

# 試 験 報 告 書

水酸化トリフェニル錫（被験物質No K-643）の  
コイによる濃縮度試験

昭和60年3月29日

財団法人 化学品検査協会  
化学品安全センター

---

試験実施機関

名 称 : 財団法人 化学品検査協会 化学品安全センター  
所 在 地 : (〒131) 東京都墨田区東向島四丁目1番1号  
電話番号 : (03) 614-1106 (直通)  
代 表 者 : 化学品安全センター 所 長 [REDACTED]

(1) 試験施設

名 称 : 財団法人 化学品検査協会 化学品安全センター  
九州試験所  
所 在 地 : (〒830) 福岡県久留米市中央町19番14号  
電話番号 : (0942) 34-1500

(2) 運営管理者など

運 営 管 理 者 九州試験所 所 長 [REDACTED]

試 験 責 任 者  
及 び 九州試験所 蓄積試験課 [REDACTED]  
試 験 担 当 者

魚 飼 育 担 当 者 九州試験所 蓄積試験課 [REDACTED]

## 報 告 書 要 旨

1. 試験の内容 : コイによる化学物質の濃縮度試験

2. 被験物質 : 水酸化トリフェニル錫  
(被験物質No K-643)

3. 試験方法及び条件

3.1 試験方法

環 保 業 第 5 号 }  
薬 発 第 6 1 5 号 } 〈魚介類の体内における化学物質の濃縮度  
49基局第392号 } 試験〉による。

3.2 試験条件

試験濃度 : 第1濃度区 1  $\mu\text{g}/\text{l}$   
第2濃度区 0.1  $\mu\text{g}/\text{l}$   
飼育期間 : 10週間  
流 水 量 : 582  $\text{l}/\text{日}$   
分析方法 : 高速液体クロマトグラフ法

4. 試験結果

濃縮倍率 第1濃度区 : 1360~6040倍  
第2濃度区 : 617~7100倍

## 目 次

	頁
1. 試験の目的	1
2. 試験方法	1
3. 試験期間	1
4. 被験物質	1~2
5. 供試魚	3
6. 飼育条件	3
7. 試験濃度及び原液調製法	4
8. 試験水及び供試魚中の被験物質の分析	4~10
9. 濃縮倍率の算出	11~12
10. 試験結果	12
付表	
付図	

---

1. 試験の目的

既存化学物質の安全性確認の一環として水酸化トリフェニル錫（被験物質 №K-643）のコイに対する濃縮度試験を実施し、濃縮性の程度についての知見を得る。

2. 試験方法

環 保 業 第 5 号 } 〈魚介類の体内における化学物質の濃縮度  
薬 発 第 6 1 5 号 } 試験〉による。  
49基局第392号

3. 試験期間

昭和59年10月1日～昭和60年3月24日  
（飼育期間 昭和59年12月20日～昭和60年2月28日）

4. 被験物質

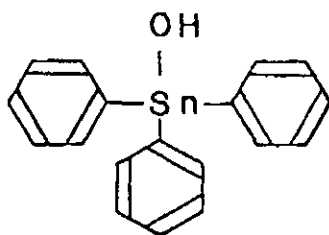
4.1 名 称 水酸化トリフェニル錫（商品名 [REDACTED]）  
（被験物質 №K-643）

純 度\*1 97.6%  
不純物 テトラフェニル錫 1.0%  
酸化ジフェニル錫 1.0%  
塩化トリフェニル錫 約 1%

提供者 [REDACTED]

4.2 構造式、分子式、分子量

構造式



分子式  $C_{18}H_{15}OSn$

分子量 367.03

#### 4.3 スペクトル

赤外線吸収スペクトル (図-13参照)

質量スペクトル (図-14参照)

紫外外部吸収スペクトル (図-15参照)

#### 4.4 物理化学的性状

外 観<sup>\*1</sup> 白色粉末

融 点<sup>\*1</sup> 117～119℃

比 重<sup>\*1</sup> 1.468 (25℃真比重)

溶解性	水	: 約 0.4mg/l (HPLCによる。)
	n-ヘキサン	: 約 390mg/l (HPLCによる。)
	ジクロロメタン	: 18/l以上
	クロロホルム	: 18/l以上
	エタノール	: 18/l以上
	ジメチルスルホキシド(DMSO)	: 18/l以上
	0.05%リン酸ジメチルスルホキシド	: 18/l以上
	トルエン <sup>*1</sup>	: 2.6%
	イソプロパノール <sup>*1</sup>	: 1.8%

