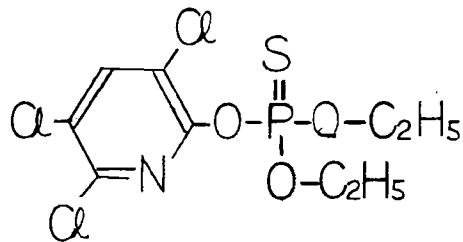


濃縮度試験報告書

1. 試料名 (試料名 K-325)
O,O'-ジエチル-O-(3,5,6-トリクロロ-2-ピリジル)ホスホロチオエート

分子式 $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$ 分子量 : 349

構造式



同定 MSスペクトル(図-2.1参照)

性状 外観 白色結晶状 融点(℃) 42.0~43.5

溶解性 対水-約1 ppm

対n-ヘキサン,ベンゼン,クロロホルム,アセトン
メタノールに易溶

(提示資料による)

2. 試験期間 昭和53年8月28日~昭和54年2月25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0.19g 塩化第二水銀検定合格魚*

*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と硬化ヒマシ油(HCO-40)0.5gをアセトン
30mlに溶解した後、ロータリーエバポレーターにてアセトン
を留去する。つぎに水を加えて全量を1lにし、100 ppm
(W/V)の原液を調製した。

(c) 試験温度

25±2℃

(d) 試験結果

48時間 T L m 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 100 l

流量 576 l/日

原液：希釈水 = 4 ml/分 : 400 ml/分

(b) 試験魚

コイ 平均体重 25 g

平均体長 10 cm

(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) 溶解法（分散剤及び分散法）

3.1 (b) に同じ

(e) 試験温度

25 ± 2℃

(f) 水槽中の溶存酸素量

図－18 及び 19 参照

(g) 水槽濃度

設定理由

精度よく定量できる濃度は約 60 ppb（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 92.0 % であり、予備飼育¹⁴14 日間の結果より水槽濃度の低下を 40 % と見込み第 2 濃度区の水槽濃度を 1.0 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

$$\frac{60}{100 \times \frac{92}{100} \times \frac{60}{100}} \div 1.09 \text{ ppb になる。}$$

設定値（単位 ppb W/V）

	供 試 物 質	分 散 剤 HCO 40
第 1 濃度区	10	50
第 2 濃度区	1	5

実測値

表－1 濃縮倍率を求めるための平均濃度（ppb W/V）

	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W
第 1 濃度区	7.30	6.55	6.44	6.63	6.55
第 2 濃度区	0.652	0.663	0.679	0.675	0.655

