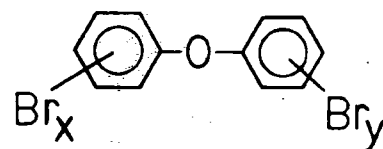


濃縮度試験報告書

1. 試料名 ヘキサブロモジフェニルエーテル
(試料No K-496)

構造式



$$x + y = 6$$

同定 GC-MS スペクトル (図-19a 参照)
性 状

外 観 白色粉末

融 点 148 ~ 151℃ (提示資料による)

純 度 86.2%
(不純物 ペンタブロモジフェニルエーテル 10.2% 他)

分配係数 (n-オクタノール/水)

$$\log Pow > 6$$

溶解性 対水 1ppb 以下 (GC法による)

対 ベンゼン 1000ppm

対 n-ヘキサン 100ppm

対 ジメチルスルホキシド 5%

2. 試験期間 昭和56年4月21日~昭和57年5月7日

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 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.29g 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-40)

ジメチルスルホキシド (DMSO)

溶解法 (分散法)

供試物質 0.5g と HCO-40 10g, DMSO 7.5g を混合し、攪拌しながら徐々にイオン交換水を加えて、全量を 0.5L に定容し 1000ppm (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：500ppm (w/v) 以上

(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 1158ℓ/日

原液^{*2}：希釈水 = 4ml/分 : 800ml/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 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 25.0g

平均体長 9.7cm

平均脂質含量^{*3} 4.7%

*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) 水槽中の溶存酸素量

図-17及び18参照

(f) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は、17ppb (図-4参照)

である。水分析時の前処理操作において20倍濃縮し

て回収率が91.5%であり、予備飼育7日間の結果より

水槽濃度の低下を5%と見込み、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

$$\frac{1.7}{\frac{200}{10} \times \frac{91.5}{100} \times \frac{100-5}{100}} \approx 1 \text{ ppb になる}$$

設定値

(単位ppb w/v)

	供試物質	分 散 剤	
		DMSO	HCO-40
第1濃度区	10	150	200
第2濃度区	1	15	20

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
第1濃度区	11.8	11.0	10.9	10.7	10.8
第2濃度区	0.920	0.958	0.987	1.01	1.02

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

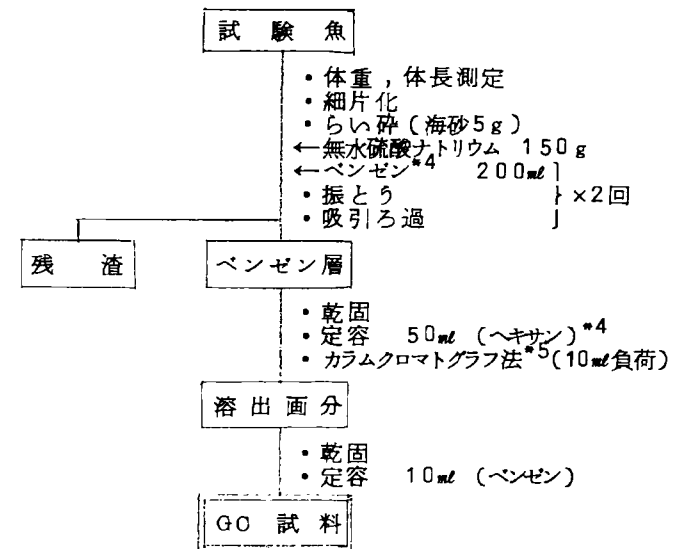
装置	ガスクロマトグラフ 型-JGC 20K
カラム	2% OV-17/クロモソルブW AW DMCS 1 m × 3 mm ϕ , ガラス製
カラム温度	281℃
キャリアガス	N ₂ (1.2 kg/cm ²)
検出器	ECD

(b) 標準溶液の調製法

供試物質 0.5 g を精秤しベンゼン（残留農薬分析用）に溶解後、全量を 500 ml に定容して 1000 ppm (w/v) の標準液を調製した。これをベンゼ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 1.5 μ g 添加） 84.7 %

*4 ベンゼン及びヘキサンは残留農薬分析用を使用

*5 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

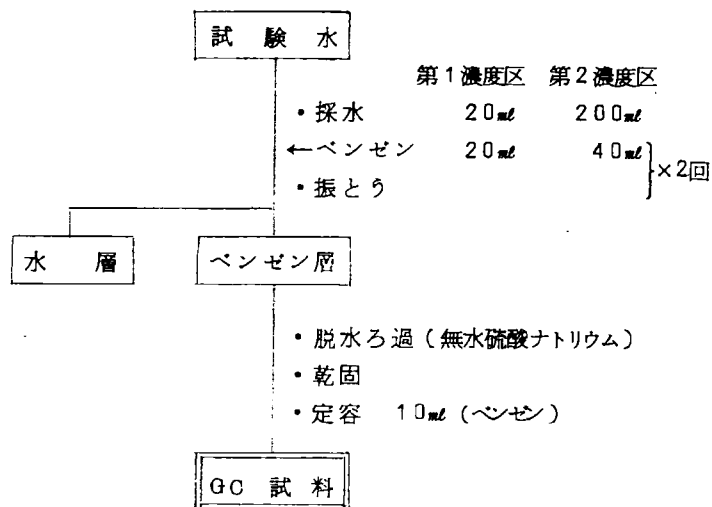
充てん剤 5% 含水シリカゲル 5g (和光純薬製)
(ヘキサンで充てん)