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log Pow = 3.66$  (OECD法による。)

#### 4.5 ヒメダカに対する48時間LC50値<sup>\*2</sup>

52.9 mg/l (図-1参照)

\*1 被験物質提供者提示資料による。

\*2 JIS K 0102に定める工場排水試験法「魚類による急性毒試験」に準じ、DMSO及びリン酸を使用して調製した試験液により得られた値。

## 5. 供試魚

名 称      コイ (Cyprinus carpio)  
入 手 先      熊本県八代市北村養魚場  
ロット番号      TFC 841108  
平均体重<sup>\*3</sup>      20.0 g  
平均体長<sup>\*3</sup>      9.2 cm  
平均脂質含量<sup>\*3</sup>      4.8 %  
薬 浴      止水状態にて 0.005% 水産用テラマイシン散水溶液にて 24 時間薬浴を行った。  
順 化      25 °C × 14 日間

\*3 同一順化ロットからの代表供試魚 10 尾に対しての測定値

## 6. 飼育条件

試験施設      流水式水系環境調節装置  
飼育水槽      100ℓ 容ガラス製水槽  
流 水 量      582ℓ / 日  
                    (原液：希釈水 = 4 ml / 分 : 400 ml / 分)  
飼育密度      20尾 / 飼育水槽 (試験飼育開始時)  
飼育期間      10週間  
飼育温度      25 ± 2 °C  
飼育水槽中溶存酸素濃度  
    第1濃度区 : 6.9~7.8 mg/ℓ (図-11参照)  
    第2濃度区 : 6.7~7.8 mg/ℓ (図-12参照)  
                    (飯島精密工業製 DOメーター)  
給 飼      1日2回に分けて、コイ用飼料(日本配合飼料株式会社製)を  
                    魚体重の約2%相当量与えた。

## 7. 試験濃度及び原液調製法

### 7.1 試験濃度

試験水槽中の被験物質濃度は次のように設定した。

第1濃度区 : 1  $\mu\text{g}/\text{l}$

第2濃度区 : 0.1  $\mu\text{g}/\text{l}$

### 7.2 原液調製法

被験物質100 $\mu\text{g}$ をDMSO 約950 $\text{ml}$ とリン酸 0.5 $\text{ml}$ を加え溶解し、DMSOにて1000 $\text{ml}$ に定容した。これをイオン交換水で希釈して2.5 $\mu\text{g}/\text{l}$ と0.25 $\mu\text{g}/\text{l}$ の分散液を調製した。

これをイオン交換水で希釈して

第1濃度区 : 0.1  $\mu\text{g}/\text{l}$

第2濃度区 : 0.01 $\mu\text{g}/\text{l}$

の各原液25 $\text{l}$ を調製した。なお、各原液は飼育期間中、毎週2回調製した。

## 8. 試験水及び供試魚中の被験物質の分析

### 8.1 分析内容の概略

#### 8.1.1 試験水分析

第1及び第2濃度区の各試験水槽より分析試料を採取し、前処理を行った後、高速液体クロマトグラフ(HPLC)法により被験物質を定量分析した。試験水分析は、両濃度区とも飼育期間中、毎週2回計20回行い、1回あたりの分析試料は1点とし、採取後ただちに分析操作を行った。

#### 8.1.2 供試魚分析

第1及び第2濃度区の各試験水槽より分析試料を採取し、前処理を行った後、高速液体クロマトグラフ(HPLC)法により被験物質を定量分析した。供試魚分析は、両濃度区とも飼育開始後、2、4、6、8及び10週目の計5回行い、1回あたりの分析試料は2点とした。



