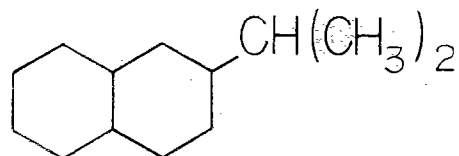


濃縮度試験報告書

1. 試料名 イソプロピルナフタレンの水素化物
 (イソプロピルデカリン)
 (試料 No. K-521)

構造式



同定 GC-MS スペクトル (図-17 参照)

性状

外観 無色透明液体

沸点 247 ~ 252 °C

比重 0.878 (25°C)

純度 99.6%

(不純物 イソプロピルテトラリン 0.4%)

分配係数 (n-オクタノール/水)

log Pow 6.19 以上 (LC 法による)

溶解性 対水 10 ppm 以下 (TOC 計による)

(提示資料
による)

対 n-ヘキサン, クロロホルム, ベンゼン,
 酢酸エチル, アセトニトリル, メタノール
 1,000 ppm 以上

2. 試験期間 昭和56年5月10日~昭和57年1月28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
 49 基 局 第 392 号 } 縮度試験による

- 3.1 T L m 試験

- (a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.24 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

Tween-80

溶解法 (分散法)

供試物質 1 g と Tween-80 20g を混合し、徐々に水
 を加え全量を 1 ℓ に定容して 1,000 ppm (w/v) の分
 散液を調製した。

- (c) 試験温度 25 ± 1 °C

- (d) 試験結果

48 時間 T L m 値 : 6.5 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

(揮発性化学物質用濃縮度試験装置を使用)

試験水槽

ガラス製

容 量 100 l

流 水 量 1158 l/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 20 ppm(w/v)

第2濃度区用原液 2 ppm(w/v)

- (b) 試験魚

コイ 平均体重 22.5 g

平均体長 9.6 cm

平均脂質含量^{*3} 4.8 %

^{*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

ガスクロマトグラフ法により(図-4参照)本物質は主に3本のピークを持つことが認められた。各ピークを溶出順にA, B, Cとすると、ピークBが最も高いピーク高さを示す。このためピークBに着目して水槽濃度の設定を行った。この場合、精度よく定量できる濃度は0.7 ppm(図-4参照)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94.1%であり、水槽濃度の低下を20%と見込み、第2濃度区の水槽濃度を0.1 ppm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

$$\frac{1000}{10} \times \frac{0.7}{100} \times \frac{100-20}{100} \approx 0.01 \text{ ppm になる}$$

設定値

(単位 ppm w/v)

	供試物質	分散剤
		Tween-80
第1濃度区	0.1	2
第2濃度区	0.01	0.2

実測値

下記の数値は標準の各ピークをそれぞれ表示濃度として扱い、その比より得られた値である。真の濃度は下の数値に各組成比(A:41.3%, B:43.3%, C:15.4%)を乗ずることにより求められる。

表 1 濃縮倍率を求めるための平均濃度(単位 ppb w/v)

	ピーク	1 W	2 W	4 W	6 W	7 W	8 W
第1濃度区	A	79.6	77.1	79.2	80.2	81.7	82.9
	B	78.8	76.2	78.5	79.5	81.0	82.2
	C	88.1	84.5	90.5	89.5	90.3	91.2
第2濃度区	A	4.71	5.21	5.57	5.69	5.73	5.83
	B	4.73	5.25	5.66	5.73	5.75	5.87
	C	4.50	5.11	5.95	5.94	5.98	6.17

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ー質量分析計
	型ー日立 RMU-6MG
GC条件	
カラム	3 m × 3 mm φ, ガラス製 5% Apiezon Grease L ₁ /クロモソルブW
カラム温度	195 °C
キャリアガス	ヘリウム
質量分析計条件	
セパレータ温度	250 °C

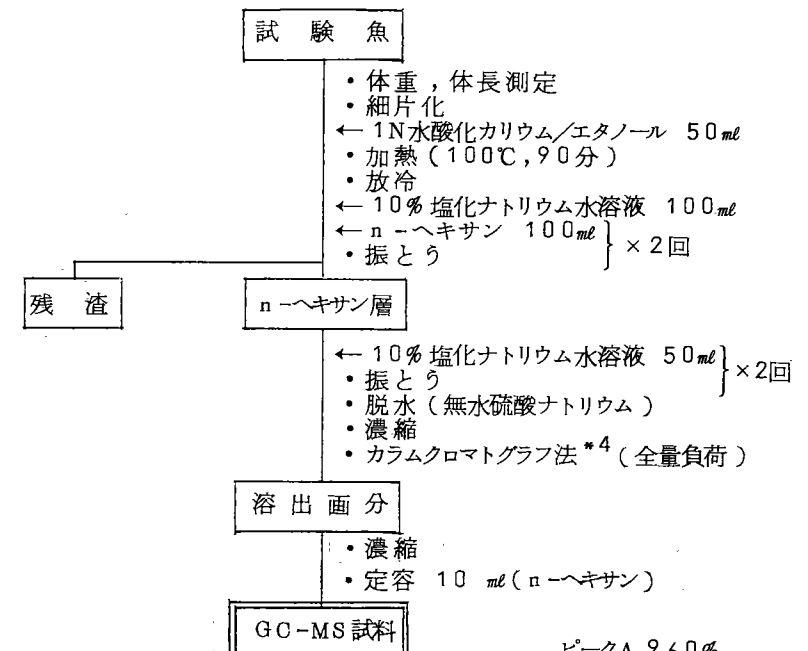
イオン化電圧	2.0 eV
加 速 電 圧	3.2 KV
イオン源温度	180 °C
測 定 m/e	95

