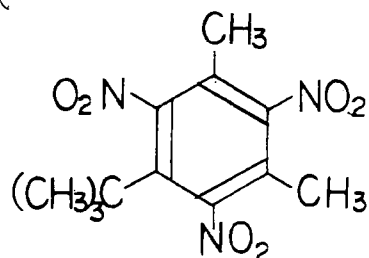


濃縮度試験報告書

1. 試料名 2,4,6-トリニトロ-5-tert-ブチル-1,3-キシレン
(試料No K-391)

構造式



同定 IRスペクトル, MSスペクトル
(図-15 参照)

性状 外観 無色結晶 融点(℃) 103~105
溶解性 対水—1 ppm 以下
対n-ヘキサン—2,000 ppm 以下
対ベンゼン, アセトニトリル,
アセトン—10,000 ppm

(注) 上記の数値まで溶解性を確認

2. 試験期間 昭和54年12月18日~昭和55年5月30日

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 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) 溶解性 (分散剤及び分散法)

分散剤

硬化ヒマシ油 (HCO-10, HCO-60)

溶解法 (分散法)

供試物質 1.0 g と硬化ヒマシ油 (HCO-10, HCO-60)

各 12.5 g をアセトンに溶解した後、アセトンを留去する。

つぎに水を加えて、全量を 1 L にし 1,000 ppm (w/v)

の原液を調製した。

- (c) 試験温度

25 ± 1 °C

- (d) 試験結果

48時間 T L m 値：3.75 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 100 L

流量 1.152 L/日

原液：希釈水 = 4 ml/分：800 ml/分

(b) 試験魚

コイ 平均体重 37.0 g
平均体長 11.0 cm
平均脂質含量 3.4 %*

* 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10 ppm塩酸クロロテトラサイクリン水溶液
で24時間薬浴を行った

(2) 順化

25℃×14日間

(d) 溶解法（分散剤及び分散法）

3.1 (b) に同じ

(e) 試験温度

25±1℃

(f) 水槽中の溶存酸素量

図-13及び14参照

(g) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は、約18 ppb（図-4参照）である。魚分析時の前処理操作において魚体重30 g、分取比10、最終液量10 ml及び回収率95%と見込み、さらに第2濃度区の魚に50倍以上濃縮したとき十分に分析

できる濃度として第2濃度区の水槽濃度を1 ppb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

$$\frac{18 \times 10}{30 \times 50 \times \frac{95}{100} \times \frac{1}{10}} \approx 1 \text{ ppb になる}$$

設定値

（単位 ppb w/v）

	供試物質	分散剤	
		HCO-10	HCO-60
第1濃度区	10	250	250
第2濃度区	1	25	25

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	10 W
第1濃度区	7.25	7.97	8.36	8.69	8.68	8.65
第2濃度区	0.701	0.792	0.867	0.886	0.901	0.915