## 8.2 分析試料の前処理

### 8.2.1 試験水分析試料の前処理

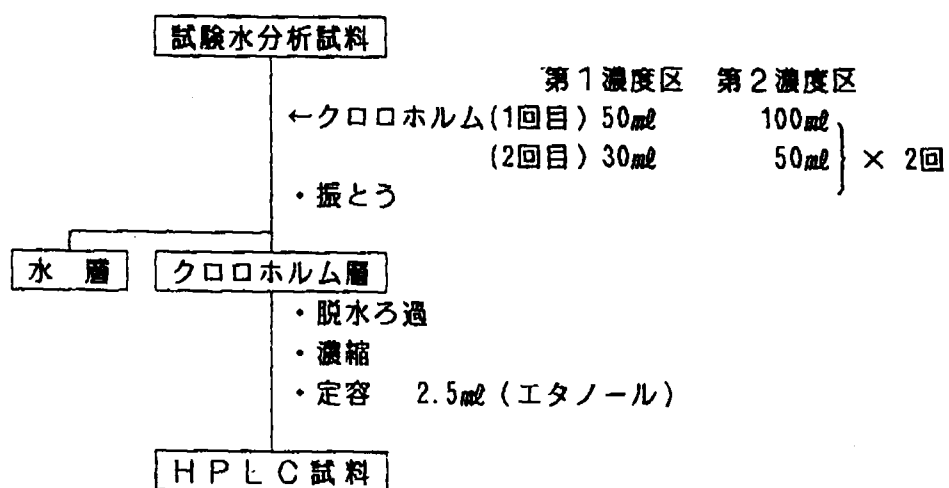
試験水槽より

第1濃度区 : 100 ml

第2濃度区 : 1000 ml

を採取し、以下のフローシートに従って前処理操作を行った。

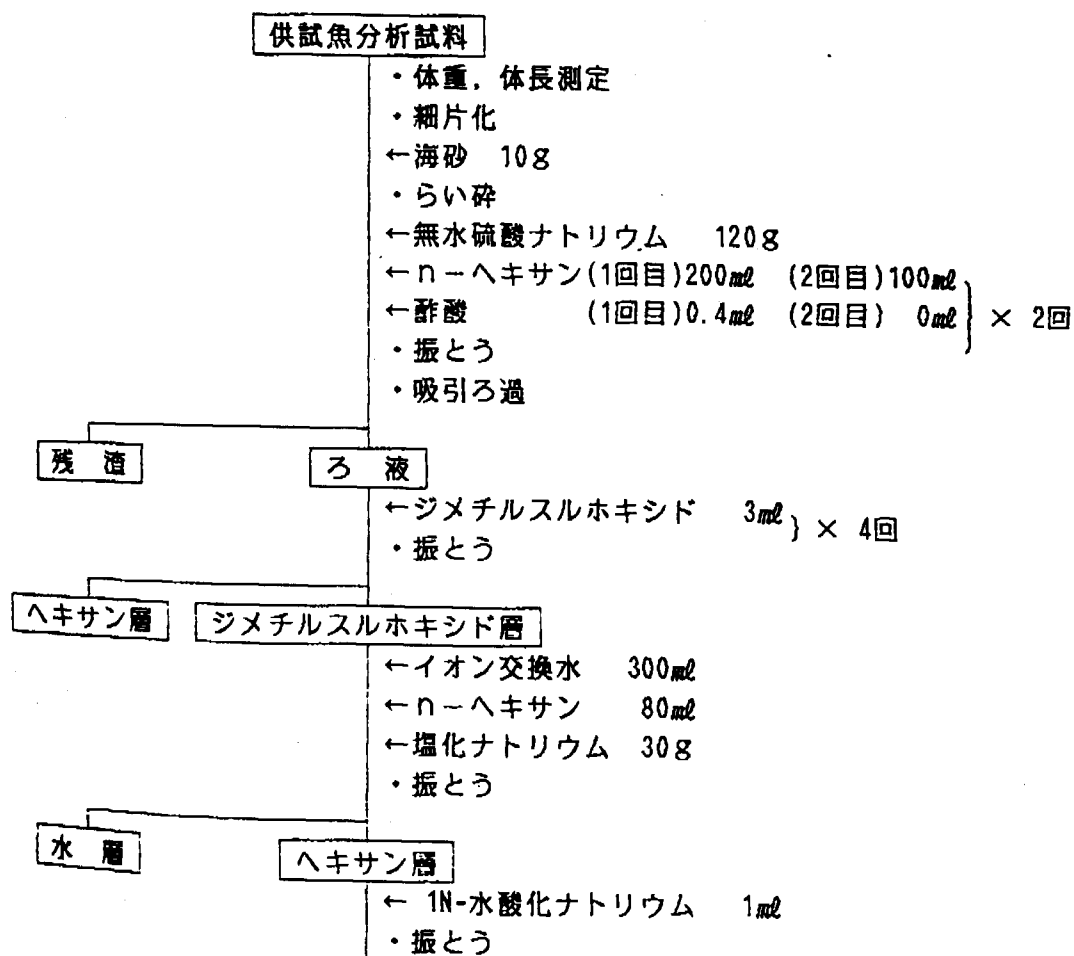
フローシート



### 8.2.2 供試魚分析試料の前処理

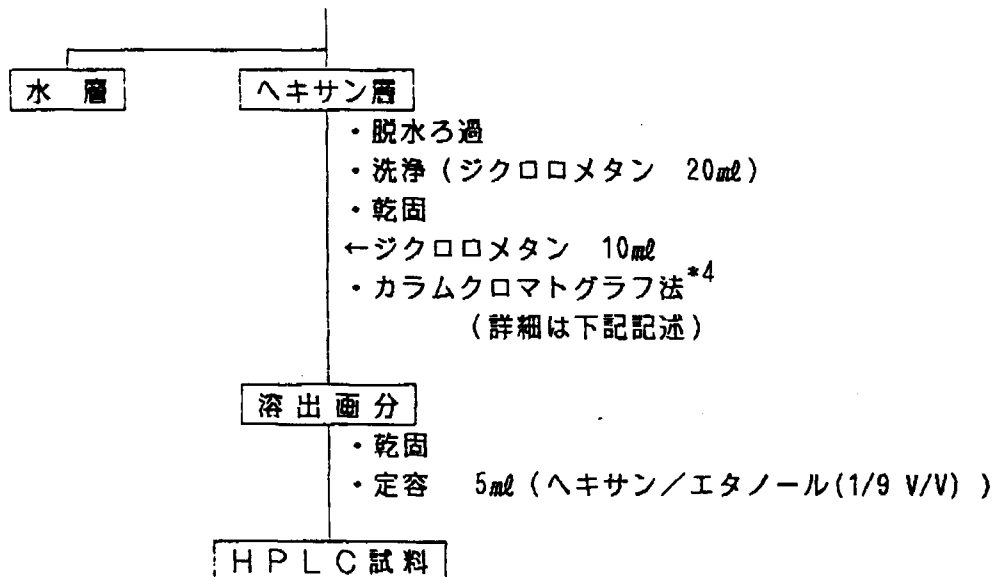
試験水槽より供試魚を採取し、以下のフローシートに従って前処理操作を行った。

フローシート



次頁へ続く

前頁より続く



\*4 カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20mmφ ガラス製  
充てん剤 5%含水塩基性アルミナ 5g（ウェルム社製）  
（ジクロロメタンで充てん）

分画法	第1画分	：	ジクロロメタン溶液	全量
	第2画分	：	ジクロロメタン	30ml

被験物質は第1，2画分に溶出する。

### 8.3 分析試料の定量

8.2の前処理を行って得られたHPLC試料は、次の条件により高速液体クロマトグラフ法により定量を行った。被験物質濃度は、クロマトグラム上の被験物質のピーク高さを既知濃度の標準溶液<sup>\*5</sup>のピーク高さと比較し、比例計算により求めた。(図-6, 表-4, 5及び図-9, 10, 表-8, 9参照)

#### [定量条件]

装 置	高速液体クロマトグラフ