分画法：第 1 画分 ヘキサン 100 ml

第 2 画分 5% ベンゼン/ヘキサン (v/v) 100 ml

供試物質は第 1, 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 0.2 μ g 添加) 第1区 82.8%
第2区 91.5%

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
第1濃度区	216 266	384 597	455 419	763 1200	1310 562
第2濃度区	985 667	921 1090	584 527	1490 1080	589 714

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	計算方法 (ppm)
精度よく定量 できる範囲	0.033 以上	第1区 3.1 以上 第2区 33 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	0.002 ~ 0.033	第1区 0.2 ~ 3.1 第2区 1.9 ~ 33	
検出限界の 範囲	0.002 以下	第1区 0.2 以下 第2区 1.9 以下	$\frac{B}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$

A・精度よく定量できる濃度 = 0.017 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 : 84.7 %

E・最終液量 : 10ml

D・魚 体 重 : 30 g

F・分 取 比 : 5

参考データ

魚体部位別試験

8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	7.64 6.83 (7.24)	42.5 33.8 (38.2)	49.1 44.3 (46.7)
	頭部	12.6 14.0 (13.3)	39.1 44.9 (42.0)	27.4 28.6 (28.0)
	外皮	5.44 4.91 (5.18)	12.6 12.6 (12.6)	20.4 23.0 (21.7)
	内臓	16.2 18.1 (17.2)	5.70 8.46 (7.08)	3.12 4.18 (3.65)
第2濃度区	可食部	0.991 1.52 (1.26)	32.5 26.1 (29.3)	52.9 49.7 (51.3)
	頭部	3.69 6.11 (4.90)	50.2 47.7 (49.0)	22.0 22.7 (22.4)
	外皮	0.908 2.60 (1.75)	12.1 19.5 (15.8)	21.5 21.8 (21.7)
	内臓	2.21 3.42 (2.82)	5.18 6.78 (5.98)	3.79 5.75 (4.77)

()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，流水量800ml/min）

8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、1,3,10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	3日目	10日目
第1濃度区	103 104 (104)	22.9 23.5 (23.2)	3.48 1.25 (2.36)
第2濃度区	170 223 (197)	257 182 (220)	18.9 4.48 (11.7)

5. 考 察

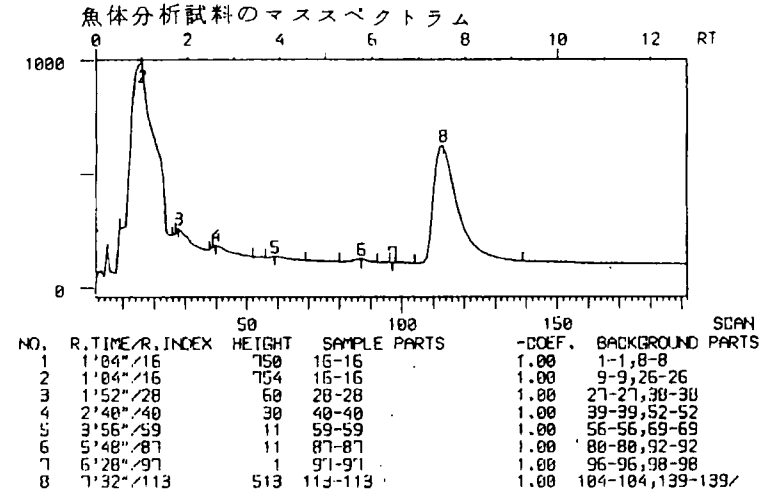
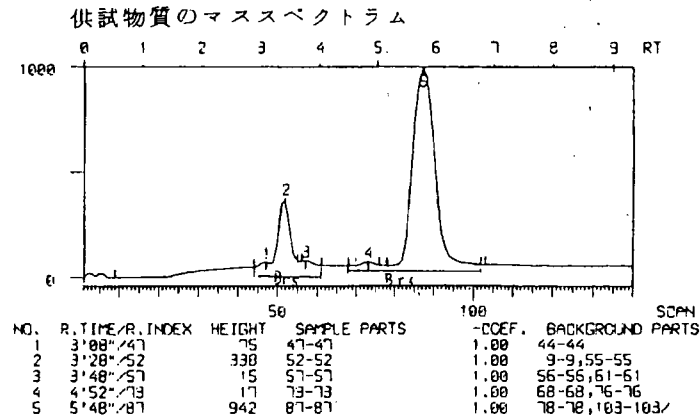
供試物質の純度

供試物質のクロマトグラム（水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフィーによる）において7本のピークが認められた（図-20 参照）。

ガスクロマト質量分析計により各ピークのBr数の分析を行なったところピーク①、②及び③はペンタブロモジフェニルエーテル（含有率10.19%）、ピーク④及び⑤はヘキサブロモジフェニルエーテル（含有率86.16%）であることが確認された。ピーク⑥及び⑦については構造の決定はできなかった。また各ピークの位置異性についての情報は得られていない。

魚体中に蓄積した物質の同定

魚体分析GCチャート上に4本のピークが認められた。そこで魚体分析試料をガスクロマト質量分析計で分析したところ以下のようなマススペクトラムが得られた。



この結果、ピーク6はヘキサブロモジフェニルエーテル、ピーク5はペンタブロモジフェニルエーテル、ピーク3はテトラブロモジフェニルエーテルであることが示された。供試物質のクロマトグラムにくらべ魚体分析のクロマトグラムでは、ヘキサブロモジフェニルエーテルに対するBr₅、Br₄のジフェニルエーテルのピークの比が非常に大きいことから、Br₅、Br₄のジフェニルエーテルはヘキサブロモジフェニルエーテルよりいっそう高濃縮性であると推定される。

以上