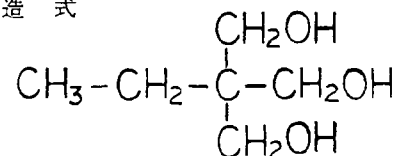


1,1-ジヒドロキシメチル-n-ブタノールの濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和52年9月9日～昭和53年2月20日
2. 試料名 1,1-ジヒドロキシメチル-n-ブタノール
(通称トリメチロールプロパン)
(試料No K-135)

分子式 $C_6H_{14}O_3$

構造式



性状 外観：白色結晶上フレーク、融点：58℃
沸点：295℃/760mmHg、比重：1.176($\frac{20}{4}$ ℃)
溶解性：水 易溶, DMF 10⁴ppm 以上,
ベンゼン, n-ヘキサン 不溶
エチルアルコール 易溶, クロロホルム 微溶
(提示資料による)

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 試験装置及び機器

- (a) 水系環境調節装置 流水式
- (b) ガスクロマトグラフ FID

3.2 試験条件

3.2.1 TLm試験

- (a) 試験魚
ヒメダカ 平均体重 0.21g、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 使用せず
分散法 水に直接溶解し、10⁴ppm (W/V) の原液を調製した。
- (c) 試験温度 25 ± 2℃
- (d) 結果 48時間 TLm 値 10³ppm (W/V) 以上

3.2.2 濃縮度試験

- (a) 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溶液で24時間薬浴
(2) 順化 25℃ × 21日
- (b) 試験水槽
ガラス製 容量 100L
流量 576L/日
(原液：希釈水 4ml : 400ml)
- (c) 試験魚
コイ 平均体重 約26g
平均体長 約10cm

- (d) 溶解法、分散法 3. 2. 1 (b) に同じ
- (e) 試験温度 25 ± 2 °C
- (f) 試験水槽の溶存酸素 図一 12, 13 参照

- (g) 水槽濃度 設定理由 5. 1 参照
設定値 (単位 ppm W/V)

	供試物質濃度
第 1 濃度区	5
第 2 濃度区	0.5

実測値

表一 1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppm W/V)

	2 W	3 W	4 W	6 W
第 1 濃度区	3.8	4.4	4.7	4.7
第 2 濃度区	0.47	0.46	0.45	0.47

3. 2. 3 分析試料の前処理

(a) 魚体

試 験 魚

- 洗浄 体長 体重測定
- ハサミで細切
- シャーレ (90mmφ) に移し冷凍庫で 6 時間冷凍
- 真空凍結乾燥機で 12 時間凍結乾燥
- 乾燥試料をハサミで細切
- 300ml 三角フラスコに移す
- ← NNジメチルホルムアミド (以下 DMF とする) 150ml } ×
- 100~110°C でホットスターラー加熱抽出 30 分間 } 2
- 2回目 DMF 100ml
- ガラスロートでろ過

残 渣

DMF 層

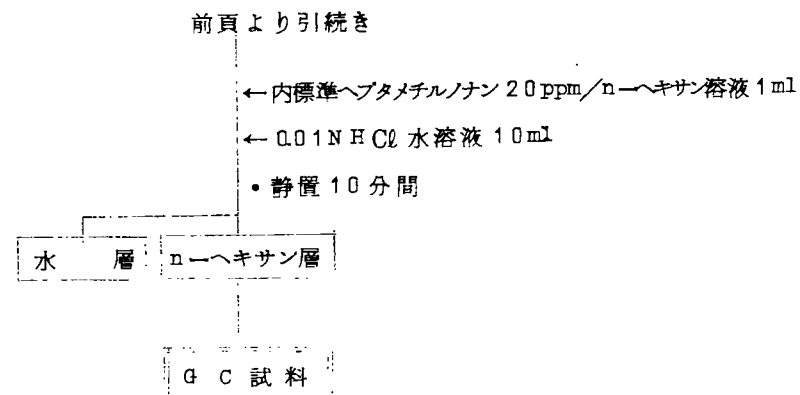
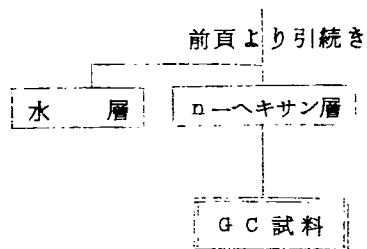
- ← n-ヘキサン 100ml
- 振とう 10 分間