	ポンプ 島津製作所製 型 LC-5A
	検出器 島津製作所製 型 SPD-2A
(水分析)	
カラム	5 cm×6 mmφ, ステンレス製 ERC-Silica-1252 プレカラム(シリカゲル充填)使用
溶 離 液	n-ヘキサン/メタノール(2/8 V/V) (リン酸 0.3%含有)
測定波長	215 nm (図-15参照)
注 入 量	600 μl
(魚分析)	
カラム	5 cm×6 mmφ, ステンレス製 ERC-Silica-1252を2本連結
溶 離 液	n-ヘキサン/メタノール(2/8 V/V) (リン酸 0.5%含有)
測定波長	215 nm (図-15参照)
注 入 量	60 μl

#### \*5 標準溶液の調製

分析試料中の被験物質濃度を求めるための標準溶液の調製は次のように行った。

すなわち被験物質0.18を精秤し、エタノールに溶解して100 μg/mlの標準溶液とし、さらにこれをエタノールで希釈して40 ng/mlの標準溶液を調製した。

#### 8.4 定量性の確認

##### (水分析)

8.3の標準溶液調製法と同様にして20 µg/ml, 40 µg/ml及び80 µg/mlの標準溶液を調製し、これらを8.3の定量条件に従ってHPLCに注入し、得られたそれぞれのクロマトグラム上の被験物質ピーク高さとそれぞれの濃度より検量線を作成した。検量線は原点を通る直線であったことから定量性が良好であることが確認された。

また、検量線より被験物質ピーク高さの測定限界は2.5 mm (被験物質濃度 0.0016 µg/ml)とした。(図-4参照)

