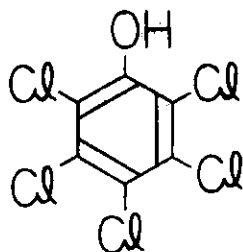


濃縮度試験報告書

1. 試料名 ペンタクロロフェノール
(試料No K-566)

構造式



同定性 GC-MS スペクトル (図-17 参照)

外観 灰褐色粒状

融点 190~191℃

沸点 309~310℃(分解) () による)

比重 (d₄²⁵) 1.978

純度 95%以上 () 用純試薬使用)

分配係数 (n-オクタノール/水)

$$\log P = 5.01 *$$

溶解性 対水 - 77.2 ppm (TOC計による)

対メタノール, アセトン, ベンゼン, n-ヘキサン
- 1,000 ppm 以上

* C. Hansch et al., Chemical Reviews, 71, 6, (1971)

2. 試験期間 昭和56年8月26日~昭和56年12月18日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号
薬 発 第 615 号 } 魚介類の体内における化学物質の濃縮度試験による
49 基 局 第 392 号

3.1 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.29 g 塩化第二水銀検定合格魚^{*1}

^{*1} 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 (HCO-20, HCO-50)

溶解法 (分散法)

供試物質 0.1 g と硬化ヒマシ油 (HCO-20),
(HCO-50) 各 1 g 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 0.1 L に
し 1,000 ppm (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 : 0.305 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 100ℓ

流 水 量 1158ℓ/日

原液*2: 希釈水 = 4 ml/分 : 800 ml/分

*2 3.1(b)で調製した分散液を希釈して原液とした

第1濃度区用原液 0.6 ppm (w/v)

第2濃度区用原液 0.06 ppm (w/v)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 22.6 g

平均体長 9.7 cm

平均脂質含量*3 5.4 %

*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) 試験温度 25 ± 1℃

(e) 水槽中の溶存酸素量

図-15及び16参照

(f) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は約8.4 ppb (図-4a参照)
である。水分析時の前処理操作において40倍濃縮して
回収率が97.5%であり、予備飼育7日間の結果より、水
槽濃度の低下を5%と見込み、第2濃度区の水槽濃度を
0.3 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

$$\frac{1000}{25} \times \frac{8.4}{100} \times \frac{100-5}{100} = 0.3 \text{ ppb} \text{ になる}$$

設定値

(単位ppbw/v)

| | 供試物質 | 分 散 剤 | |
|-------|------|--------|--------|
| | | HCO-20 | HCO-50 |
| 第1濃度区 | 3 | 30 | 30 |
| 第2濃度区 | 0.3 | 3 | 3 |

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位ppbw/v)

| | 1 W | 2 W | 4 W | 6 W | 8 W |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 第1濃度区 | 2.82 | 2.72 | 2.88 | 2.81 | 2.79 |
| 第2濃度区 | 0.332 | 0.291 | 0.293 | 0.285 | 0.280 |

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

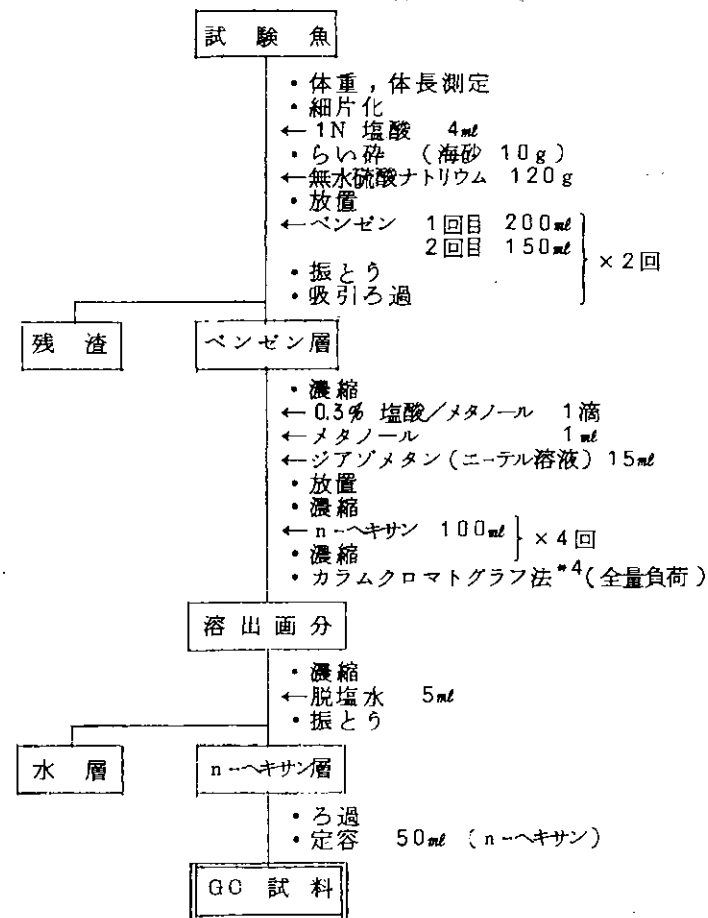
| | |
|--------|--|
| 装 置 | ガスクロマトグラフ 型-日本電子 JGC-20K |
| カ ラ ム | 10% OV-225/クロモソルブ W HP 2 m × 4 mm ϕ , ガラス製 |
| カラム温度 | 170 °C |
| キャリアガス | N ₂ |
| 検 出 器 | ECD |

