濃縮度試験報告書

1. 試 料 名 (試料 / K K - 4 7 9)

P-sec-ブチルフェノール

構 造 式

-}

同 定 I R スペクトル, M S スペクトル (図-15参照)

性 状 外 観 白色粉末

融 点 60℃ 純 度 99% (特級試薬使用)

対アセトン,アセトニトリル,メタノール,

クロロホルム,ペンゼン,酢酸エチル。

エチルエーテル、nーヘキサン、

エタノールー10,000 ppm以上

生 上記の数値まで溶解性を確認

分配係数 (オクタノール/水) log P = 1.4 (HLC法 による)

- 2. 試験期間 昭和55年5月20日~昭和55年8月7日
- 3. 試験方法及び条件

環保業第 5 号 薬 発 第 615号 無介類の体内における化学物質の機縮度試験による 49基局第 392号

- 3.1 TLm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* * 田端建二:用水と廃水,<u>14</u>,1297~1303(1972)

- (b) 溶解法供試物質を水に容解し、20 ppm (w/v)の原液を調製した
- (c) 試験温度 25±1℃
- (d) 試験結果

48時間TLm値 : 2.9 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

流水量 576 ℓ/日

原液:希釈水=4 ml/分:400 ml/分

- (b) 試験魚
 - コイ 平均体重 27.4g

 平均体長 10.5cm

 平均脂質含量 3.3%*
 - * 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 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100 ppb (図-8参照)である。水分析時の前処理操作において50倍濃縮して回収率が86.7 %であり、予備飼育10日間の結果よ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2 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

$$\frac{1\ 0\ 0}{50 \times \frac{86.7}{100} \times \frac{100-0}{100}} = 2 \text{ ppb } \% 25$$

設定値

(単位 ppb w/v)

	供試物質
第1濃度区	2 0
第2濃度区	2

実測値

表一1 濃縮倍率を求めるための平均濃度

(単位 p p b w/v)

	2	W	3	W	4	W	6	W
第1濃度区	1 8	.1	1 8.8		1 8.7		1 9.0	
第2濃度区	1	. 8 3	1	. 9 5	1	. 9 8	1	.98

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

装 ガスクロマトグラフ

型一日本電子GC-20K

カ ラ ム 10% SE - 30 /クロモソルプW

AW DMCS

2 m×2 mm φ ガラス製

2000 カラム温度

キャリアガス N_2

ECD検 出 器

(b) 標準溶液の調製法

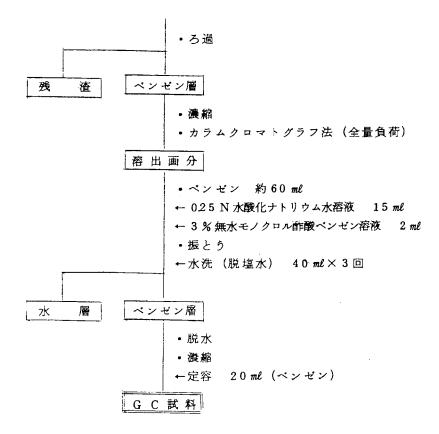
所定濃度のペンゼン溶液を分取し、水分析と同様の方 法により、モノクロルアセチル化を行い標準裕液とした。

- (c) 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
- ・らい砕
- ← 4 N 塩酸水溶液 1.5 ml
- 脱水
- ←ベンゼン 200 ml
- •振とう

× 2 回



カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20 mm ø ガラス製

10 %含水シリカゲル 10 g (和光純薬製) 充てん剤

(ベンゼンで充てん)

ベンゼン 50 mℓ 分画法 : 第1画分

> ·第2 // ベンゼン 40 ml

供試物質は第2画分に溶出する

(2) 試験水 試 験 水 第1濃度区 第2濃度区 採水 50 mℓ 500 ml ←ベンゼン 30 mℓ 50 ml ・振とう 水 ベンゼン層 • 脱水 • 濃縮 ← 0.25 N 水酸化ナトリウム水溶液 15 ml ← 3 %無水モノクロル酢酸ペンゼン溶液 2 ml ・振とり ←水洗 (脱塩水) 40 ml×3回 水 層 ベンゼン層| • 脱水 • 濃縮 ← 定容 10 ml (ベンゼン)

4. 試験結果

4.1 供試魚の状態

外觀観察結果 正 常

GC試料

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	1 6 (0.9 3) 3 0 (1.1)			2 1 2 4		1 7 2 6		
第2濃度区	(2 (2			以下 以下		1)		3)

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通りである。

	魚体中濃度 (ppm)	み 縮 倍 率	計算方法(ppm)
精度よく定量 できる範囲	0.0 7 0	第1区 3.7 以上 第2区36 以上	$\frac{\frac{A}{C} \times \frac{D}{E \times F}}{\frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	0.0 7 0 ~0.0 0 7 4	第1区 3.7~0.39 第2区3.6 ~3.7	
検出限界の 範囲	0.0074	第1区 0.39以下 第2区 3.7 以下	$\frac{\frac{B}{C}\times\frac{D}{E\times F}}$

A 精度よく定量できる濃度 = 0.095 ppm (図-4参照)

B 検出限界の濃度(S/N=2): 0.010 ppm (図-4参照)

C 回 収 率 : 89.8% E 最終液量 : 20 ml

D 魚 体 重 : 30 g F 分 取 比 : 1

以 上