

濃縮度試験報告書

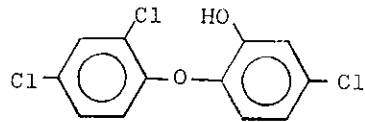
1. 試料名 2, 4, 4'-トリクロロ-2'-ヒドロキシジフェニ
ルエーテル

(試料No K-592)

分子式 $C_{12}H_7Cl_3O_2$

分子量 289.5

構造式



同定 IRスペクトル (図-12参照)
GC-MSスペクトル (トリフルオロアセチル化物、)
図-13参照

性状

外観 白色粉末

融点^{*1} 55~57℃

純度^{*1} 99%以上

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log Pow = 4.76$ (振とう法による)

溶解性 対水 17 ppm (TOC計による)

対 n-ヘキサン、ベンゼン、クロロホルム、
アセトン 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10月14日~昭和59年1月14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 0.29g 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-50)

溶解法(分散法)

供試物質1gとHCO-50 20gをアセトンに溶解し
た後、アセトンを留去する。これに脱塩水を加えて全量を1
ℓに定容し、1000ppm(W/V)の分散液を調製した。

(c) 試験温度 25 ± 2℃

(d) 試験結果

48時間TLM値 : 2.04 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 1155ℓ/日

原液^{*3} : 希釈水 = 2 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 12 ppm(W/V)

第2濃度区用原液 1.2 ppm(W/V)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 22.1 g
平均体長 9.6 cm
平均脂質含量*4 4.5 %

*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 6.0~7.7 ppm (図-10参照)

第2濃度区 6.3~7.9 ppm (図-11参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

精度良く定量できる濃度は180ppb(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100%であり、水槽濃度の低下を20%と見込み、次の計算式により第2濃度区の水槽濃度を3ppb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

$$\frac{180}{\frac{1000}{10} \times \frac{100}{100} \times \frac{100-20}{100}} = 3 \text{ ppb} \text{ になる}$$

設定値

(単位ppb(W/V))

	供試物質	分散剤
		HCO-50
第1濃度区	30	600
第2濃度区	3.0	60

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	22.5	22.4	24.3	25.2	26.0	表-8
第2濃度区	2.00	2.22	2.37	2.44	2.46	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-質量分析計
型-島津 GC-MS QP-1000

GC条件

カラム 5% OV-17/クロモソルブ W(HP)
1m×3mmφ, ガラス製
キャリアガス ヘリウム

質量分析計条件

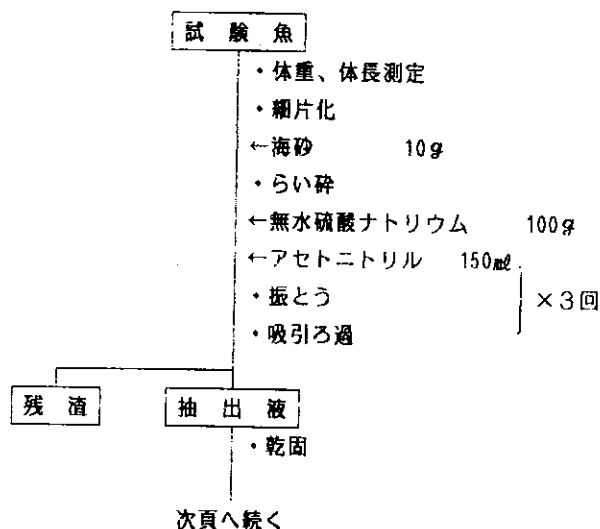
セバレータ温度 280 ℃
イオン化電圧 70 eV
加速電圧 8 V
測定 m/z 384

(b) 標準溶液の調製法

供試物質0.1gを精秤し、クロロホルムに溶解後全量を100mlに定容して1000ppm (W/V) の標準液を調製した。これをさらにクロロホルムで希釈した所定濃度液を分取し、水分析と同様な方法でトリフルオロアセチル化反応を行なっ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



前頁より続く

←n-ヘキサン 10ml
・カラムクロマトグラフ法 (全量負荷) *5

溶出画分

- ・乾固
- ←無水トリフルオロ酢酸 3ml
- ・反応 (50℃, 30分間)
- ・乾固
- ・定容 10ml (クロロホルム)
- ・分取 8ml
- ・定容 10ml (クロロホルム)

GC-MS試料

上記操作による回収率 (供試物質4.5μg添加) 79.7 %
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。

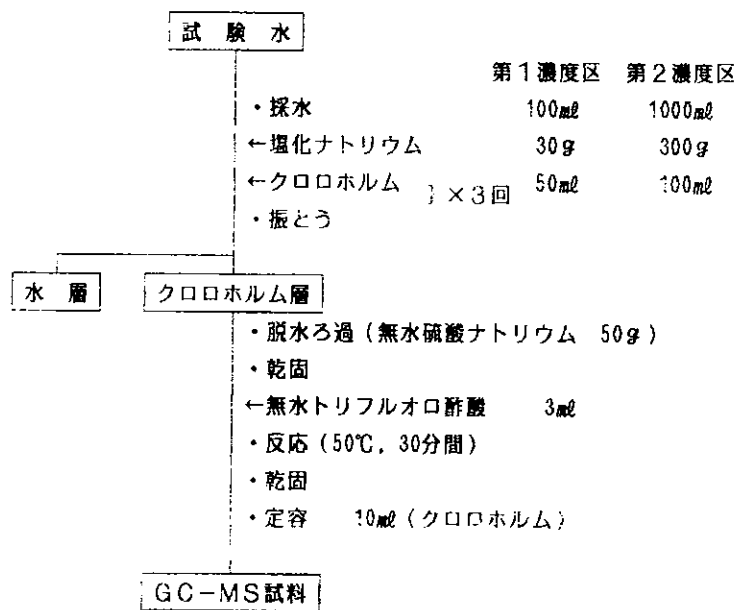
*5 カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20mmφ, ガラス製
充てん剤 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
第2画分 40%ベンゼン/n-ヘキサン (V/V) 100 ml
第3画分 50%ベンゼン/n-ヘキサン (V/V) 100 ml

供試物質は第2, 3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3μg添加）

第1濃度区 92.1 %

第2濃度区 100 %

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	44 29	31 41	27 33	32 (2.7) (3.3)	19 16	表-4
第2濃度区	44 66	69 (28)	(24) 56	39 (15)	71 90 (37)	表-5

参考値 : () で表示

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	0.094 以上	第1区 3.6以上 第2区 38 以上	$\frac{A}{100} \times \frac{D}{E \times F}$
参考値の範囲	0.01 ~ 0.094	第1区 0.4 ~ 3.6 第2区 4.3 ~ 38	
検出限界の 範囲	0.01 以下	第1区 0.4以下 第2区 4.3以下	$\frac{B}{100} \times \frac{D}{E \times F}$

A・精度良く定量できる濃度 : 0.18 ppm (図-4参照)

B・検 出 限 界 の 濃 度 : 0.02 ppm (図-4参照)

C・回収率 : 79.7 %

E・最終液量 : 10 ml

D・魚体重 : 30 g

F・分 取 比 : 5/4

(回収試験時)

以 上