(b) 標準溶液の調製法

供試物質 0.1 g を精秤しベンゼンに溶解後、全量を 100 ml に定容して 1,000 ppm (w/v) の標準液を調製した。これをさらにベンゼンで希釈後分取し、水分析と同様な方法によりエーテル化反応を行い標準溶液とした。

(c) 分析試料の前処理

(1) 魚 体



上記操作による回収率 106 % (供試物質 0.9 μg 添加)

*4 カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20 mmφ, ガラス製

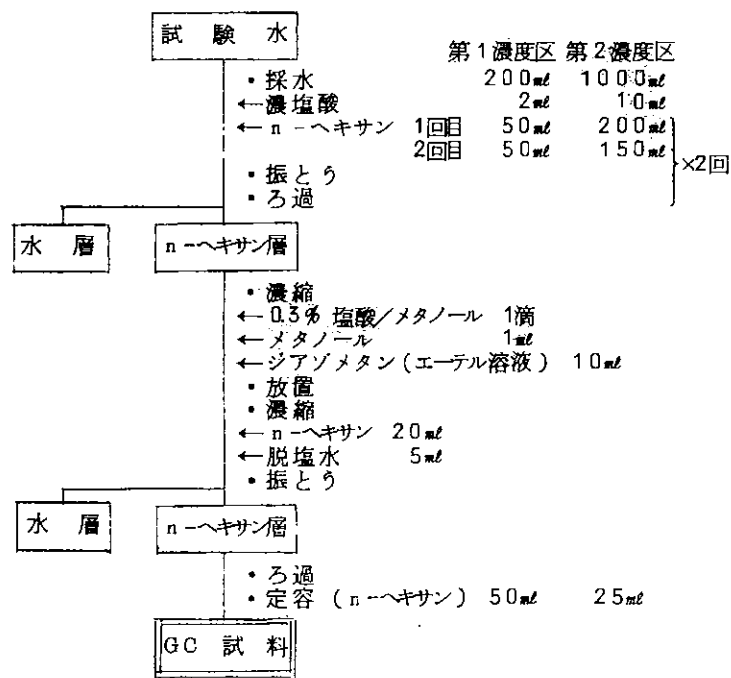
充てん剤 5%含水 シリカゲル 10g (和光純薬製)

(n-ヘキサンで充てん)

分画法 : 第1画分 n-ヘキサン 100ml

供試物質は第1画分に溶出する

(2) 試験水



上記操作による回収率 第1区 10.1% (供試物質 第1区 0.6 μg 添加)
第2区 97.5% 第2区 0.3 μg

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

| | 1 W | 2 W | 4 W | 6 W | 8 W |
|-------|------------|------------|-----------|------------|------------|
| 第1濃度区 | 198 158 | 140 135 | 140 98 | 94 141 | 39 116 |
| 第2濃度区 | 84 163 | 224 198 | 131 90 | 121 161 | 99 (45) |

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) | 濃縮倍率 | 計算方法 (ppm) |
|-------------|----------------|--------------------------------|---|
| 精度よく定量できる範囲 | 0.013 以上 | 第1区 4.7 以上 第2区 4.7 以上 | $\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$ |
| 参考値の範囲 | 0.0013 ~ 0.013 | 第1区 0.5 ~ 4.7 第2区 4.5 ~ 4.7 | |
| 検出限界の範囲 | 0.0013 以下 | 第1区 0.5 以下 第2区 4.5 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 = 0.0084 ppm (図-4a 参照)

B・検出限界の濃度 (S/N=2) : 0.0008 ppm (図-4a 参照)

C・回収率 : 106% E・最終液量 : 50 ml

D・魚体重 : 30 g F・分取比 1

以上