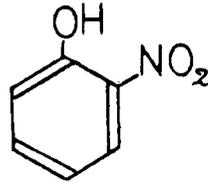


0-ニトロフェノールの濃縮度試験成績報告書

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No 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 TLm 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

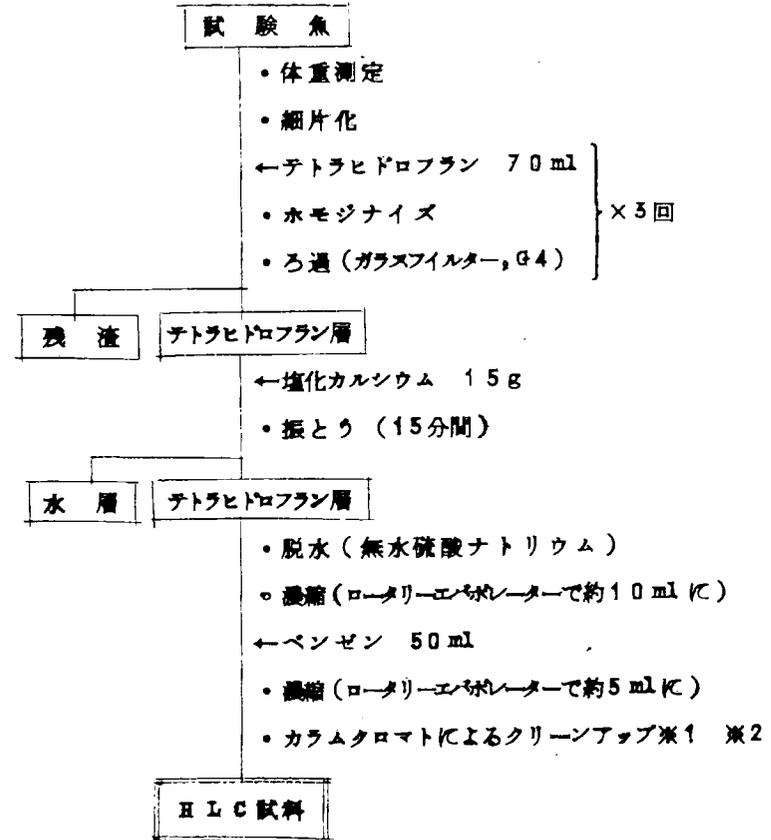
表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppm W/V)

	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

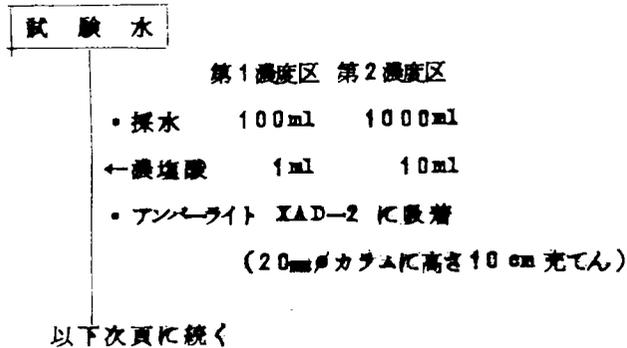
充てん剤 5%含水酸性アルミナ 10gをベンゼンで充てんする

クロマト管 ガラス 20mmφ

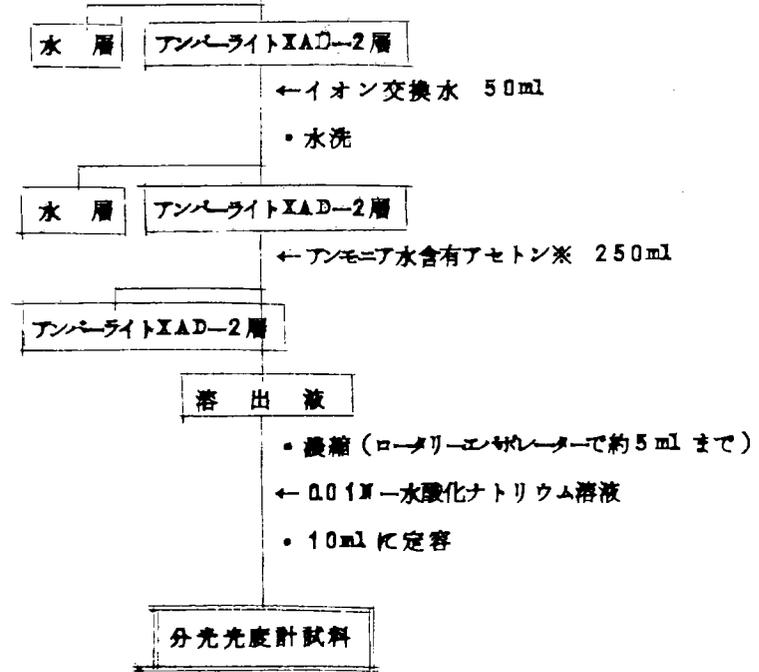
溶離液 第1フラクション ベンゼン 50ml
 第2フラクション クロロホルム 50ml
 第3フラクション 5%メチルアルコール含有クロロホルム 50ml

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



前頁より引続き



※ 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 ショフエ社製 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% n-ヘキ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-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-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、水相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-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-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