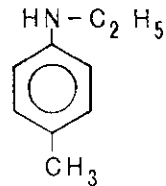


## 濃縮度試験報告書

1. 試料名 N-エチル-p-トルイジン  
(試料No.K-700C)  
分子式  $C_9H_{13}N$   
分子量 135.2  
構造式



同定 IRスペクトル (図-11参照)  
GC-MSスペクトル (図-12参照)

### 性状

外観 淡黄色液体  
沸点  $217^{\circ}C$  } 試薬添付資料による  
比重 0.937  
純度 99%以上 (一級試薬使用)  
分配係数 (n-オクタノール/水)  
 $\log P_{ow} = 2.32$  (振とう法による)  
溶解性 対水 約 1000 ppm  
対n-ヘキサン、クロロホルム、アセトニトリル  
ジエチルエーテル 1% 以上

2. 試験期間 昭和58年10月17日～昭和59年1月9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  $0.33g$  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  
供試物質1gに井水を加えて全量を10ℓに定容し、24時間攪拌して100ppm (W/V) の水溶液を調製した。
- (c) 試験温度  $25 \pm 2^{\circ}C$
- (d) 試験結果  
48時間TLM値 :  $62.5 \text{ ppm (W/V)}$   
(図-2参照)

### 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  $582 \text{ ℓ/日}$   
原液\*2 : 希釈水 =  $4 \text{ ml/分} : 400 \text{ ml/分}$   
\*2 3.1(b)で調製した水溶液を希釈して原液とした。  
第1濃度区用原液 20 ppm (W/V)  
第2濃度区用原液 2 ppm (W/V)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 22.1 g  
平均体長 9.5 cm  
平均脂質含量\*3 4.9 %

\*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 6.3~7.0 ppm (図-9参照)

第2濃度区 6.1~7.2 ppm (図-10参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

精度良く定量できる濃度は1.7ppm(図-3参照)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89.9%であり、次の計算式により第2濃度区の水槽濃度を0.02ppm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

$$\frac{1.7}{\frac{1000}{10} \times \frac{89.9}{100}} \div 0.02 \text{ ppm になる}$$

設定値 (単位ppb(W/V))

	供試物質
第1濃度区	200
第2濃度区	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))

	2 W	3 W	4 W	6 W	付 表
第1濃度区	186	188	187	188	表-8
第2濃度区	19.2	19.4	19.2	19.2	表-9

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

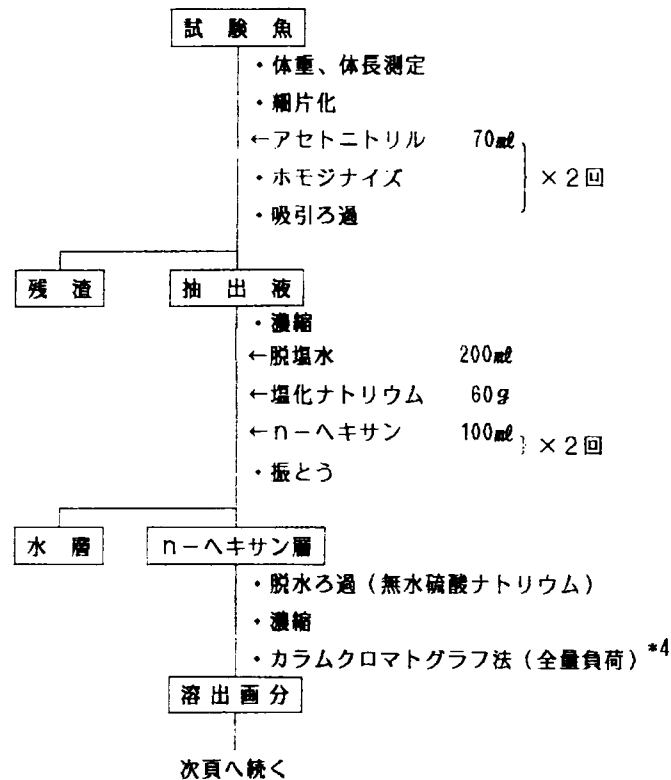
装 置 高速液体クロマトグラフ 型-CBC組立て  
カラム 0.3m × 4mmφ, ステンレス製  
固定相 ODS-LS-410  
溶離液 70%アセトニトリル/リン酸緩衝液(pH7.5) (V/V)  
検出器 UV-VIS分光光度計 250nm (図-13参照)  
型-UVIDEC-100

(b) 標準溶液の調製法

供試物質0.1gを精秤し、アセトニトリルに溶解後、全量を100mlに定容して1000ppm (W/V) の標準液を調製した。これをさらにアセトニトリル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



前頁より続く

- ・濃縮
- ←アセトニトリル 30ml } × 2 回
- ・濃縮
- ・定容 10ml (アセトニトリル)

HLC試料

上記操作による回収率(供試物質30μg添加) 78.0 %

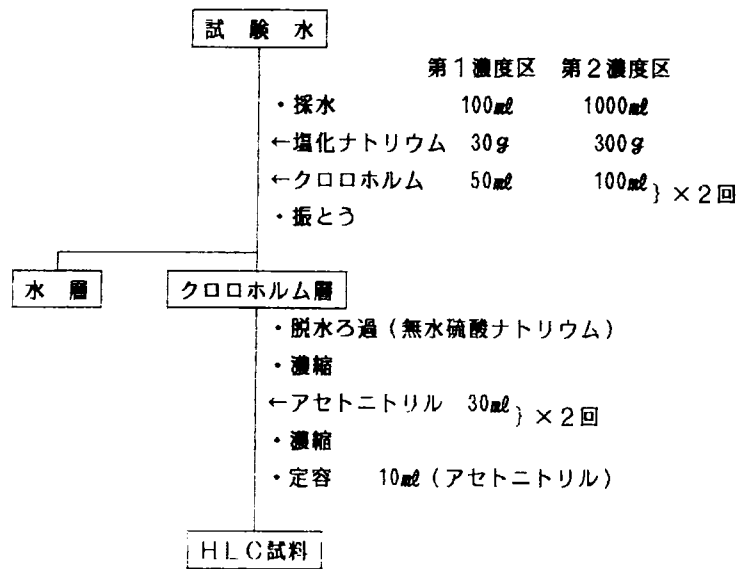
\*4 カラムクロマトグラフの条件

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 50 ml  
第2画分 クロロホルム 50 ml  
第3画分 90% クロロホルム/ジエチルエーテル(V/V) 100 ml

供試物質は第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 20μg 添加)

第1濃度区 90.3 %  
第2濃度区 89.9 %

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

	2 W	3 W	4 W	6 W	付 表
第1濃度区	(2.6) (0.8)	(1.5) (1.4)	4.1 (2.7)	0.2以下 0.2以下	表-4
第2濃度区	2.2以下 2.2以下	2.2以下 2.2以下	2.2以下 2.2以下	2.2以下 2.2以下	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	0.73 以上	第1区 3.9以上 第2区 38 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	0.04~0.73	第1区 0.2~3.9 第2区 2.2~38	
検出限界の 範囲	0.04 以下	第1区 0.2以下 第2区 2.2以下	$\frac{B}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$

A・精度良く定量できる濃度 : 1.7 ppm (図-3参照)

B・検出限界の濃度 (S/N=2) : 0.1 ppm (図-3参照)

C・回収率 : 78.0 %

E・最終液量 : 10 ml

D・魚体重 : 30 g

F・分取比 : 1

以 上