濃縮度試験報告書 (K-646に関する試験報告書その1)

試料名 ヘキサクロロシクロヘキサン(γ-BHC)
(試料 MK-646)

構 造 式

同 定 MSスペクトル (凶ー17 参照)

性 状 外 観 白色粉状結晶

融 点 112.5℃

純 度 99%(一般試験使用)分配係数(n-オクタノール/水) log P = 3.89

溶解性 对水一8 ppm

対アセトン-435%

対エタノール― 6.4 %

対 n ー ヘキサン, ベンゼン, アセトニトリル,

- 1%以上

2. 試験期間 昭和55年8月4日~昭和55年12月6日

3. 試験方法及び条件

環保業第 5 号

※ 発 第 6 1 5 号 魚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 3 9 2 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) 溶解法

供試物質 0.04 g と、水 25 C を加えて、さらに超音波 20 KHz を 60 分間照射した後、全量を 5 ℓ にし、8 p pm (w/v) の水溶液を調製した。

- (c) 試験温度
 - 2 5 ± 1 °C
- (d) 試験結果

48時間TLm値: 0.18 ppm (w/v) (凶-3参照)

- 3.2 漫縮度試験
- 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 化

流水量 1,158 2/日

原液*: 希釈水=4ml/分:800ml/分

* 第1区用原液 100 ppb (w/v),第2区用原液 10 ppm (w/v)

- (b) 試験魚
 - コ イ 平 均 体 重 28.7 g 平 均 体 長 10.3 cm 平均脂質含量** 7.0 %
- ** 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) 加 1比 25℃×14日間
- (d) 溶解法 3.1 (b) に同じ
- (e) 試験温度 25±1℃
- (t) 水槽中の絡存酸素量図ー15及び16参照

(g) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる機度は、約 3.5 ppb (図-8 参照)である。水分析時の前処理操作において 100 倍濃縮して回収率が 100 %であり、水槽機度の低下を 20 % と見込み、第 2 機度区の水槽機度を 0.05 ppb と設定した。第 1 機度区は第 2 機度区の 10 倍に設定した。

(計算式) 第2 濃度区の水槽濃度は

$$\frac{3.5}{100 \times \frac{100}{100} \times \frac{100-20}{100}} = 0.05 \text{ ppb } \text{ K. λ}$$

設定値

(単位ppbw/v)

	供弒物質
第1濃度区	0. 5
第2濃度区	0.05

奥测值

表一1 濃縮倍率を求めるための平均濃度

(単位 ppb w/v)

	1 Was	2 - W	4 -4W	6 tt. W	8 W	10 W
第1濃度区	0.454	0.439	0.474	0.486	0.471	0,472
第2濃度区	0.0453	0.0462	0.0479	0.0480	0.0 4 8 1	0.0478

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

型一日本電子GC-20K

カ ラ ム 10%SE-30/クロモソルプW AW DMCS

(60~80メッシュ)

2 m×2 mm φ ガラス

カラム温度 210℃

キャリアガス N2

検出器 ECD

(b) 標準溶液の調製法

魚分析用 : 供試物質をn-ヘキサンに溶解し、所定

機度の標準溶液を調製した。

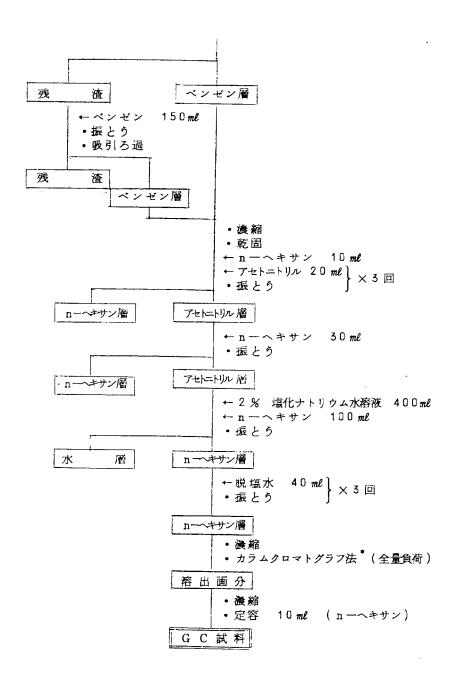
水分析用 : 供試物質をベンゼンに溶解し、所定震度

の標準溶液を調製した。

- (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
- 脱水 (無水硫酸ナトリウム)
- ←ベンゼン 200 ml
- 振とら
- 吸引ろ過



