環境庁殿

# 最 終 報 告 書

ジクロロブロモメタンのオオミジンコ(Daphnia magna)に対する急性遊泳阻害試験

(試験番号:91507)

1996年3月28日作成

## 陳 述 書

財団法人 化 学 品 検 査 協 会 化学品安全センター 久留米研究所

試験委託者: 環境庁

表 題: ジクロロブロモメタンのオオミジンコ (Daphnia magna)に対する

急性遊泳阻害試験

試験番号: 91507

上記試験は契約書別添 2「生態影響試験実施に関する基準」(平成7年9月26日)に準拠 したものである。

/986年 3月28日

運営管理者

## 信頼性保証書

財団法人 化 学 品 検 査 協 会 化学品安全センター 久留米研究所

試験委託者: 環境庁

表 題: ジクロロブロモメタンのオオミジンコ (Daphnia magna) に対する

急性遊泳阻害試験

試験番号: 91507

本試験は試験計画書及び標準操作手順書に従って実施され、本報告書には試験に使用した方法、手順が正確に記載されており、試験結果は生データを正確に反映していることを下記の通り確認した。

監査又は査察内容	実 施 日	報告日(選管階)	報告日(談覧者)
試験計画書監査	1996年 1月18日	1996年 1月18日	1996年 1月18日
試験実施状況査察	1996年 1月19日	1996年 1月23日	1996年 1月23日
試験計画書の変更監査	1996年 3月13日	1996年 3月13日	1996年 3月13日
最終報告書監査	1996年 3月28日	1996年 3月28日	1996年 3月28日

1996年 3月28日

信頼性保証部門責任者:

## 試験実施概要

#### 1. 表 類

ジクロロブロモメタンのオオミジンコ(Daphnia magna)に対する急性遊泳 阻害試験

## 2. 試験目的

ジクロロブロモメタンについて、オオミジンコ(Daphnia magna)に対する急性 遊泳阻害試験を行い、24及び48時間後の50%遊泳阻害濃度(EiC50)及び最大 無作用濃度(NOECi)を求める。

#### 3. 試験方法

本試験は、OECD化学品テストガイドラインNo.202「ミジンコ類、急性遊泳阻害試験及び繁殖試験」(1984年)に準拠した。

## 4. 適用GLP

本試験は契約書別添2「生態影響試験実施に関する基準」(平成7年9月26日)に 準拠した。

## 5. 試験委託者

名 称:

環境庁

住 所:

〒100 東京都千代田区霞が関一丁目2-2

## 6. 試験受託者

名 称:

財団法人 化学品検査協会

所在地:

〒136 東京都江東区亀戸5-6-21

#### 7. 試験施設

名 称:

化学品安全センター 久留米研究所

所在地:

〒830 福岡県久留米市中央町19-14

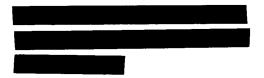
運営管理者:

#### 8. 試験関係者

試験責任者

## 試験担当者

生物試験担当 分析担当 データ処理担当



試資料管理部門責任者

## 9. 最終報告書の承認

1996年3月28日

:名\_\_\_\_

試験責任者

## 10. 試験期間

試験開始日

1996年1月18日

試験終了日

1996年3月28日

暴露期間

1996年1月18日~1996年1月20日

#### 11. 保 管

試験計画書、生データ、記錄文書、最終報告書及び被験物質は、最終報告書作成後10年間、財団法人 化学品検査協会 化学品安全センター 久留米研究所の保管施設に保管する。その後の保管については試験委託者と協議のうえ決定する。

## 目 次

		頁
要	旨	······································
1.	被験	物質2
	1.1	名称、構造式及び物理化学的性状2
	1.2	被験物質の確認及び保管条件下での安定性3
2.	供試	生物3
3.	親鴙	方法
	3.1	試験条件 4
	3.2	希釈水4
	3.3	試験容器及び恒温槽等4
	3.4	試験濃度の設定4
	3.5	試験液の調製
	3.6	試験液の分析
	3.7	試験操作5
	3.8	数値の取扱い5
4.	結界	leの算出6
5.	結界	- - - - - - - - - - - - - - - - - - -
	5.1	試験成績の信頼性に影響を及ぼしたと思われる環境要因6
	5.2	試験液中の被験物質濃度6
	5.3	半数遊泳阻害濃度(EiC50)6
	5.4	最大無作用濃度 (NOECi)及び100%阻害最低濃度 ······· 6
	5.5	試験液の水温、溶存酸素濃度及びpH7
	5.6	試験液の状態7
		•
Table	1~1	78~13
Figur	e I	14
付属	資料	-1 希釈水の水質
付属	資料	-2 試験液の分析方法及び分析チャート