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

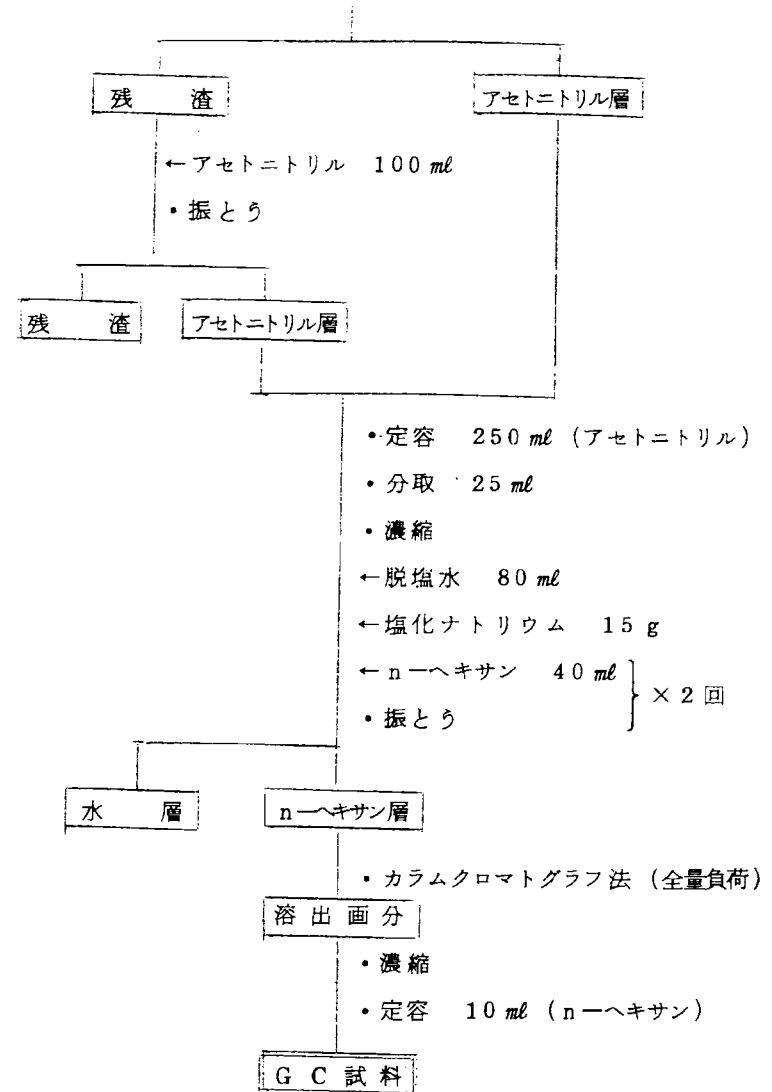
装置 ガスクロマトグラフ 型—日本電子
 GC 20 K
 カラム 10% SE-30/Uniport KS
 (60~80メッシュ)
 1.0 m × 2.0 mm φ ガラス
 カラム温度 180℃
 キャリアガス N₂
 検出器 ECD

(b) 分析試料の前処理

(1) 魚 体

試 験 魚

- ・ 体重，体長測定
- ・ 細片化
- ← 海砂 10 g
- ← 無水硫酸ナトリウム 100 g
- ← アセトニトリル 180 ml
- ・ 一夜放置
- ・ 振とう
- ・ ろ過



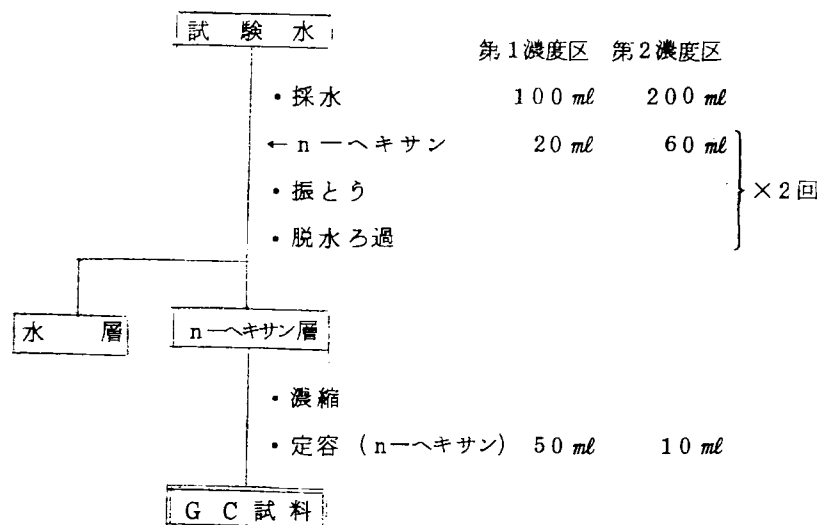
カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20 mm φ ガラス製
 充てん剤 3%含水塩基性アルミナ 15 g (Woelm社製)
 (n-ヘキサンで充てん)

分画法：第1画分 n-ヘキサン 40 ml
 第2画分 ベンゼン：n-ヘキサン (5：95 v/v) 100 ml
 第3画分 ベンゼン：n-ヘキサン (1：9 v/v) 20 ml
 第4画分 ベンゼン：n-ヘキサン (1：9 v/v) 100 ml

