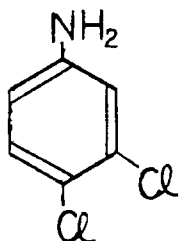


3,4-ジクロロアニリンの濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和53年8月15日～昭和53年11月24日
2. 試料名 3,4-ジクロロアニリン(試料No. K-243)
構造式



ϵ (モル吸光率) = 1.32×10^4
($l/mol \cdot cm$)
(MW 162.03)

性状 外観: かつ色固体

溶解度: 水に難溶、エチルアルコール、クロロホルム、
アセトニトリルに易溶(1000 ppm 以上)

3. 試験方法及び条件

環保業第5号
薬発第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 試験装置及び機器

- (a) 水系環境調節装置 流水式
(b) CBC型高速液体クロマトグラフ

3.2 試験条件

3.2.1 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.23 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

HCO 20 (硬化ヒマシ油)

分散法

試料 1 g 及び HCO-20 10 g をアセトンに溶解し、次いでアセトンを留去し、イオン交換水を加えて 1 l とし 1000 ppm (W/V) の原液を調製した。

(c) 試験温度

$25 \pm 2^\circ C$

(d) 結果

48時間 T L m 値 13 ppm (W/V)

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 10 ppm 塩酸クロロテトラサイクリン溶液で 24 時間薬浴を行った。

- (2) 順化: $25^\circ C \times 14$ 日

(b) 試験水槽

ガラス製 容量 100 l

流水量 576 l/日

(原液: 希釈水 2 ml : 400 ml)

(c) 試験魚

コイ 平均体重約 22 g

平均体長約 10 cm

(d) 溶解法、分散法

3.2.1 (b) に同じ

(e) 試験温度

25 ± 2℃

(f) 試験水槽の溶存酸素

図-18, 19 参照

(g) 水槽濃度

設定理由：精度よく定量できる濃度は約 1.5 ppm（図-3 参照）である。水の回収率 78%、第 2 濃度区の水分析において 100 倍濃縮が可能なことから低濃度区を 0.02 ppm と設定した。

$$\frac{1.5}{100 \times \frac{78}{100}} \div 0.02 \text{ ppm}$$

また高濃度区は低濃度区の 10 倍に設定した。

設定値

(単位 ppm W/V)

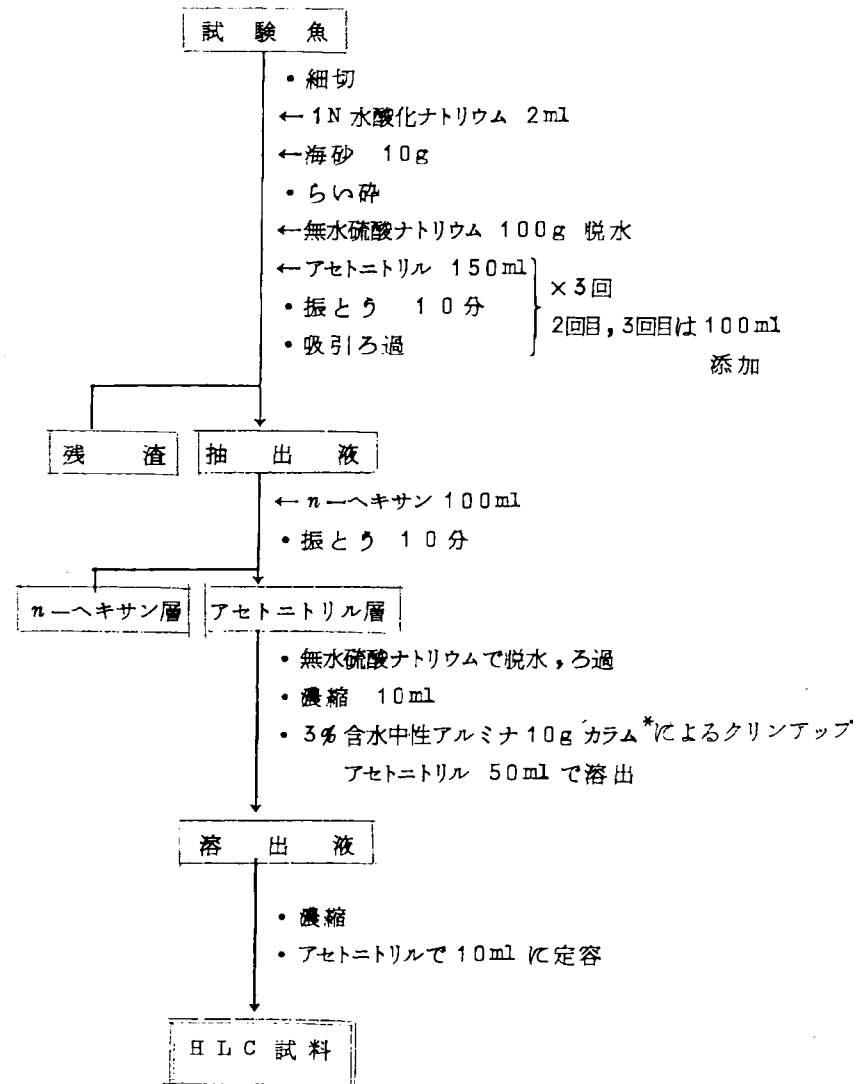
| | 供試物質 | HCO 20 |
|---------|------|--------|
| 第 1 濃度区 | 0.2 | 2 |
| 第 2 濃度区 | 0.02 | 0.2 |