#### 要 旨

#### 試験委託者

環境庁

## 表 題

ジクロロブロモメタンのオオミジンコ(Daphnia magna)に対する急性遊泳阻害試験

## 試験番号

91507

#### 試験方法

本試験は、OECD化学品テストガイドラインNo.202「ミジンコ類、急性遊泳阻害試験 及び繁殖試験」(1984年)に準拠して実施した。

1) 被験物質: ジクロロブロモメタン

2) 供試生物: オオミジンコ(Daphnia magna)

3) 生物数: 20頭/1試験区(1連につき5頭で1試験区20頭)

4) 暴露期間: 48時間

5) 暴露方式: 半止水式(24時間後に試験液の全量を交換)

6) 試験濃度: 70,38.9,21.6,12.0,6.67,3.70 mg/L(濃度公比:1.8)及び対照区

7) 連 数: 1試験区につき4連

8) 試験液量: 約250 mL/容器×4容器/1試験区

9) 水 温: 20±1℃

10) 照 明: 16時間明/8時間暗

11) 試験液中の被験物質の分析: ヘッドスペースガスクロマトグラフィー(HS-GC) (暴露開始時、換水前)

#### 結 果

1) 24時間暴露後の結果

24時間半数遊泳阻害濃度(EiC50)= 36.2 mg/L (95%信頼区間: 21.6 ~ 70.0 mg/L)

2) 48時間暴露後の結果

48時間半数遊泳阻害濃度(EiC50) = 29.0 mg/L (95%信頼区間 :  $25.5 \sim 32.9 \text{ mg/L}$ ) 最大無作用濃度(NOECi) = 12.0 mg/L

100%阻害最低濃度= 70 mg/L

(上記濃度は、全て設定値に基づく値)

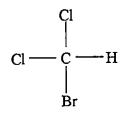
## 1. 被験物質

本報告書においてジクロロブロモメタンは、次の名称及び品質等を有するものとする。被験物質に関する情報については供給者提供の添付資料等によった。

## 1.1 名称、構造式及び物理化学的性状

1) 名 称: ジクロロブロモメタン (CAS番号 75-27-4)

2) 構造式:



3) 分子式: CHBrCl<sub>2</sub>
 4) 分子量: 163.83 \*\*

5) 比 重: 1.9836 (20℃/20℃) \*1

6) 外 観: 無色透明液体 #1

7) 安 定 性: 不明

8) 1-オクタノール/水分配係数(logP): 1.88 #2

9) pKa : 不明

10) 水への溶解度: 不溶 #2

11) 蒸 気 圧: 50 mmHg (20℃)<sup>#2</sup>

12) 純度及び不純物: 含量(ガスクロマトグラフ法) 96.5% #1

不純物 エタノール 0.7%#1

13) ロット番号: FLB01

14) 供給者:

15) 供給量: 125g(25g×5本)

16) 入 手 日: 1995年12月1日

## 情報源

#1: 供給者提供の添付資料

#2: 環境庁環境化学物質研究会編「環境化学物質要覧」(丸善) 1988.

#### 1.2 被験物質の確認及び保管条件下での安定性

被験物質は当研究所の冷蔵庫に保管した。

入手した被験物質について赤外吸収スペクトルを測定し、被験物質の特性と 矛盾が認められないことを確認した。暴露終了後にも同様にスペクトルを測定 し、暴露開始前に測定したスペクトルと比較した結果、スペクトルに変化は 無かったことより被験物質は当研究所の冷蔵庫に保管中は安定であったと判断 された。

#### 2. 供試生物

試験には生後 24時間令以内のオオミジンコ(Daphnia magna)の幼体を用いた。本種は、U.S. EPA Environmental Research Laboratory, Duluthより入手したものを、当研究所において継代飼育しているものである。また、基準物質(重クロム酸カリウム、試薬特級)の48時間EiC50は 0.283 mg/Lであった。

## 供試する幼体を得るためのミジンコの飼育方法

継代飼育している2~4週令のミジンコを供試ミジンコの親とした。成熟し 幼体を生むようになったら少なくとも、試験前日に幼体を除去する。ただし、 死亡個体の多いバッチ、休眠卵や雄が生じたバッチのミジンコは使用しなかっ た。

1) 飼育水: 希釈水(3.2参照)

2) 飼育密度: 10頭/0.8 L飼育水

3) 水 温: 20±1℃

4) 照 明: 室内光、16時間明/8時間暗

5) 餌 : 単細胞緑藻類(Chlorella vulgaris)

