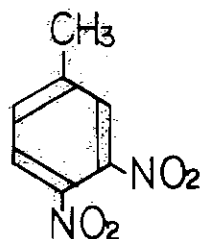


濃縮度試験報告書

1. 試料名 (試料No K-517)
3,4-ジニトロトルエン

構造式



同定 IRスペクトル (図-15 参照)

性状 外観 黄色針状晶

融点 61℃ (共立出版 化学大辞典による)

純度 98%以上 (特級試薬使用)

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log P = 2.31$ (HLC法による)

溶解性 対水 — 100 ppm

対アセトニトリル、メタノール
ベンゼン、アセトン } 1000ppm以上

~~アセトニトリル~~
n-ヘキサン } 1000ppm以下

2. 試験期間 昭和55年11月17日～昭和56年4月8日

3. 試験方法及び条件

環保業第5号
薬発第615号
49基第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 T L m試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.28g 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 (HCO60)

溶解法 (分散法)

供試物質 50mg と硬化ヒマシ油 (HCO60) 200mg 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 500ml にし 100ppm (W/V) の分散液を調製した。

(c) 試験温度

25 ± 1℃

(d) 試験結果

48時間 T L m値: 1.8ppm (W/V)

(図-1 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

流量 582ℓ/日

原液*: 希釈水 = 4 ml / 分 : 400 ml / 分

*第1区用原液 1 ppm (w/v)

第2区用原液 0.1 ppm (w/v)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 28.4 g

平均体長 10.6 cm

平均脂質含量 4.6% **

** 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℃ × 2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5 ppb (図-2参照)である。水分析時の前処理操作において5倍濃縮して回収率が97.7%であり、水槽濃度の低下を0%と見込み第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

$$\frac{0.005 \text{ ppm}}{\frac{250}{50} \times \frac{97.7}{100} \times \frac{100-0}{100}} \approx 0.001 \text{ ppm になる。}$$

設定値 (単位 ppm w/v)

| | 供試物質 | 分散剤 |
|-------|-------|--------|
| | | HCO-06 |
| 第1濃度区 | 0.010 | 0.040 |
| 第2濃度区 | 0.001 | 0.004 |

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 |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| 第1濃度区 | 8.20 | 7.87 | 8.21 | 8.65 |
| 第2濃度区 | 0.784 | 0.788 | 0.818 | 0.876 |

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

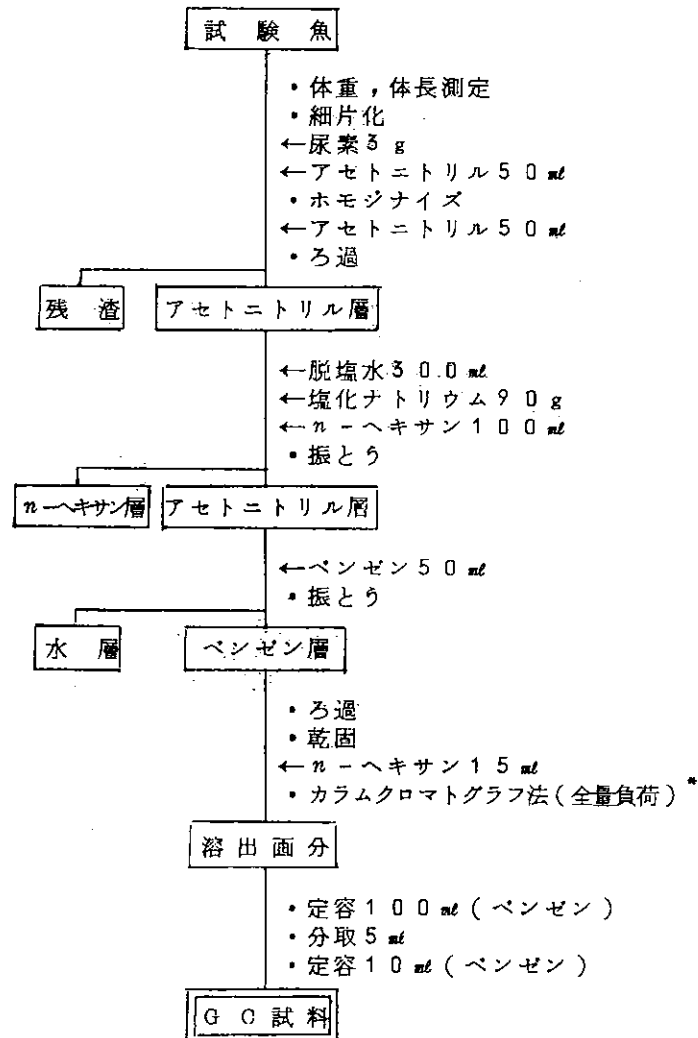
装置 ガスクロマトグラフ 型 — 島津GC6A
カラム OV-225 / ガスクローム Q 1m × 3mmφ ガラス
カラム温度 200℃
キャリアガス N₂
検出器 ECD