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppm W/V)

| | 2W | 3W | 4W | 6W |
|---------|-------|-------|-------|-------|
| 第 1 濃度区 | 0.19 | 0.19 | 0.19 | 0.19 |
| 第 2 濃度区 | 0.017 | 0.018 | 0.018 | 0.017 |

3.2.3 分析試料の前処理



* カラムクロマトグラフィー条件

カラム ガラス製 $\phi 2\text{cm}$

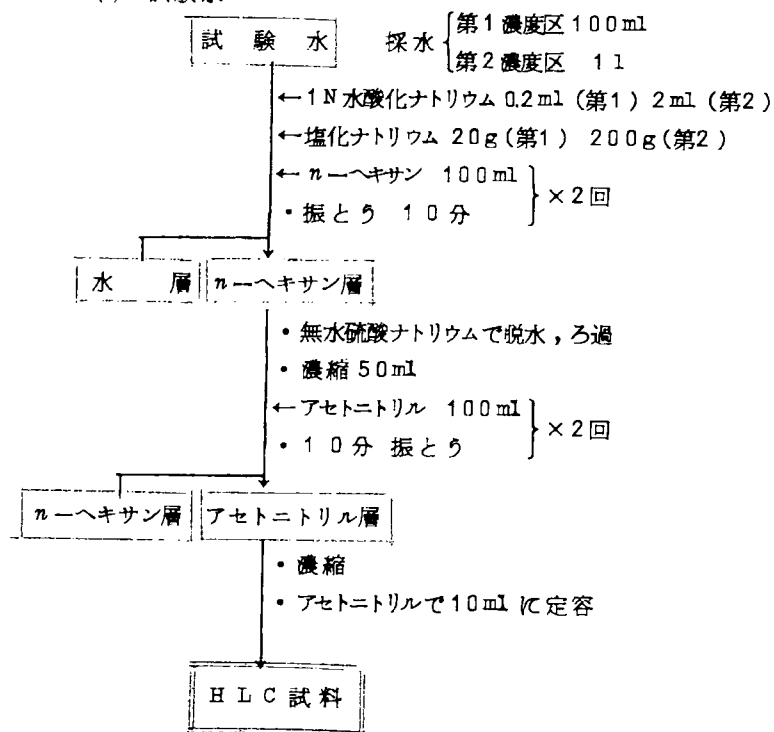
3% 含水中性アルミナ 10g

アセトニトリルで充てん

第1フラクション: アセトニトリル 50ml

供試物質は第1フラクションに溶出する。

(b) 試験水



3. 2. 4 分析条件

CBC 型高速液体クロマトグラフ

カラム 4mm ϕ × 0.3m ステンレスカラム

充てん剤 マイクロポンドバック C₁₈ (ウオーターズ)

溶離液 60% CH₃CN/H₂O

流速 2.0 ml/min

検出器 UV (250 nm)

4. 試験結果

表-2 濃縮倍率

| | 2 W | 3 W | 4 W | 6 W | 付図 | 付表 |
|-------|----------------|----------------|-----------------|----------------|----------|---------|
| 第1濃度区 | 9.1 9.3 | 8.7 7.9 | 7.1 9.5 | 14.4 9.7 | 1 3~8 | 3, 4, 6 |
| 第2濃度区 | (6.2) (7.3) | (4.1) (9.2) | (6.6) (13.4) | (9.2) (8.5) | 2 8 | 3, 5, 6 |

(): 参考値

試験結果の表示について

精度よく定量できる濃度は約 1.5 ppm (図-3 参照) である。これは魚体重 30g、最終液量 10ml、回収率 72.3% とすると魚体中濃度で約

$$\frac{1.5}{\frac{7.23}{100} \times \frac{30}{10}} = 0.69 \text{ ppm に相当する。}$$

以下次頁に続く

なお、 $\frac{S}{N}$ 比を2とした時の供試物質の検出限界は0.06 ppm (図
一3 参照： $\frac{S}{N}$ 比2はピーク高さで約2 mm)であり、これは魚体
中濃度で約

$$\frac{0.06}{\frac{7.23}{100} \times \frac{3.0}{10}} = 0.03 \text{ ppm} \text{ に相当する。}$$

従って魚体中濃度が0.03 ~ 0.69 ppmの試料については濃縮
倍率は参考値として()で表示した。

5. 備 考

魚分析のLCピークにおいて、特に高濃度区において試料の
直前のピークが異常に高くなっており(例えば2W第1濃度区B)
この原因として次の二つのことが考えられる。

- (1) 試料が魚体中で代謝されてその代謝産物がLCピークとし
て出現した。
- (2) このLCピークはもともと生体内成分で、これが試料の影
響で増加した。

以 上