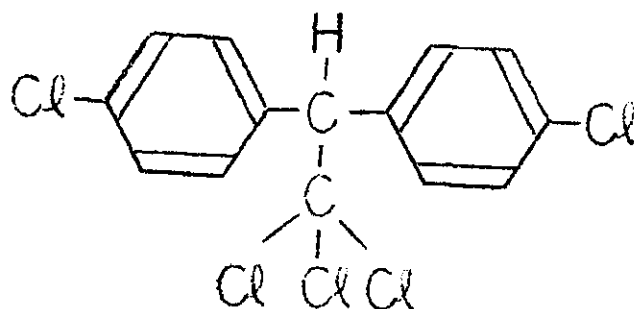


濃縮度試験報告書

(K-647 に関する試験報告 その 1)

1. 試料名 1, 1, 1-トリクロロ-2, 2-ビス(4-クロロフェニル)
エタン (試料 No K-647)

構造式



同定 MS スペクトル (図-27 参照)

性状 外観 白色微結晶

融点 108 °C

純度 99.2 % (一般試薬使用)

分配係数 (n-オクタノール/水) $\log P = 6.38$

溶解性 対水-1 ppm 以下

対 n-ヘキサン-1,000 ppm 以上

対 DMF-5 % 以上

2. 試験期間 昭和 55 年 9 月 30 日 ~ 昭和 56 年 1 月 30 日

3 試験方法及び条件

環保業第 5 号
業 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 0.16 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) 溶解法（分散剤及び分散法）

分散剤

N,N-ジメチルホルムアミド（DMF）

硬化ヒマシ油（HCO-20）

溶解法（分散法）

供試物質 100 mg を、N,N-ジメチルホルムアミド 2 ml，硬化ヒマシ油（HCO-20）2 g に溶解後、徐々に脱塩水を添加して 1 ℓ に定容し、100 ppm (w/v) の分散液とした。

(c) 試験温度

25 ± 1℃

(d) 試験結果

48 時間 T L m 値 : 33.5 ppb (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 100 ℓ

流水量 1,158 ℓ/日

原液^{*} : 希釈水 = 4 ml/分 : 800 ml/分

• 3.1 (b) で調製した分散液を希釈して原液とした

第1区用原液 200 ppb (w/v)

第2区用原液 20 ppb (w/v)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 27.6 g

平均体長 10.5 cm

平均脂質含量^{**} 5.0 %

* E.G. Bligh, 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) 溶解法 (分散剤及び分散法)

3.1 (b) に同じ

(e) 試験温度

25 ± 1℃

(f) 水槽中の溶存酸素量

図-25 及び 26 参照

(g) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は、約 5 ppb (図-4 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 94% であり、水槽濃度の低下を 20% と見込み、第 2 濃度区の水槽濃度を 0.1 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

$$\frac{5}{100 \times \frac{94}{100} \times \frac{80}{100}} \approx 0.1 \text{ ppb になる}$$

設定値

(単位 ppb w/v)

(単位 ppm W/V)

	供 試 物 質	分 散 剤	
		D M F	HCO-20
第 1 濃 度 区	1.00	20	20
第 2 濃 度 区	0.100	2	2

突測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度

(單位 ppb w/v)

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W
第1濃度区	0.66	0.64	0.66	0.65	0.68	0.70
第2濃度区	0.067	0.067	0.068	0.067	0.070	0.076

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GC6A
 カラム 5%OV-17/クロモソルBW AW DMCS
 (80~100メッシュ)