* 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 5 % 含水塩基性アルミナ 10 g (ウォーレム社製)

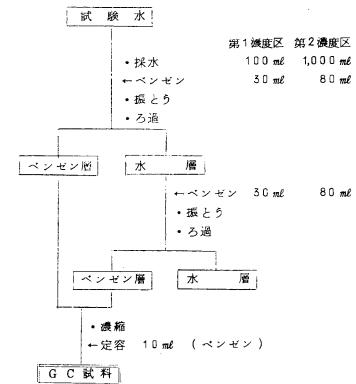
(n ーヘキサンで充てん)

分画法 : 第1画分 n-ヘキサン 70 ml

第2画分 n - ヘキサン 60 ml

供試物質は第2画分に溶出する

(2) 試験水



4. 試験結果

4.1 供試魚の状態

外観觀察結果 正 常

4.2 濃縮度試験の結果

表-2 供試物質の濃縮倍率

	1	W	2	w	4	W	6	W	8	W	10	W
第 1 濃度区	7 8 8 5		i	8 6 8 9		7 4 3 0		1 4 9 3		7 1 0 0		2 7 6 9
第 2 微度区	6 8 7 7	-	_	4 3 2 5	i .	9 5 2 7		9 1 5 5	i .	6 O 1 4		7 6 8 5

なお試験結果の表示について機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)	炭 稲 倍 率	計算方法(ppb)
精度よく定量 できる範囲	1.8以上	第1区 3.8 以上 第2区41 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	0.15~1.8	第1区0.32~ 3.8 第2区7.3 ~41	
検出限界の範囲	0.15以下	第 1 区 0.32 以下 第 2 区 7.3 以下	$\frac{B}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$

A 精度よく定量できる濃度= 4.2 ppb (図-4参照)

B 検出限界の濃度(S/N=2): 0.35 ppb (図-4参照)

C 回 収 率 : 79.3% E 最終液量 : 10 ml

D 魚 体 重 : 30 g F 分 取 比 : 1

5. 備 考

5.1 魚体部位別試験

10週間目の試験魚を2尾づつ、頭部、外皮(頭部を除く皮、うろと、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。

立(Æ.	딘!	21 ,	胚全	結	甩
ㅁㅂ	11/.	נית	FLA.	- 7.	76□	_

		供試物質優度 (ppm)	供試物質重量比(%)	部位別重量比(%)		
441	可食部	139 111 (125)	3 1.3 2 9.4 (3 0.4)	5 1.8 5 3.1 (5 2.5)		
第 1	頭部	422 386 (404)	5 0.4 5 2.7 (5 1.6)	27.4 27.3 (27.4)		
渡度	外皮	178 152 (165)	1 3.1 1 1.9 (1 2.5)	1 6.9 1 5.6 (1 6.3)		
区	内 臓	293 306 (300)	5.17 5.99 (5.58)	4.0 4 3.9 1 (3.98)		
第	可食部	1 1.2 1 2.2 (1 1.7)	3 6.9 2 8.9 (3 2.9)	5 4.5 5 1.7 (5 3.1)		
2	頭部	32.1 39.9 (36.0)	47.3 50.5 (48.9)	2 4.4 2 7.5 (2 6.0)		
渡度	外皮	1 0.1 1 8.7 (1 4.4)	1 0.6 1 4.3 (1 2.5)	17.4 16.6 (17.0)		
区	内朦	2 4.7 3 2.1 (2 8.4)	5.3 1 6.28 (5.8 D)	3.55 4.26 (3.91)		

)内の数字は平均値を表わす。

5.2 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 &、流水量800 ml/min)10週間目の試験魚中の供試物質 機度の平均(2尾)を100として、1,2,5日目の試験魚中の供試物質の残留率を示した。

	X B =			4.	(0)				
	1	H H	目	2	B	B	5	Ħ	目
第1濃度区	8 0.3 8 3.5 (8 1.9)			6 4. 4 3 5.5 (5 0.0)			1 8.4 1 5.1 (1 6.8)		
第2濃度区	83 90	i.8 i.3 (87	.1)	1 <i>6</i> 5 1	5.8 .8 (3 4	.3)	1 7 2 5	.4 i.3 (2 1	.4)

)内の数字は平均値を表わす。

以 上