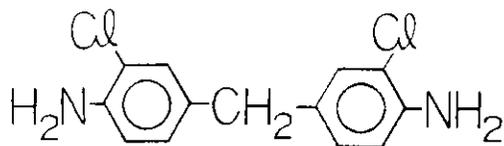


濃縮度試験報告書

1. 試料名 3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン
 (試料No K-733)

構造式



同定 MSスペクトル (図-19参照)

性状

外観 白色粉末

融点 108 °C (試薬添付資料による)

純度 93% (一級試薬使用)

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log P_{ow} = 3.91$ (振とう法による)

溶解性 対水 480ppb (HLC法による)

対ジクロロメタン、アセトニトリル、アセトン

1000 ppm以上

2. 試験期間 昭和58年4月13日～昭和58年7月6日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号
 薬 発 第 6 1 5 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 TLM試験

- (a) 試験魚
 ヒメダカ 平均体重 0.36g 塩化第二水銀検定合格魚^{*1}
^{*1} 田端健二：用水と凝水，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-40)
 分散法 供試物質1gとHCO-40 20gをアセトンに溶解後、アセトンを留去する。つぎに脱塩水を加えて全量を1ℓに定容し、1000ppm(W/V)の分散液を調製した。
- (c) 試験温度 25±2°C
- (d) 試験結果
 48時間TLM値 : 1.0 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 579 ℓ/日
 原液^{*2} : 希釈水 = 2 ml/分 : 400 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 10 ppm(W/V)
 第2濃度区用原液 1 ppm(W/V)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 35.8 g
 平均体長 11.2 cm
 平均脂質含量*3 4.3 %

*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10ppm塩酸クロロテトラサイクリン水溶液で24時間薬浴を行なった。

(2) 順化

25℃ × 14日間

(d) 試験温度 25 ± 2 °C

(e) 水槽中の溶存酸素濃度

第1濃度区 4.0~7.0 ppm (図-17参照)

第2濃度区 4.0~7.0 ppm (図-18参照)

(f) 水槽濃度

設定理由

精度良く定量できる濃度は0.82ppm(図-4参照)である。水分析時の前処理操作において200倍濃縮して回収率が93.7%であるので、次の計算式により第2濃度区の水槽濃度を5ppb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

$$\frac{0.82}{\frac{500}{2.5} \times \frac{93.7}{100}} = 0.005 \text{ ppm になる}$$

設定値

(単位ppb(W/V))

	供試物質	分散剤
		HCO-40
第1濃度区	50	1000
第2濃度区	5	100

実測値

表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位ppb(W/V))

	2 W	4 W	6 W	8 W	付 表
第1濃度区	41.0	41.9	42.7	43.7	表-8
第2濃度区	4.59	4.37	4.36	4.58	表-9

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

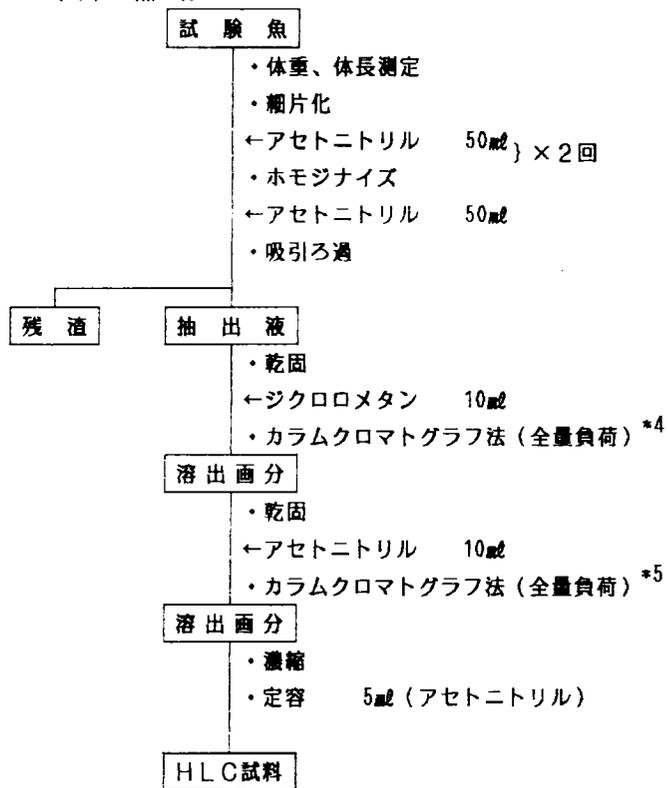
装 置 高速液体クロマトグラフ 型-CBC組立て
 カラム 0.25m × 4mmφ, ステンレス製
 固定相 Unisil Q-C₁₈(ODS)
 溶離液 アセトニトリル/水(7:3 V/V)
 検出器 UV-VIS分光光度計 247 nm(図-20参照)
 型-UVIDEC-100

