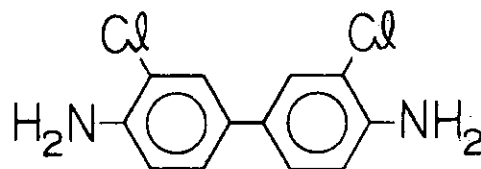


濃 縮 度 試 験 報 告 書

1. 試 料 名 3,3'-ジクロロベンジジン
(試料名 K-575)

構 造 式



同 定 GC-MS スペクトル (図-15 参照)

性 状

外 観 灰褐色粉末

融 点 133℃ (試薬資料による)

純 度 98% 以上 (一級試薬使用)

分配係数 (n-オクタノール/水)

$\log P_{ow} = 3.56$ (振とう法による)

溶 解 性 対水 10 ppm 以下 (TOC 計による)

対 アセトニトリル, クロロホルム,

ジクロロメタン, メタノール,

テトラヒドロフラン 1000 ppm 以上

2. 試 験 期 間 昭和57年2月10日~昭和57年7月22日

3. 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号
薬 発 第 615 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 T L m 試験

(a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.32g 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-40)

溶 解 法 (分散法)

供試物質 0.1g と HCO-40 2g をテトラヒドロフラン

(THF) に各々溶解した後混合し、THF を留去す

る。つぎに脱塩水を攪拌しながら徐々に加え全量を

1 L に定容し、100 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：1.8 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 = 4ml/分 : 800ml/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 10ppm(w/v)

第2濃度区用原液 1ppm(w/v)

(b) 試験魚

コイ 平均体重 24.1g

平均体長 9.9cm

平均脂質含量^{*3} 4.5%

*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-13及び14参照

(f) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は0.77ppm(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85.7%であり、水槽濃度の低下を10%と見込み、第2濃度区の水槽濃度を0.005ppm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

$$\frac{0.77}{\frac{1000}{5} \times \frac{85.7}{100} \times \frac{100-10}{100}} \approx 0.005 \text{ ppm になる}$$

設定値

(単位ppbw/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ppbw/v)

	2 W	4 W	6 W	8 W
第1濃度区	46.7	49.6	50.3	50.3
第2濃度区	3.93	4.03	4.29	4.43

3.2.2 分析条件

(a) 使用分析機器及び条件

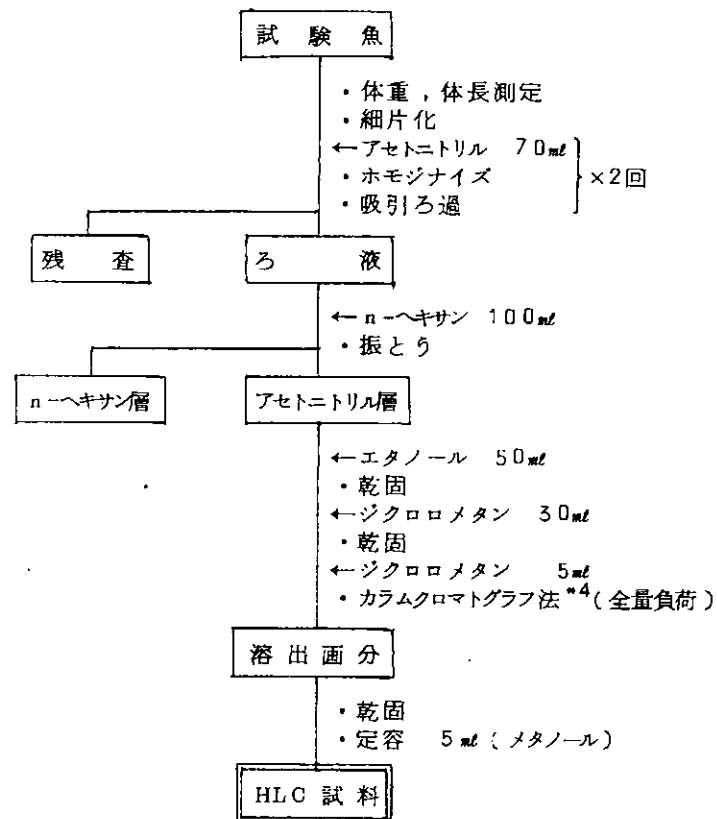
装置	高速液体クロマトグラフ 型-CBC組立
カラム	0.3 mm × 4 mm ϕ , ステンレス製
固定相	Unisil Q (ODS)
溶離液	75% メタノール/水 (v/v)
検出器	UV-VIS 分光光度計 286 nm
	型-UVIDEC-100

(b) 標準溶液の調製法

供試物質 0.1 g を精秤しメタノールに溶解後、全量を 100 ml に定容して 1000 ppm (w/v) の標準液を調製した。これをメタノー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 7.5 μ g 添加) 90.2 %

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。

*4 カラムクロマトグラフの条件

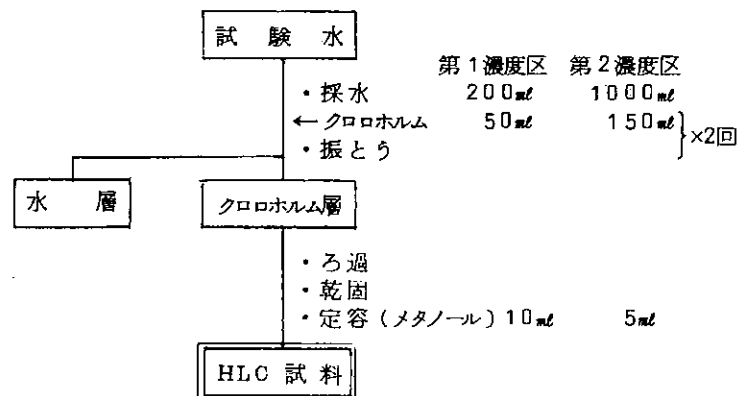
クロマト管 20 mm φ, ガラス製

充てん剤 5%含水 中性アルミナ 10g (ウエルム社製)
(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 50ml

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 94.7% (供試物質 10 μg 添加)

第2区 85.7% (供試物質 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
第1濃度区	43 58	103 169	73 100	99 82
第2濃度区	78 147	213 188	152 100	130 157

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	0.14 以上	第1区 2.8 以上 第2区 3.2 以上	$\frac{A}{100} \times \frac{D}{E \times F}$
参考値の範囲	0.01~0.14	第1区 0.2~2.8 第2区 2.1~3.2	
検出限界の範囲	0.01 以下	第1区 0.2 以下 第2区 2.1 以下	$\frac{B}{100} \times \frac{D}{E \times F}$

A・精度よく定量できる濃度 = 0.77 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 : 90.2% E・最終液量 : 5ml

D・魚体重 : 30 g F・分取比 1

以上