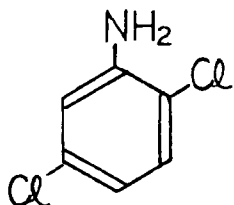


## 2,5-ジクロロアニリンの濃縮度試験成績報告書

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 2,5-ジクロロアニリン(試料名E-242)

構造式



$$\epsilon(\text{モル吸光率}) = 988 \times 10^3$$

( $l/\text{mol} \cdot \text{cm}$ )

(MW 162.03)

性状 純度: 99.2%(ジアゾ化値) mp: 48.2℃

bp: 251℃ 比重: 1.567

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(1000ppm以上)

### 3. 試験方法及び条件

環境第5号

薬第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 0.25 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

硬化ヒマシ油(HCO 20)

分散法

試料1gをアセトンに溶解し、HCO 20 2gを加えてアセトンを留去して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 ± 2℃

(d) 結果

48時間 T L m 値 10.8 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10ppm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℃ × 14日

(b) 試験水槽

ガラス製 容量 100 l

流量 576 l/日

(原液: 希釈水 2 ml : 400 ml)

(c) 試験魚

コイ 平均体重約 2.4 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 1.5 ppm（図-3 参照）であり、水分析の回収率 79%、また水分析において 100 倍濃縮が可能なことから低濃度区を

$$\frac{1.5}{100 \times \frac{79}{100}} \div 0.02 \text{ ppm と設定した。}$$

高濃度区は低濃度区の 10 倍とした。

設定値（単位 ppm W/V）

	供試物質	HCO 20
第 1 濃度区	0.2	1.4
第 2 濃度区	0.02	0.14

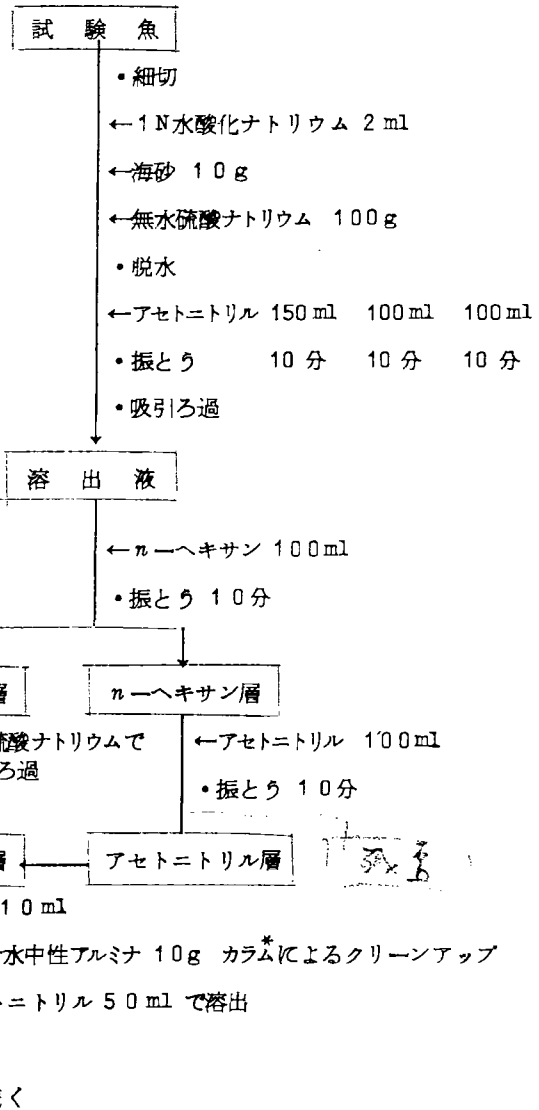
実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度（単位 ppm W/V）

	2 W	3 W	4 W	6 W
第 1 濃度区	0.16	0.16	0.16	0.16
第 2 濃度区	0.016	0.017	0.017	0.016

3.2.3 分析試料の前処理

(a) 魚体



前頁より引き続き

溶 出 液

- 濃縮
- アセトニトリルで 10ml に定容

H L C 試 料

\* 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 10 g

アセトニトリルにて充てん

第1フラクション: アセトニトリル 50 ml

供試物質は第1フラクションに溶出

(b) 試験水

試 験 水

- 採水 { 第1濃度区 100 ml  
第2濃度区 1 l
- ← 1 N 水酸化ナトリウム (0.2 ml (第1) 2.0 ml (第2))
- ← 塩化ナトリウム 20 g (第1) 200 g (第2)
- ← *n*-ヘキサン 100 ml
- 振とう 10 分 }  $\times 2$  回

水 層 *n*-ヘキサン層

以下次頁に続く

前頁より引き続き

- 無水硫酸ナトリウムで脱水, ろ過
- 濃縮 50 ml
- ← アセトニトリル 100 ml
- 振とう 10 分 }  $\times 2$  回

*n*-ヘキサン層

アセトニトリル層

- 濃縮
- アセトニトリルで 10ml に定容

H L C 試 料

### 3. 2. 4 分析条件

CBC 型高速液体クロマトグラフ

カ ラ ム  $4\text{ mm}\phi \times 0.3\text{ m}$

充 て ん 剤 マイクロポンドパック C<sub>18</sub> (ウォーターズ)

溶 離 液 60 % CH<sub>3</sub>CN / H<sub>2</sub>O

流 速 2.0 ml / min

検 出 器 UV ( 245 nm )

以下次頁に続く

#### 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	20.6 19.5	11.0 23.0	16.7 26.4	27.0 7.9	1, 3~8	3, 4, 6
第2濃度区	(11.1) (11.6)	(19.1) (18.7)	(19.5) (18.2)	(13.4) (18.0)	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 30 g、最終液量 10 ml、回収率 70.8 % とすると魚体

中濃度で約  $\frac{1.5}{\frac{70.8}{100} \times \frac{30}{10}}$  ppm = 0.71 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 0.05 ppm (図

-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  $\frac{0.05}{\frac{70.8}{100} \times \frac{30}{10}}$  ppm = 0.02 ppm に相当する。

従って魚体中濃度が 0.02 ~ 0.71 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。

以 上