(b) 標準溶液の調製法

供試物質0.1gを精秤し、アセトニトリルに溶解後、全量を100mlに定容して1000ppm(W/V)の標準液を調製した。これをアセトニトリルで希釈して所定濃度の標準溶液を調製した。

(c) 分析試料の前処理

(1) 魚体



上記操作による回収率(供試物質7.5μg添加) 81.0%

魚体中濃度が回収試験時より著しく高い場合、最終定容液を適宜希釈する。

カラムクロマトグラフの条件

- *4 クロマト管 20mmφ, ガラス製
- 充てん剤 5%含水中性アルミナ 10g (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 50 ml

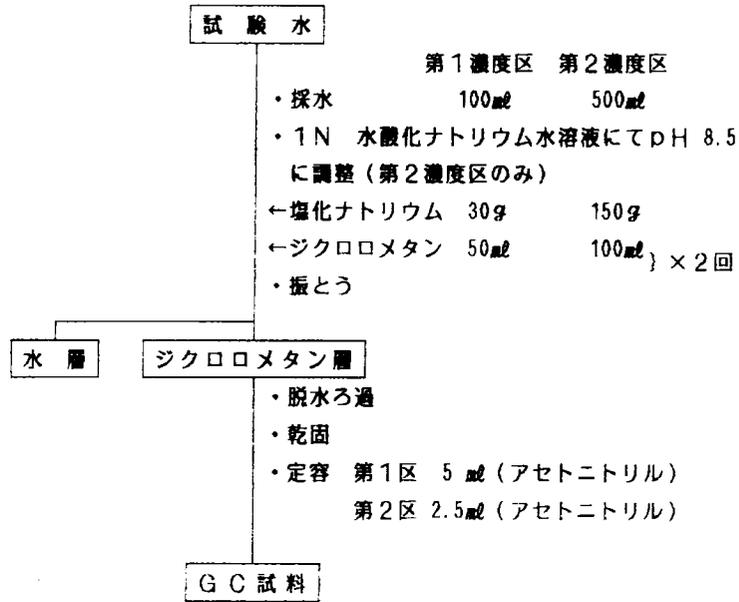
供試物質は第1画分に溶出する

- *5 クロマト管 20mmφ, ガラス製
- 充てん剤 5%含水塩基性アルミナ 10g (ウェルム社製)
- (アセトニトリルで充てん)

分画法: 第1画分 アセトニトリル 50 ml

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濃度区 96.4 % (供試物質 5 μg 添加)
 第2濃度区 93.7 % (供試物質 2.5 μg 添加)

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

	2 W	4 W	6 W	8 W	付 表
第1濃度区	330 398	185 220	130 170	146 162	表-4
第2濃度区	115 174	199 177	176 232	114 116	表-5

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	魚体中濃度(ppm)の計算方法
精度良く定量できる範囲	0.17以上	第1区 3.9以上 第2区 37 以上	$\frac{A}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$
参考値の範囲	0.01~0.17	第1区 0.2~3.9 第2区 2.2~37	
検出限界の範囲	0.01以下	第1区 0.2以下 第2区 2.2以下	$\frac{B}{\frac{C}{100} \times \frac{D}{E \times F}}$

A・精度良く定量できる濃度 : 0.82 ppm (図-4参照)

B・検出限界の濃度 (S/N=2) : 0.05 ppm (図-4参照)

C・回収率 : 81.0 % E・最終液量 : 5 ml

D・魚体重 : 30 g F・分取比 : 1

以上