. 7 %

^{*4} 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10ppm塩酸クロロテトラサイクリン水溶液で24時間薬浴を行なった。

(2) 順化

25℃ × 14日間

(d) 試験温度 25 ± 2 ℃

(e) 水槽中の溶存酸素濃度

第1濃度区 6. 0~7. 0 ppm (図-13参照)

第2濃度区 6. 2~7. 1 ppm (図-14参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

精度良く定量できる濃度は27ppb (図-4参照) である。

水分析時の前処理操作において40倍濃縮して回収率が

94. 5%であり、予備飼育7日間の結果より水槽濃度の低下

を10%と見込み、次の計算式により第2濃度区の水槽濃度を

1ppb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

$$\frac{27}{\frac{1000}{25} \times \frac{94.5}{100} \times \frac{100-10}{100}} \approx 1 \text{ ppb になる}$$

設定値

(単位ppb(W/V))

	供試物質	分散剤
		HCO-40
第1濃度区	10	500
第2濃度区	1	50

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	付 表
第1濃度区	7.45	7.36	7.47	7.68	7.81	表-8
第2濃度区	0.698	0.739	0.795	0.800	0.807	表-9

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

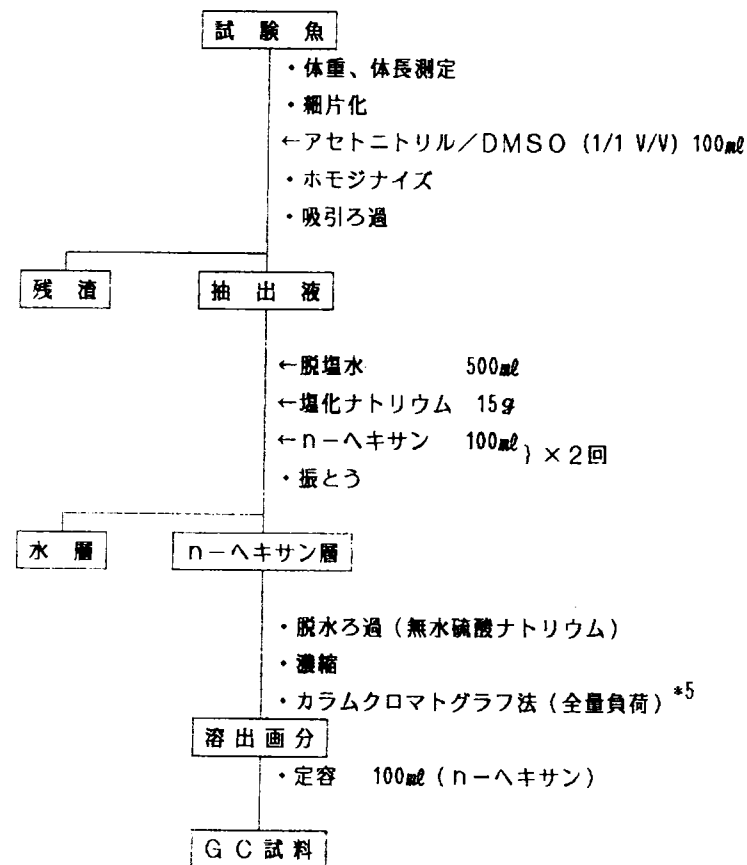
装置 ガスクロマトグラフ 型—島津GC-7A
カラム 5%OV-101/クロモソルブW(HP)
3mmφ × 1m, ガラス製
カラム温度 230℃
キャリアガス 窒素
検出器 ECD

(b) 標準溶液の調製法

供試物質0.1gを精秤し、n-ヘキサンに溶解後、全量を100mlに定容して1000ppm(W/V)の標準液を調製した。これをn-ヘキサン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30μg添加) 81.0 %

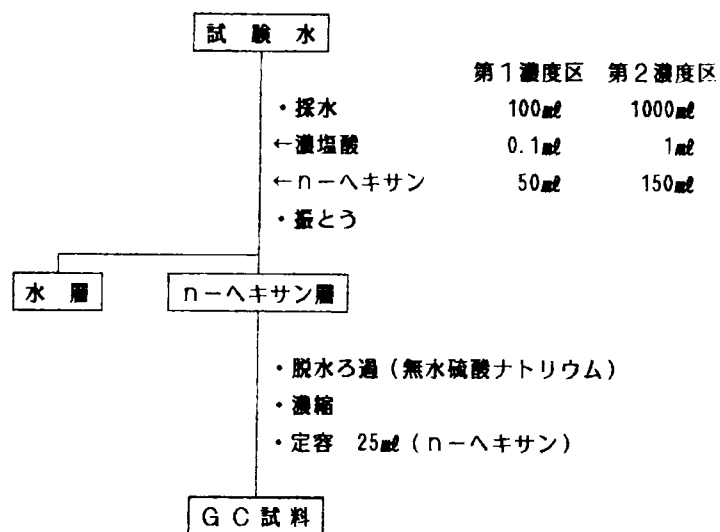
魚体中濃度が回収試験時より著しく高い場合、最終定容液を適宜希釈する。

*5 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 3%含水酸性アルミナ 5g (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 25ml
 第2画分 ベンゼン 50ml

供試物質は第2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 1μg 添加)

第1濃度区 96.4 %
 第2濃度区 94.5 %

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

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	付 表
第1濃度区	867 1050	1420 1500	1590 1490	1320 659	1240 1180	表-4
第2濃度区	1260 678	1520 1210	1110 1050	749 358	590 1220	表-5

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とおりである。

	魚体中濃度 (ppm)	濃 縮 倍 率	魚体中濃度 (ppm) の計算方法
精度良く定量 できる範囲	0.11 以上	第1区 14 以上 第2区 138 以上	$\frac{A}{100} \times \frac{D}{E \times F}$
参考値の範囲	0.004 ~ 0.11	第1区 0.5 ~ 14 第2区 5.1 ~ 138	
検出限界の 範囲	0.004 以下	第1区 0.5 以下 第2区 5.1 以下	$\frac{B}{100} \times \frac{D}{E \times F}$

A・精度良く定量できる濃度： 0.027 ppm (図-4参照)

B・検出限界の濃度 (S/N=2)： 0.001 ppm (図-4参照)

C・回収率： 81.0%

E・最終液量： 100 μ l

D・魚体重： 30 g

F・分取比： 5

(回収試験時)

以 上

参考データ

魚体部位別試験

8週間目の試験魚を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なった。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)	濃縮倍率	付 表
第1濃度区	可食部	8.23 (6.64)	1050	表-11
		5.05	647	
	頭 部	28.7 (27.3)	3670	
		25.8	3300	
	外 皮	14.4 (12.9)	1850	
		11.3	1450	
	内 臓	15.4 (14.2)	1970	
		12.9	1650	
第2濃度区	可食部	0.484 (0.389)	600	表-12
		0.294	364	
	頭 部	1.32 (1.21)	1630	
		1.10	1370	
	外 皮	0.593 (0.512)	735	
		0.430	533	
	内 臓	1.22 (0.853)	1640	
		0.386	479	

()内の数字は平均値を表わす。

排泄性試験

8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、流量800ml/分）8週間目の試験魚中の供試物質濃度の平均（2尾）を100として、1、4、7日目の試験魚中の供試物質の残留率を示した。

残 留 率 (%)

	1 日 目	4 日 目	7 日 目	付 表
第1濃度区	49.2 (60.1) 71.0	1.11 (2.93) 4.75	0.275 (0.413) 0.550	表-13
第2濃度区	37.4 (33.8) 30.2	40.8 (36.8) 32.7	6.84 (5.40) 3.95	表-14