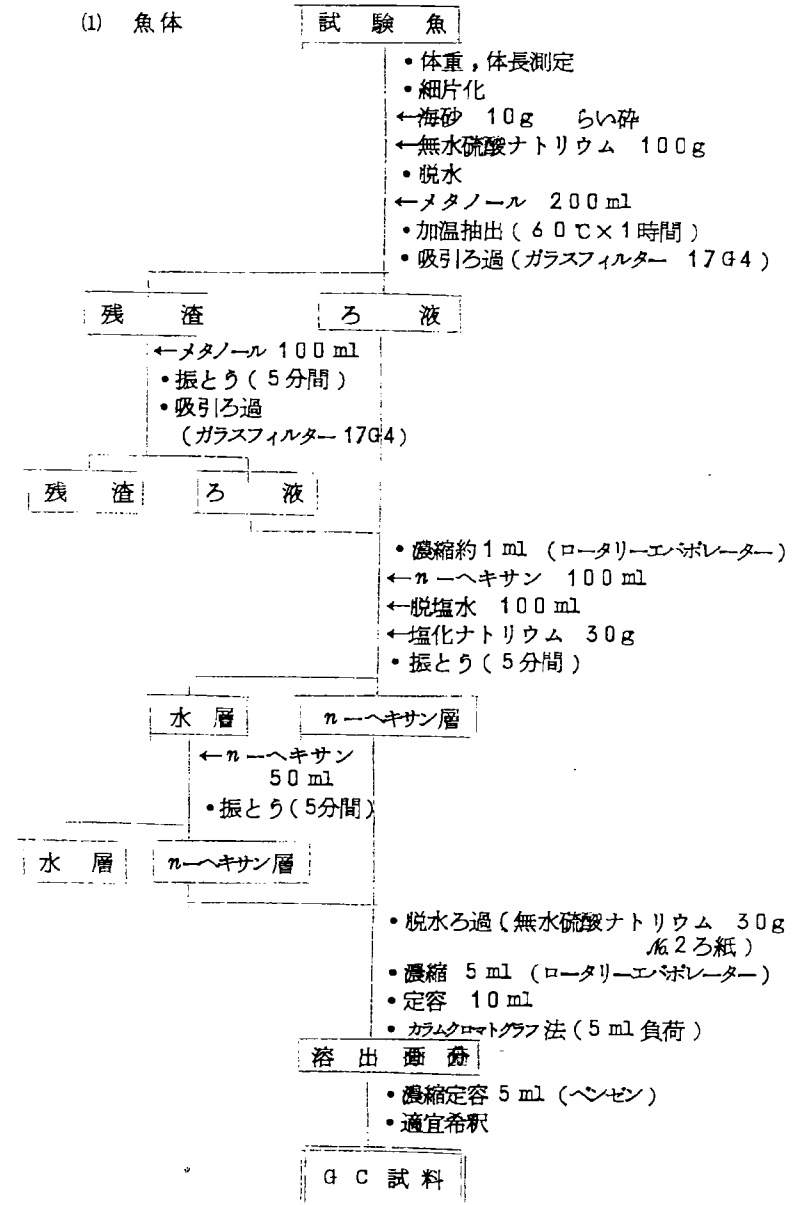
3.2.2 分析条件

(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 GC 20K
カ ラ ム	7% OV-17/クロモソルブ W AW-DMCS
(固 定 相)	80-100 メッシュ
(液 相)	1 mm × 2 mm ∅ ガラス
カラム温度	216 °C
キャリアガス	N ₂
検 出 器	E C D

(b) 分析試料の前処理

(1) 魚体



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 3%含水シリカゲル 10g (和光製 ワコーゲル C-200)
(*n*-ヘキサンで充てん)

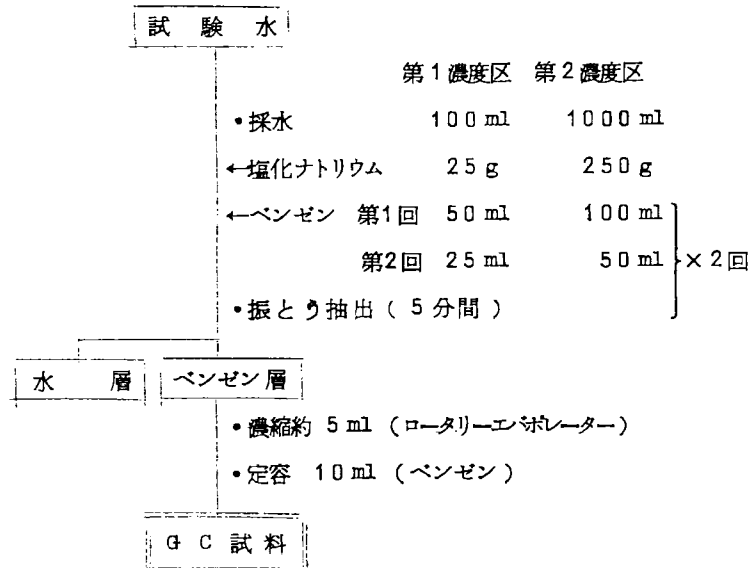
分画法: 第1画分 *n*-ヘキサン:ベンゼン (4:1) 50 ml

第2画分 " (3:2) 20 ml

第3画分 " (3:2) 25 ml

供試物質は第3画分に溶出する。

(2) 試験水



4. 試験結果

4.1 供試魚の状態

外観観察結果: 第1濃度区において25尾中5尾斃死、残り20尾は全て異常であった。

(X線写真-A, B及びC参照)

4.2 濃縮度試験の結果

表-2 供試物質の濃縮倍率

	(×10 ²)				
	1 W	2 W	4 W	6 W	8 W
第1濃度区	8.64	17.0	18.2	16.5	14.9
	9.57	22.1	17.8	28.8	8.53
第2濃度区	1.77	3.13	1.20	0.941	2.06
	0.490	4.93	2.85	0.736	0.671