##### (魚分析)

8.3の標準溶液調製法と同様にして0.3 µg/ml, 0.6 µg/ml及び1.2 µg/mlの標準溶液を調製し、これらを8.3の定量条件に従ってHPLCに注入し、得られたそれぞれのクロマトグラム上の被験物質ピーク高さとそれぞれの濃度より検量線を作成した。検量線は原点を通る直線であったことから定量性が良好であることが確認された。

また、検量線より被験物質ピーク高さの測定限界は2.5 mm (被験物質濃度 0.020 µg/ml)とした。(図-7参照)

#### 8.5 回収試験及びブランク試験

前述した試験水及び供試魚分析における被験物質の回収率を求めるため、飼育水及び魚体ホモジネートに被験物質分散液を添加し8.2及び8.3の操作に準じて添加回収試験を行った。また、被験物質を加えない飼育水及び魚体ホモジネートについて、添加回収試験の場合と同じ操作によりブランク試験を行った。添加回収試験及びブランク試験は、2点について並行測定した。この結果、ブランク試験においてクロマトグラム上、被験物質ピーク位置にはピークは認められず、そこで回収率は添加回収試験で得られた2点の値の平均値とした(図-5, 8, 表-3, 7参照)。各分析操作における回収率は次頁のとおりであり、分析試料中の被験物質濃度を求める場合の補正值とした。

[各分析操作における回収率]

試験水分析（被験物質 0.1  $\mu\text{g}$  添加）

第1濃度区 : 98.6%

第2濃度区 : 96.5%

供試魚分析（被験物質 3  $\mu\text{g}$  添加）

72.5%

8.6 分析試料中の被験物質濃度の算出及び検出限界

8.6.1 試験水分析試料中の被験物質濃度の算出

試験水分析試料中の被験物質濃度は、表-6の計算式に従って計算した。

8.6.2 試験水中の被験物質の検出限界

8.3の定量条件において検出限界となる被験物質濃度(8.4参照)から、前処理操作での回収率を考慮すると、試験水中の被験物質検出限界濃度はそれぞれ、

第1濃度区 : 0.041  $\mu\text{g/L}$

第2濃度区 : 0.0041  $\mu\text{g/L}$

と算出される。

8.6.3 供試魚分析試料中の被験物質濃度の算出

供試魚分析試料中の被験物質濃度は、表-10の計算式に従って計算した。

8.6.4 供試魚中の被験物質の検出限界

8.3の定量条件において検出限界となる被験物質濃度(8.4参照)から、前処理操作での回収率を考慮すると、供試魚中の被験物質検出限界濃度は魚体重を308としたとき4.6  $\mu\text{g/g}$ と算出される。

## 9. 濃縮倍率の算出

濃縮倍率（BCF）は、次式により算出した。

$$BCF = \frac{C_{fn} - C_{fb}}{C_{wn}}$$

$C_{fn}$  : n週目に採取した供試魚分析試料中の被験物質濃度 ( $\mu\text{g/g}$ )

$C_{wn}$  : n週目まで行った試験水分析による実測濃度の平均値 (平均水槽濃度) ( $\mu\text{g/l}$ )

$C_{fb}$  : 空試験における魚体中の被験物質濃度 ( $\mu\text{g/g}$ )

なお、8.6.4で求めた供試魚中の被験物質の検出限界を濃縮倍率で表わすと次のようになる。

第1濃度区 : 5.4倍

第2濃度区 : 48倍

## 10. 試験結果

### 10.1 試験水槽中の被験物質濃度

試験水槽中の被験物質濃度を表-1に示す。

表-1 試験水中の被験物質濃度（実測値）（単位： $\mu\text{g/l}$ ）

	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W	付 表
第1濃度区	0.850	0.853	0.861	0.859	0.851	表-4
第2濃度区	0.0849	0.0885	0.0920	0.0925	0.0949	表-5

## 10.2 濃縮倍率

濃縮倍率を表-2に示す。

表-2 濃 縮 倍 率

	2 W	4 W	6 W	8 W	10 W	付 表	付 図
第1濃度区	1620 1360	2230 2940	3460 3220	4100 3650	5090 6040	表-8	図-9
第2濃度区	617 1500	3210 2810	4400 4850	4340 3690	7100 7010	表-9	図-10

また、表-2の濃縮倍率と飼育期間の関係を図-2、3に示した。被験物質のコイに対する濃縮性の程度は、濃縮倍率で第1濃度区において1360~6040倍、第2濃度区において617~7100倍であった。  
なお、供試魚は外観観察の結果、異状は認められなかった。

以 上