藻類培養液を遠心操作により、希釈水に置換して給餌した。

6) 給 餌 量: ミジンコ1頭当たり Chlorella vulgarisを0.1~0.2 mgC(有機炭素

含量)/日の割合で与えた。この範囲でミジンコの成育段階に

応じて段階的に餌の量を変えて与えた。

#### 3. 試験方法

## 3.1 試験条件

1) 暴露方式: 被験物質を含む試験液へ試験生物を暴露する薬浴方式を用いた。

試験は密閉・半止水式(24時間後に換水)で行った。

2) 暴露期間: 48時間

3) 連 数: 1試験区につき4連

4) 生物数: 20頭/1試験区(1連につき5頭で1試験区20頭)

5) 試験液量: 約 250 mL/容器×4 容器/1 試験区

6) 水 温: 20±1℃

7) 照 明: 室内光、16時間明/8時間暗

8) 給 餌: 無給餌

#### 3.2 希釈水

脱塩素水道水(久留米市水道水を活性炭処理し、残留塩素等を除去したもので、充分通気した)を使用した。希釈水の主な水質として、硬度は 35.5 mg/L(CaCO3 換算)、pH は 6.9 であった。希釈水使用時にはオルトトリジン法によって残留塩素濃度が 0.02 mg/L以下であることを確認した。

[付属資料-1]

#### 3.3 試験容器及び恒温槽等

1) 試験容器: 250 mL 容腰高シャーレを用いた。また、密閉にするための蓋 として時計皿を用いた。

2) 恒 温 槽: 加温冷却機によって試験容器内の水温を 20±1℃に維持する 恒温槽を用いた。

3) 水 温 計: 検定済みガラス製棒状温度計

4) pH 計: ガラス電極式水素イオン温度計 HM-14P型(東亜電波工業)

5) 溶存酸素計: 溶存酸素計 58型(Yellow Springs Instrument Co., Inc.)

## 3.4 試験濃度の設定

本試験に先立って行った予備試験の結果では 50 mg/L で 100%遊泳阻害、8.57 mg/L で無影響と考えられたので、試験濃度は 70 mg/L を最高濃度として濃度公比 1.8 で 6 濃度区(70,38.9,21.6,12.0,6.67 及び 3.70 mg/L)を設定した。対照には希釈水のみの対照区を設けた。

#### 3.5 試験液の調製

必要量の被験物質を希釈水に添加し〔比重(1.98)換算し、容量で添加〕、マグネティックスターラーを用いて攪拌を行い、希釈水に溶解させて調製した。 これを4個の試験容器に分割した。各濃度区での添加量を以下に示す。

濃度区(mg/L)	70	38.9	21.6	12.0	6.67	3.70
1 L当たりの添加量(μL)	35.4	19.6	10.9	6.06	3.37	1.87

#### 3.6 試験液の分析

暴露開始時及び換水前(暴露開始後24時間)に各試験区の4容器の中層より試験液を等量採取して混合した後、HS-GCにより分析した。試験液の分析に際しては、試料測定毎に標準溶液(濃度5.0 mg/L)の測定を行い、そのピーク面積比から定量した。詳細は付属資料-2に示した。

#### 3.7 試験操作

試験液の水温、溶存酸素濃度(D.O.)、pH を測定後、供試ミジンコを投入し、その時点を暴露開始時とした。先端が比較的広口のガラスピペットを用いて供試ミジンコを投入した。その際、試験液量に対して、ピペット内の飼育水は全量で1%以内を目安とした。24 時間後にミジンコを新しい試験液に移しかえ、48 時間まで暴露した。

暴露開始 24及び 48時間後にミジンコの遊泳阻害数の観察を行った。試験容器を穏やかに動かした後、15秒間泳げない場合、遊泳阻害されたとみなした(ただし、遊泳とは水中を泳げることを意味し、水底を這って動くものは阻害に含めた。また、正常な遊泳でない場合でも15秒間に1回でも水中を遊泳した場合は、阻害に含めなかった)。

水温、D.O.、pH は、暴露開始時、24 時間及び48 時間後に、全試験区(ただし、各1試験容器、換水前後)の試験液について測定した。

#### 3.8 数値の取扱い

数値の丸め方は、JIS Z 8202-1985 参考 3 規則 A によった。

## 4. 結果の算出

各濃度区でのミジンコの遊泳阻害数と供試個体数(20 頭)から遊泳阻害率(%)を 算出し、Probit 法及び Binomial 法により半数遊泳阻害濃度(EiC50)を算出した。 また、その 95%信頼限界も示した。