2 m × 3 mm φ ガラス製

温 度 245℃

キャリアガス 窒素 50 ml/min

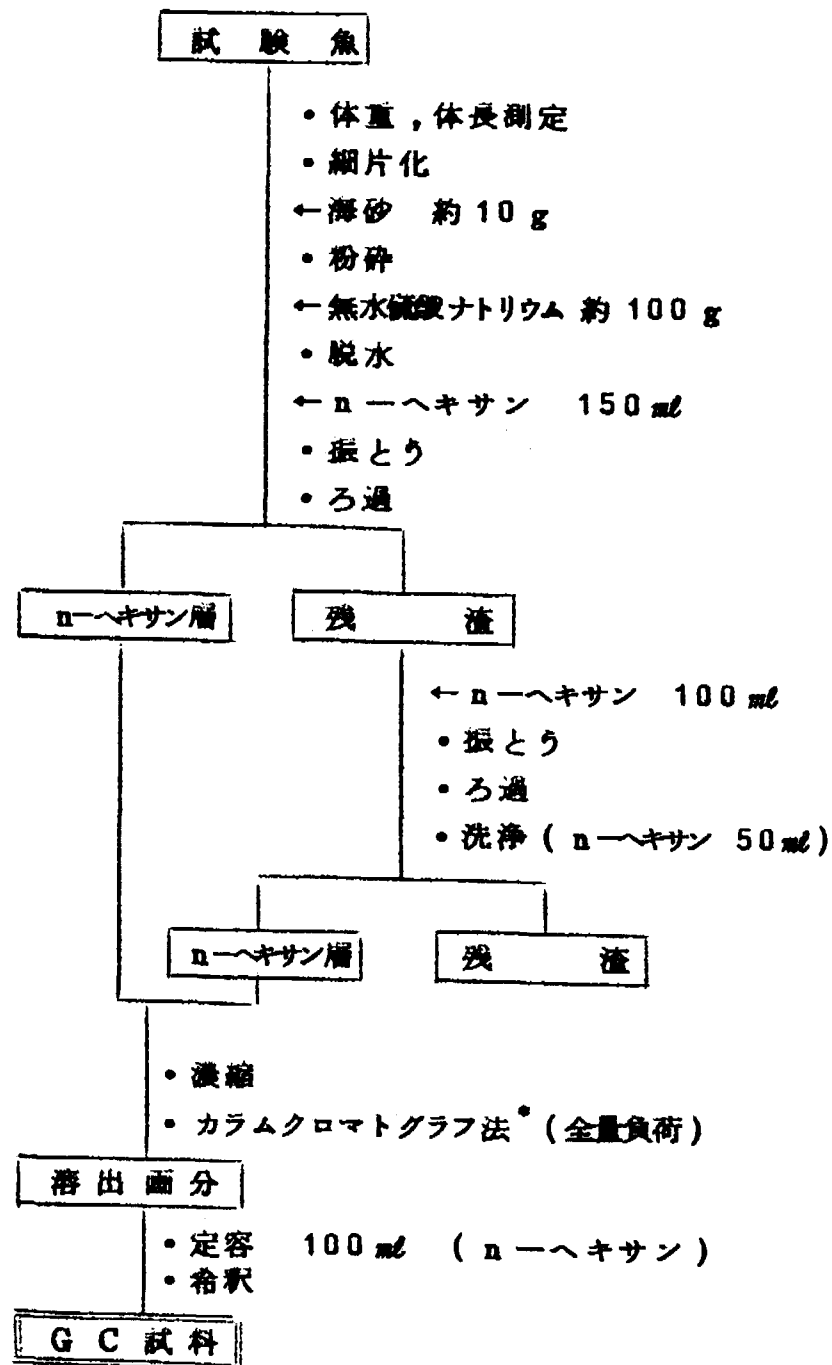
検出器 ECD (^{63}Ni)

(b) 標準溶液の調製法

供試物質 100 mg を精秤し、n-ヘキサン（残留農薬分析用）に溶解後、100 ml に定容して 1,000 ppm (w/v) 標準溶液とした。使用するに当っては、この標準溶液を適宜希釈した。