(b) 標準溶液の調製法

供試物質 0.1 g を精秤し n-ヘキサンに溶解後、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 n-ヘキサンで希釈して所定濃度の標準液を調製した。

(c) 分析試料の前処理

(i) 魚 体



上記操作による回収率(供試物質 15 μg 添加)

ピークA 96.0%
ピークB 95.8%
ピークC 99.0%

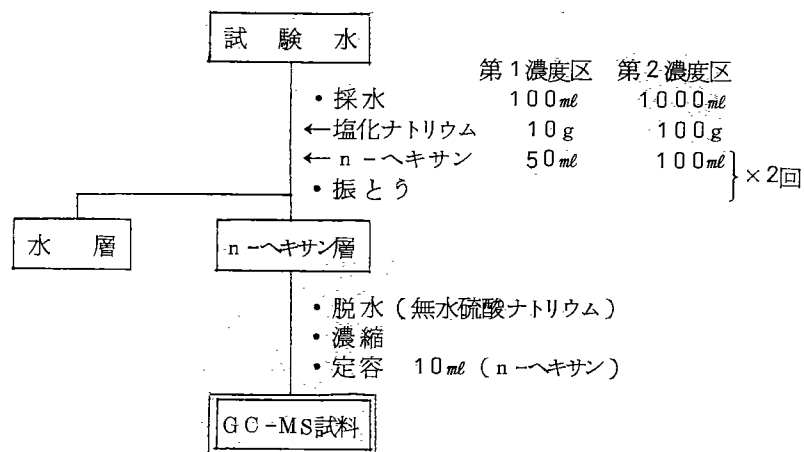
*4 カラムクロマトグラフの条件

クロマト管 20 mm φ, ガラス製
 充てん剤 3%含水塩基性アルミナ10g (ウエルム社製)
 (n-ヘキサンで充てん)

分画法: 第1画分 n-ヘキサン 100 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 (供試物質 10 μg 添加)

ピーク	第1区	第2区
ピークA	91.3%	93.8%
ピークB	91.1%	94.1%
ピークC	83.9%	87.5%

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-2a 供試物質の濃縮倍率

	ピーク	1 W	2 W	4 W	6 W	7 W	8 W
第1濃度区	A	2860 1800	3230 3110	5600 6860	5760 5690	6590 7460	8400 4310
	B	3560 1540	3100 3480	6090 6940	5490 4550	4860 6530	6930 3470
	C	3090 1660	3340 3480	6050 6810	6000 5490	5690 8240	8500 4410
第2濃度区	A	1670 3440	3310 3060	2680 4200	4680 3130	6260 5040	3780 5710 1470
	B	1700 2610	2450 2650	1620 2950	4210 1860	3900 5770	4260 2980 919
	C	1760 3390	3270 3290	2100 4020	4350 2450	5190 5370	4420 4310 1240

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。

$$\text{精度よく定量できる範囲} = \frac{E}{\frac{G}{100} \times \frac{H}{I \times J}}$$

$$\text{検出限界の範囲} = \frac{F}{\frac{G}{100} \times \frac{H}{I \times J}}$$

ここで E・精度よく定量できる濃度 (ppm)

F・検出限界の濃度 (S/N=2) (ppm)

G・回収率 (%)

H・魚体重 : 30 g

I・最終液量 : 10 ml

J・分取比 : 1

各ピークに対する E, F 及び G の値はそれぞれ次のように与えられる

ピーク	E: 精度よく定量できる濃度 (ppm)	F: 検出限界 (ppm)	G: 回収率 (%)
A	0.82	0.05	96.0
B	0.70	0.04	95.8
C	2.3	0.13	99.0

よって精度よく定量できる範囲及び検出限界の範囲は次表の通りである。

	ピーク	魚体中濃度 (ppm)	濃縮倍率
精度よく定量できる範囲	A	0.28 以上	第1区 3.4 以上 第2区 49 以上
	B	0.24 以上	第1区 3.0 以上 第2区 4.1 以上
	C	0.77 以上	第1区 8.5 以上 第2区 13.0 以上
検出限界の範囲	A	0.02 以下	第1区 0.2 以下 第2区 3.0 以下
	B	0.01 以下	第1区 0.2 以下 第2区 2.4 以下
	C	0.04 以下	第1区 0.5 以下 第2区 7.1 以下

表-2b 加重平均濃縮倍率

	1 W	2 W	4 W	6 W	7 W	8 W
第1濃度区	3200 1670	3190 3330	5880 6890	5680 5170	5700 5170	7780 3960
第2濃度区	1700 3070	2930 2920	2130 3630	4430 2480	5070 5410	4090 4310 1200

計算方法

$$\text{加重平均} = \frac{\sum X_i C_i}{\sum X_i}$$

ここで X_i : i 成分の組成比

C_i : i 成分の濃縮倍率

供試物質中各成分の組成比は次の通りである。

A : 41.3%

B : 43.3%

C : 15.4%

なお、水槽濃度実測値の加重平均は表-15を参照。

5. 備 考

水槽濃度の低下について

供試物質（K-521, イソプロピルデカリン）は揮散性が予測されたため、揮発性化学物質用濃縮度試験装置を使用した。本試験期間中第2濃度区において著しい濃度低下（設定値の約5～6割）がみられた。そこで空試験（魚なし）のランニング試験を行い、原液タンク中・水槽入口及び水槽中の濃度を測定したところ、原液タンク中では95%以上保持されているが、水槽入口で約80%、水槽中で70%程度しか保持されていないことがわかった。また第2濃度区（設定濃度10ppb）でのみ著しい濃度低下が起っていることから、供試物質濃度が非常に低いために流路中における揮散によって水槽濃度が低下したものと予想される。

以 上