4.3 魚体中の供試物質の確認

魚体中に濃縮された化学物質の同定をGC-MSにより行った。

(確認のための試料としては、魚体8週目第1濃度区-aを用いた。)

結果を図-19~21に標準スペクトルと併せ示す。

これらの結果より、魚体中に濃縮された化学物質は供試物質そのものであることが確認された。

4.4 魚体部位別試験

8週間目の試験魚を2尾づつまとめて頭部，外皮（頭部を除く皮，うろこ，ひれ，消化管，えら），内臓（消化管以外の臓器），可食部（上記の部分を除いた残部）に大別し、各重量を測った後分析を行った。分析法は本試験の分析法に準ずる。

表－3 部 位 別 試 験 結 果

		供試物質濃度 (ppm)	供試物質重量比 (%)	部位別重量比 (%)
第1濃度区	可食部	9.33	26.6	46.9
	頭 部	33.6	60.4	29.6
	外 皮	6.20	6.92	18.3
	内 臓	19.1	5.98	5.14
第2濃度区	可食部	1.32	26.8	53.6
	頭 部	6.82	65.1	25.0
	外 皮	0.897	5.42	16.0
	内 臓	1.50	3.09	5.46

4.5 排泄性試験

8週間の試験終了後、正常水（供試物質及び分散剤を含まない水）による排泄性試験を行った。

（試験水槽 100 l，流水量 400 ml/min）

8週間目の試験魚中の供試物質濃度の平均（2尾）を100として、1，3，7日目の試験魚中の供試物質の残留率を示した。

表－4 残 留 率 (%)

	1 日 目	3 日 目	7 日 目
第1濃度区	11.9	81.0	18.8
	12.1 (12.0)	80.5 (80.8)	0.371 (9.59)
第2濃度区	10.8	49.5	25.5
	10.5 (59.3)	17.5 (33.5)	9.23 (17.4)

4.6 濃縮倍率について

試験完了後、第1濃度区と第2濃度区との間に濃縮倍率の水槽濃度依存が認められた。

又第1区（10 ppb）の試験魚には異状（背骨湾曲症）が認められた。

この症状によって濃度依存性の傾向が生じたかどうかを確認するため、さらに水槽濃度を5 ppb及び0.2 ppbに設定し、2週間の参考試験を実施した。

5. 参考試験

試験方法及条件については、一部分を除き本試験と同じであるため異なる部分のみ記載し、同じ内容については省略する。

5.1 濃縮度試験

(a) 溶解法

供試物質 10 mg を水 20 l に加えて一夜攪拌し、500 ppb 原液 * を調製した。

* 原液の濃度は GC (ECD) で測定した。

(b) 水槽中の溶存酸素量 (参考図 - 8 , 9)

(c) 水槽濃度

設定値 (単位 ppb W/V)

	供 試 物 質
第 1 濃度区	5
第 2 濃度区	0.2

実測値

参考表 - 1 濃縮倍率を求めるための平均濃度 (単位 ppb W/V)

	2 W
第 1 濃度区	3.49
第 2 濃度区	0.144

(d) 試験結果

(1) 供試魚の状態

外観観察結果：第 1 濃度区において (5 ppb) 20 尾全て異常であった。

(2) 濃縮度試験の結果

参考表 - 2 供試物質の濃縮倍率

	2 W
第 1' 濃度区	787 1120 1080
第 2' 濃度区	184 358 265

6. 考 察

10 ppb 濃度区では試験魚の異状が認められたが、この症状により濃度依存性の傾向が生じたかどうかを確認するため、さらに水槽濃度を 5 ppb 及び 0.2 ppb に設定し 2 週間の参考試験を実施した。

その結果 5 ppb 濃度区では魚の異常が認められた。又水槽濃度が低くなるに従って濃縮倍率が低くなる傾向が見られた。(参考図 - 10 参照)

なお、10 ppb 以上の濃度区での試験は魚の健全性を保つ上で無理があると考えられ正常な試験はできないと思われる。

低濃度区の試験魚は外観的には異常は認められなかったが、生理機能が阻害を受けている可能性が考えられる。

以 上