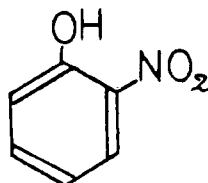


0-ニトロフェノールの濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和52年4月21日～昭和52年10月21日
 2. 試料名 0-ニトロフェノール (試料名K-251)
 構造式



性状

純度 99.8% (GCによる)
 組成他成分 水分 0.06%
 凝固点 44.6℃ 比重 1.66 (20℃)
 溶解 熱水に可溶
 (提示資料による)

3. 試験方法及び条件

環保業第 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) 高速液体クロマトグラフ 化学品安全センター組立
 紫外可視分光光度計 日立製作所製 624型

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 0.2g、塩化第二水銀検定合格魚※
 東田雄健二 用水と廃水 14 1297～1303 (1972)

(b) 分散剤及び分散法

分散剤 硬化ヒマシ油 (HCO-100)

分散法 供試物質 5g と硬化ヒマシ油 15g を湯浴上でアセトンに溶解後アセトンをロータリーエバポレーターで留去し、イオン交換水で 500ml に定容して 10000ppm (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 100ppm (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℃ × 21日

(b) 試験水槽

ガラス製 容量 100l
 流量 579 l/日
 (原液：希釈水 2ml : 400ml)

(c) 試験魚

コイ 平均体重約 28g
 平均体長約 10cm

(d) 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-16, 17 参照

(g) 水槽濃度

設定理由 48 T L m 値 100 ppm の $\frac{1}{10^2}$ 及び $\frac{1}{10^3}$ に設定した。

設定値

(単位 ppm W/V)

	供試物質	硬化ヒマシ油 HCO-100
第1濃度区	1.0	3.0
第2濃度区	0.1	0.3

実測値

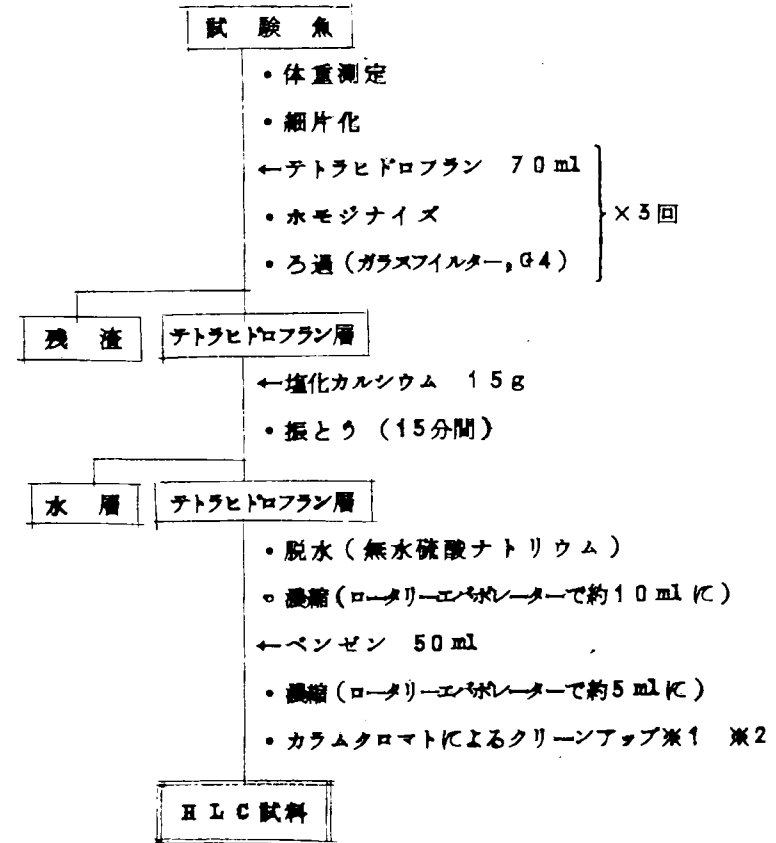
表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppm W/V)

	2W	3W	4W	6W
第1濃度区	0.892	0.810	0.814	0.806
第2濃度区	0.097	0.094	0.092	0.082

以下次頁に続く

3.2.3 分析試料の前処理

(a) 魚 体



以下次頁に続く

※1 カラムクロマトグラフィー条件

充てん剤 5%含水シリカゲル(ワコーゲルC-200) 10gをベンゼンで充てんする

クロマト管 ガラス 20mmφ

溶離液 ベンゼン

供試物質は初めの50mlに溶出し、これを5mlまで濃縮して次のカラムに移す。

※2 カラムクロマトグラフィー条件

充てん剤 5%含水酸性アルミナ 10gをベンゼンで充てんする

クロマト管 ガラス 20mmφ

溶離液 第1フラクション ベンゼン 50ml
第2フラクション クロロホルム 50ml
第3フラクション 5%メチルアルコール含有クロロホルム 50ml

供試物質は第3フラクションに溶出する。溶出層を約10mlまで濃縮し、メチルアルコール50mlを加えて再度約10mlまで濃縮し、メチルアルコールで25mlに定容してHLC試料とした。

(b) 試験水

試験水

第1濃度区 第2濃度区

・採水 100ml 1000ml

←濃塩酸 1ml 10ml

・アンバーライト XAD-2 に吸着

(20mmφカラムに高さ10cm充てん)

以下次頁に続く

前頁より引続き

水層

アンバーライトXAD-2層

←イオン交換水 50ml

・水洗

水層

アンバーライトXAD-2層

←アンモニア水含有アセトン※ 250ml

アンバーライトXAD-2層

溶出液

・濃縮(ロータリーエバポレーターで約5mlまで)

←0.01N-水酸化ナトリウム溶液

・10mlに定容

分光光度計試料

※ 特級 25%アンモニア水:アセトン=10ml:990ml

以下次頁に続く

3.2.4 分析条件

高速液体クロマトグラフ 化学品安全センター組立

ポンプ ミルトンロイ社製 BF-0396-57型
(ダンパー付)

検出器 ショファル社製 GM770型

固定相 日立製作所 日立ゲル 3010

カラム ステンレス 2mmφ×50cm

溶離液 5%ユークサン含有メチルアルコール

測定波長 345nm

紫外可視分光光度計 日立製作所製 624型

セル 10×10mm

波長 500～260nm

測定波長 415nm

4. 試験結果

表一2 濃縮倍率

	2W	3W	4W	6W	付図	付表
第1濃度区	24 28	27 34	※22以下 ※22以下	37 50	1,3,4	3,4,6
第2濃度区	22 22以下	22 22以下	22 22以下	22 22以下	3,5	3,5,6

※ 5.1にて説明

5. その他

5.1 試験結果の表示について

機器の検出限界は(図一2参照)約2ppmである。魚体重30g,最終液量25ml,回収率75%と考えれば

$$\frac{2}{\frac{75}{100} \times \frac{30}{25}} \approx 2.2 \text{ ppm となり}$$

魚体中濃度で約2.2ppmが分析限界である。

濃縮性が低い場合、水槽濃度は設定にほぼ近いと考えれば、

$$\frac{2.2}{1} = 2.2 \quad \frac{2.2}{0.1} = 22 \text{ となり}$$

すなわち第1濃度区22倍以下、第2濃度区22倍以下表示とした。

5.2 供試物質の吸収スペクトルについて

供試物質の極大吸収は(図一18参照)345nmにあり。これをアルカリ性にしてナトリウム型にすると(図一7参照)極大吸収は415nmに移動する。

したがって、高速液体クロマトグラフにての魚体分析では、測定波長は345nmであり、水分析では415nmでの値を測定した。

以 上