n-ヘキサン層

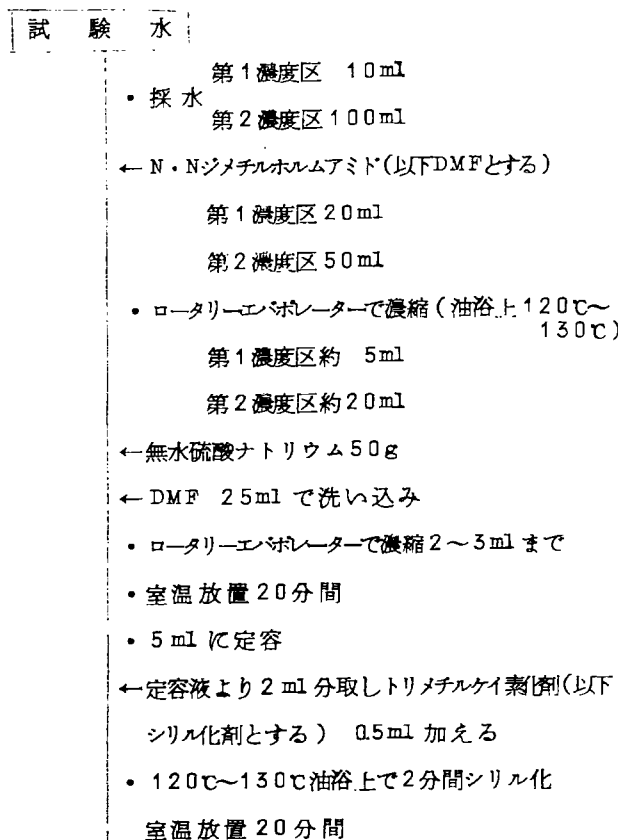
DMF 層

- 濃縮 (ロータリーエボレーターで約 50ml まで) 油浴 120°C~130°C
- 冷却 (室温放置) 30 分間
- 脱水 (無水硫酸ナトリウム 70g)
- ← DMF 25ml で洗いこみ
- 濃縮 (ロータリーエボレーター 5~7ml まで)
- 10ml 定容
- 1ml 分取トリメチルケイ素化剤を加えシリル化 (120~130°C) 2 分
- 室温放置 20 分間
- ← 内標準ヘプタメチルノナン 20 ppm/n-ヘキサン溶液 2ml
- ← 0.01N HCl 水溶液 10ml
- 軽く手で振とう
- 静置 10 分間

以下次頁に続く



(b) 試験水



以下次頁に続く

3.2.4 分析条件

ガスクロマトグラフ

検出器	F I D
キャリアガス	N ₂ 1.2 kg/cm ²
水素	1.0 kg/cm ²
空気	2.0 kg/cm ²
充てん剤	液相 シリコンSE-30 7%
担体	クロモソルブW AW-DMCS
カラム	ガラスカラム Ø2mm×2m
カラム温度	120℃
注入口温度	260℃
感度	10 ⁻¹¹ × 8
チャートスピード	2.5 mm/分

4. 試験結果

表一 濃縮倍率

	2W	3W	4W	6W	付 図	付 表
第 1 濃度区	(0.4)	(0.9)	(1.5)	(1.5)	1,	3, 4
	(0.4)	(0.9)	(1.9)	(2.6)	3~5	6
第 2 濃度区	(6.3)	(7.0)	(16.2)	(9.8)	2, 3	3, 5
	(7.0)	(12.3)	(14.7)	(14.3)	4, 6	6

5. 備 考

5.1 水槽濃度設定理由

本分析条件において精度よく定量できる濃度は約 20 ppm (ピーク高さ約 50 mm) (図一 3 参照) あり、水分析時の前処理操作において 40 倍濃縮が可能なこと及び水分析時の回収率約 90 % と見込み低濃度区の水槽濃度を決定した。高濃度区については低濃度区の 10 倍とした。

$$\frac{20}{40 \times 0.9} \div 0.5 \text{ ppm}$$

5.2 試験結果の表示について

精度よく定量できる濃度約 20 ppm (ピーク高さ約 50 mm、図一 3 参照)

これは魚体重 30 g、最終液量 20 ml、回収率 70 % とすると

魚体中濃度 $\frac{20}{\frac{70}{100} \times \frac{30}{20}} = 19 \text{ ppm}$ に相当する。

なお $\frac{S}{N}$ 比を 2 としたときの供試物質の検出限界は約 1 ppm (ピーク高さ 2.5 mm) であり、これは魚体中濃度

$$\frac{1}{\frac{70}{100} \times \frac{30}{20}} = 1 \text{ ppm} \text{ に相当する。}$$

従って魚体中濃度が 19 ppm ~ 1 ppm の試料については濃縮倍率は参考値として () で表示し、又 1 ppm 未満の試料については 0.2 倍 2 倍以下と表示した。

以 上