供試物質は第4画分に溶出する

(2) 試験水



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

(×10³)

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W
第1濃度区	1.46 1.98	1.37 0.706	1.82 3.48	4.14 4.71	3.62 0.64 5.82	1.52 4.72
第2濃度区	1.69 1.44	2.28 2.60	2.25 2.75	3.95 4.09	5.06 3.53	6.74 5.33

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通りである。

	魚体中濃度 (ppb)	濃縮倍率	計算方法 (ppb)
精度よく定量 できる範囲	66	第1区 7.7以上 第2区 72 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$

A 精度よく定量できる濃度 = 18.2 ppb (図-4 参照)

B 検出限界の濃度 (S/N=2) : 1.5 ppb (図-4 参照)

C 回収率 : 91.6%

D 魚体重 : 30 g

E 最終液量 : 10 ml

F 分取比 10

5. 備 考

8 週間目において、第 1 濃度区、第 2 濃度区とも濃縮倍率の上昇傾向がみられたため、試験期間を 2 週間延長した。

参考データ

魚体部位別試験

10 週間目の試験魚を 2 尾ずつ、頭部、外皮（頭部を除く皮、うろこ、ひれ、消化管、えら）内臓（消化管以外の臓器）、可食部（上記の部分を除いた残部）に大別し、各重量を測った後分析を行った。分析法は本試験の分析法に準ずる。

表－3 部位別試験結果

() 内の数字は平均値を表わす。

		供試物質濃度 (ppm)	供試物質重量比 (%)	部位別重量比 (%)
第 1 濃度区	可食部	7.3 1 6.3 6 (6.8 4)	3 1.4 3 2.0 (3 1.7)	4 8.6 5 0.6 (4 9.6)
	頭 部	1 9.6 1 7.9 (1 8.8)	4 5.8 4 8.3 (4 7.1)	2 6.4 2 7.1 (2 6.8)
	外 皮	9.2 9 6.2 3 (7.7 6)	1 6.6 1 0.8 (1 3.7)	2 0.1 1 7.4 (1 8.8)
	内 臓	1 4.4 1 8.4 (1 6.4)	6.2 1 8.9 0 (7.5 6)	4.8 6 4.8 6 (4.8 6)
第 2 濃度区	可食部	1.0 1 0.3 8 1 (0.6 9 6)	3 7.7 3 1.1 (3 4.4)	4 8.2 4 7.6 (4 7.9)
	頭 部	2.2 8 0.9 5 9 (1.6 2)	4 2.2 4 6.8 (4 4.5)	2 4.0 2 8.5 (2 6.3)
	外 皮	0.7 7 5 0.4 7 6 (0.6 2 6)	1 3.2 1 4.3 (1 3.8)	2 2.0 1 7.6 (1 9.8)
	内 臓	1.5 6 0.7 2 7 (1.1 4)	6.9 3 7.7 8 (7.3 6)	5.7 5 6.2 7 (6.0 1)

排泄性試験

10 週間の試験終了後、正常水（供試物質及び分散剤を含まない水）による排泄性試験を行った。（試験水槽 100 L、流量 400 ml/min）

10 週間目の試験魚中の供試物質濃度の平均（2 尾）を 100 とし、1，3，7 日目の試験魚中の供試物質の残留率を示した。

表－4 残留率 (%)

	1 日 目	3 日 目	7 日 目
第 1 濃度区		1 1 1 1 3.7	5 0.7
第 2 濃度区	6 6.7	3 2.9 4 0.0	5 1.4 2.0 1

魚体中の 2, 4, 6-トリニトロ-5-tert-ブチル-1, 3-キシレンの確認
魚体中に濃縮した物質のマススペクトルを測定した結果、
2, 4, 6-トリニトロ-5-tert-ブチル-1, 3-キシレンであることが
確認された。（図－15 b 参照）

以 上