(c) 分析試料の前処理

(1) 魚 体



• カラムクロマトグラフの条件

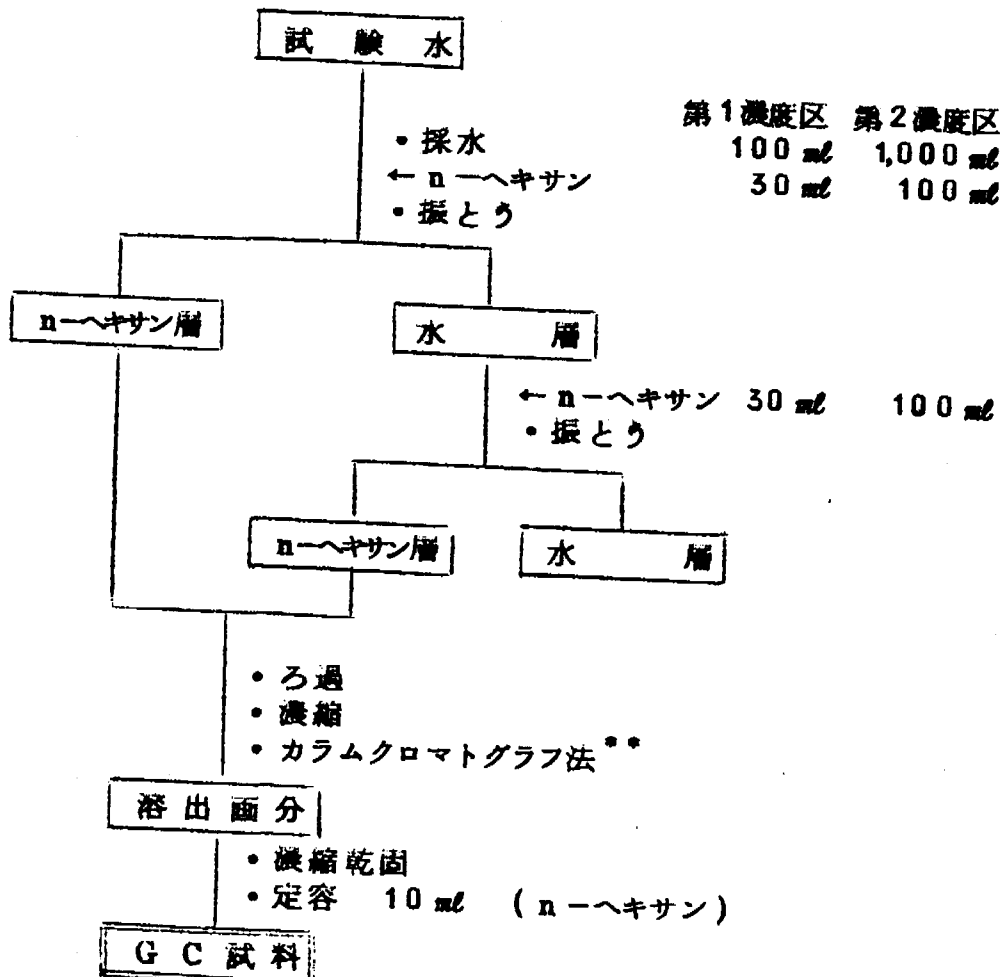
クロマト管 20 mmφ ガラス製

充てん剤 5%含水シリカゲル 10g (和光純薬製)
(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



** 魚体分析と同様の方法による

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	10 W
第1濃度区	5100 5510	11200 8620	15700 17000	17600 20000	24200 21200	13500 24400
第2濃度区	6080 6380	9350 11000	19800 20600	21900 23200	25200 25900	25900 23000

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(ppb)	濃 縮 倍 率	計 算 方 法(ppb)
精度よく定量 できる範囲	20 以上	第1区 29 以上 第2区 263 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	2.0 ~ 20	第1区 2.9 ~ 29 第2区 2.6 ~ 263	
検出限界の 範囲	2.0 以下	第1区 2.9 以下 第2区 2.6 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 = 5 ppb (図-4 参照)
B 検出限界の濃度($S/N=2$) : 0.5 ppb (図-4 参照)
C 回収率 : 82.8 %
D 魚体重 : 30 g
E 最終液量 : 100 ml
F 分取比 : 1

5. 考 察

本試験において魚体中から検出されたDDEは、試験水槽中でのDDTからDDEへの変換が認められなかったことより、魚体内に蓄積したDDTの脱塩化水素反応による代謝産物と考えられる。

DDEはDDTに比較して排泄速度がきわめて遅いこと、代謝分解に対して抵抗性があることが確認されており、環境中でのDDTの挙動を考慮する上で、無視できない物質である。

そこで、本試験において検出されたDDE量をDDT量に換算し、魚体中に残留しているDDTとの総和を試験魚に濃縮された全DDT量として濃縮倍率を算出すると次表のようになる。

表-2' D D T の濃縮倍率 (函-2 参照)
(魚体内で生成した D D E 量を含む)