(b) 標準溶液の調製法

供試物質0.01gを精秤してベンゼンに溶解後、全量を100mlに定容して100 ppm (w/v)の標準溶液を調製した。これをベンゼン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



* カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20 mmφガラス製

充てん剤 無水フロリジル** 5 g (FLORIDIN社製)

(ノルマルヘキサンで充てん)

分画法：第1画分 ノルマルヘキサン 100ml

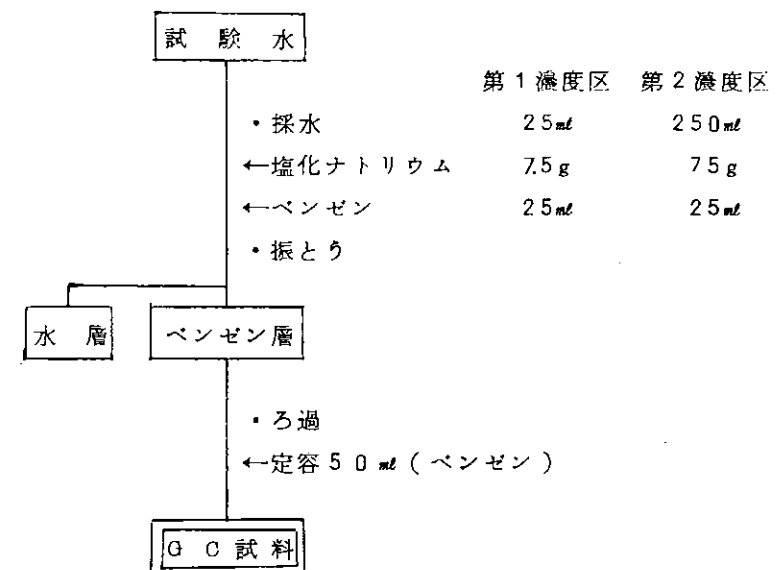
第2画分 2%エチルエーテル/ベンゼン 100ml

供試物質は第2画分に溶出する

** フロリジルの調製法

市販無水フロリジルを130℃にて一夜活性化して再度無水化したものを使用した。

(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

| | 2 W | 3 W | 4 W | 6 W |
|-------|--------|--------|--------|--------|
| 第1濃度区 | 0.27以下 | 0.27以下 | 0.27以下 | 0.27以下 |
| | 0.27以下 | 0.27以下 | 0.27以下 | 0.27以下 |
| 第2濃度区 | 2.7以下 | 2.7以下 | 2.7以下 | 2.7以下 |
| | 2.7以下 | 2.7以下 | 2.7以下 | 2.7以下 |

参考値：()で表示

なお試験結果の表示について濃縮率と定量精度の関係は次の通りである

| | 魚体中濃度(ppm) | 濃縮倍率 | 計算方法(ppm) |
|-------------|------------|-------------|---|
| 精度よく定量できる範囲 | 2.5以上 | 第1区2.9以上 | $\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$ |
| | | 第2区2.9以上 | |
| 参考値の範囲 | 2.5~2.4 | 第1区2.9~0.27 | |
| | | 第2区2.9~2.7 | |
| 検出限界の範囲 | 2.4以下 | 第1区0.27以下 | $\frac{B}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$ |
| | | 第2区2.7以下 | |

A. 精度よく定量できる濃度=0.0055 ppm (図-2 参照)

B. 検出限界の濃度(8/N=2):0.00833 ppm (図-2 参照)

C. 回収率:95.4%

E. 最終液量:10 ml

D. 魚体重:30 g

F. 分取比 20

以 上