	試験魚	魚 体 中 濃 度 (ppm)			全濃縮倍率
		D D T	D D E	合 計 値	
第 1 濃 度 区	1 W a	3.37	0.646 (0.720)	4.09	6,200
	b	3.64	0.531 (0.592)	4.23	6,400
	2 W a	7.14	1.94 (2.16)	9.30	14,500
	b	5.52	1.15 (1.28)	6.80	10,600
	4 W a	10.4	6.25 (6.97)	17.4	26,300
	b	11.2	6.25 (6.97)	18.2	27,600
第 2 濃 度 区	6 W a	11.4	8.70 (9.70)	21.1	32,500
	b	13.0	10.7 (11.9)	24.9	38,400
	8 W a	16.7	13.2 (14.7)	31.4	46,100
	b	14.4	17.0 (19.0)	33.4	49,100
	10 W a	9.46	19.0 (21.2)	30.7	43,800
	b	17.1	19.6 (21.9)	39.0	51,100
第 2 濃 度 区	1 W a	0.407	0.104 (0.116)	0.523	7,790
	b	0.428	0.066 (0.074)	0.502	7,460
	2 W a	0.627	0.156 (0.174)	0.801	12,000
	b	0.739	0.155 (0.173)	0.912	13,600
	4 W a	1.34	0.593 (0.661)	2.00	29,500
	b	1.40	0.381 (0.425)	1.83	26,800
第 2 濃 度 区	6 W a	1.47	0.850 (0.948)	2.42	36,100
	b	1.55	0.971 (1.08)	2.63	39,300
	8 W a	1.76	1.66 (1.85)	3.61	51,800
	b	1.82	1.58 (1.76)	3.58	51,000
	10 W a	1.97	1.90 (2.12)	4.09	53,800
	b	1.75	2.02 (2.25)	4.00	52,500

(注) () 内の数値は D D T 換算量を示す。

6. 備 考

6.1 魚体部位別試験

10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、DDT及びDDEの分析を行った。分析法は本試験の分析法に準ずる。

表一3 部位別試験結果（DDT）

		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	7.05 9.24 (815)	28.7 27.4 (281)	50.2 47.0 (486)
	頭部	27.1 33.3 (302)	53.0 54.7 (53.9)	24.1 26.1 (25.1)
	外皮	9.24 10.3 (9.77)	11.8 12.3 (12.1)	15.8 19.0 (17.4)
	内臓	8.05 11.3 (9.68)	65.2 56.2 (60.7)	9.97 7.91 (8.94)
第2濃度区	可食部	0.917 0.895 (0.906)	27.8 28.4 (28.1)	47.9 50.2 (49.1)
	頭部	3.09 3.45 (3.28)	54.4 53.8 (54.1)	27.7 24.6 (26.2)
	外皮	0.953 1.14 (1.05)	11.4 14.5 (13.0)	18.8 20.0 (19.4)
	内臓	1.78 0.998 (1.39)	63.2 33.3 (4.83)	5.61 5.26 (5.44)

() 内の数字は平均値を表わす。

表-4 部位別試験結果 (D D E)

		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	11.0 16.2 (13.6)	29.3 28.3 (28.8)	50.2 47.0 (48.6)
	頭 部	40.5 55.2 (47.9)	52.1 53.3 (52.7)	24.1 26.1 (25.1)
	外 皮	14.0 17.6 (15.8)	11.7 12.4 (12.1)	15.8 20.0 (17.9)
	内 臓	13.1 20.4 (16.8)	6.94 5.98 (6.46)	9.97 7.91 (8.94)
第 2 濃 度 区	可食部	1.35 1.39 (1.37)	28.1 28.6 (28.4)	47.9 50.2 (49.1)
	頭 部	4.43 5.23 (4.83)	53.5 52.5 (53.0)	27.7 24.6 (26.2)
	外 皮	1.41 1.84 (1.63)	11.6 15.1 (13.4)	18.8 20.0 (19.4)
	内 臓	2.79 1.78 (2.29)	6.81 3.85 (5.33)	5.61 5.26 (5.44)

()内の数字は平均値を表わす。

6.2 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った。（試験水槽100ℓ、流量800 ml/min）

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、3，8，14，28日目の試験魚中のDDT及びDDEの残留率を示した。

表-5 残留率 (%) (DDT)

	3 日 目	8 日 目	14 日 目	28 日 目
第1濃度区	90.6 87.8 (89.2)	56.0 42.3 (49.2)	46.1 55.3 (50.7)	16.6 49.2 (32.9)
第2濃度区	99.1 52.9 (76.0)	79.8 55.6 (67.7)	49.1 9.6 (29.4)	48.0 50.9 (49.5)

表-6 残留率 (%) (DDE)

	3 日 目	8 日 目	14 日 目	28 日 目
第1濃度区	94.0 83.4 (88.7)	115 105 (110)	125 119 (122)	54.5 101 (77.8)
第2濃度区	93.8 109 (101)	103 102 (103)	118 157 (138)	131 136 (134)

以 上