ミジンコが遊泳阻害を受けない最高濃度を最大無作用濃度(NOECi)とした。 全てのミジンコが遊泳阻害を受ける最低濃度を100%阻害最低濃度とした。 なお、被験物質の測定濃度が設定値の±20%以内であったので、結果の算出 には設定値を用いた。

#### 5. 結果及び考察

5.1 試験成績の信頼性に影響を及ぼしたと思われる環境要因 該当する要因はなかった。

#### 5.2 試験液中の被験物質濃度

暴露開始時及び換水前(暴露開始後 24 時間)に試験液中の被験物質濃度を測定した。暴露開始時の被験物質濃度は  $3.36 \sim 62.0 \, \text{mg/L}$ (設定値  $3.70 \sim 70 \, \text{mg/L}$ )であり、設定値に対する割合は  $87.6 \sim 97.6\%$ であった。換水前の被験物質濃度は  $3.31 \sim 62.0 \, \text{mg/L}$  であり、設定値に対する割合は  $82.5 \sim 93.6\%$ であった。いずれの測定値もほぼ設定どおりであった。

[Table 1(p.8), 付属資料-2]

#### 5.3 半数遊泳阻害濃度(EiC50)

ジクロロプロモメタンの設定濃度に基づく 24 時間の半数遊泳阻害濃度(EiC50) は 36.2 mg/L であり、その 95%信頼区間は  $21.6 \sim 70.0$  mg/L であった。また、 48 時間の半数遊泳阻害濃度(EiC50)は 29.0 mg/L であり、その 95%信頼区間は  $25.5 \sim 32.9$  mg/L であった。対照区の遊泳阻害率は 0 %であった。

[Table 3(p.10), Figure 1(p.14)]

#### 5.4 最大無作用濃度(NOECi)及び 100%阻害最低濃度

ジクロロブロモメタンに 48 時間暴露したミジンコの遊泳阻害における最大無作用濃度(NOECi)は 12.0 mg/L(設定濃度)であったが、この濃度区では遊泳阻害には至らなかったものの活動度の低下が約半数認められた。対照区と比較し何等影響が認められなかった最高濃度は 6.67 mg/L であった。100%阻害最低濃度は 70 mg/L(設定濃度)であった。

[Table 4(p.10), Figure 1(p.14)]

## 5.5 試験液の水温、溶存酸素濃度及び pH

48 時間の暴露期間中の水温は  $20.0\sim 20.5$  であった。暴露期間中の溶存酸素 濃度は  $8.7\sim 9.0$  mg/L であり、全ての試験容器で飽和溶存酸素濃度の 60%以上であった。暴露期間中の pH は  $7.82\sim 7.90$  であった。

(20.0℃の飽和溶存酸素濃度:8.84 mg/L)

[Table 5,6,7(p.11 $\sim$ 13)]

## 5.6 試験液の状態

調製時の試験液は無色透明で、その状態は換水時まで保たれていた。

以 上

Table 1. Concentrations of dichlorobromomethane in acute immobilization test using *Daphnia magna* under semi-static conditions

Nominal concentration	Observed concentration (mg/L) (Percent of nominal)			
_			1)	
(mg/L)	0-hour <sup>a)</sup>	24-hour <sup>b)</sup>	Mean <sup>c)</sup>	
Control	0	0	-	
3.70	3.36	3.31	3.33	
	(90.8)	(89.4)	(90.0)	
6.67	6.51	6.16	6.33	
	(97.6)	(92.4)	(94.9)	
12.0	10.5	9.90	10.2	
	(87.6)	(82.5)	(85.0)	
21.6	21.1	19.8	20.4	
	(97.5)	(91.7)	(94.4)	
38.9	36.4	36.4	36.4	
	(93.6)	(93.6)	(93.6)	
70	62.0	62.0	62.0	
<u> </u>	(88.6)	(88.6)	(88.6)	

a) fresh solutions

c) The values are expressed as time-weighted means calculated by the following equation:

 $(C_0-C_{24})/(LnC_0-LnC_{24})$ 

where

 $C_0$ : the observed concentration at 0-hour

 $C_{24}$ : the observed concentration at 24-hour

 $LnC_0$ : the natural logarithm of  $C_0$  $LnC_{24}$ : the natural logarithm of  $C_{24}$ 

b) expired solutions

Table 2. Immobility of Daphnia magna exposed to dichlorobromomethane

Nominal concentration		Cumulative number of immobilized Daphnia (Percent immobility)			
(mg/L)	24-hour	48-hour			
Control	0 ( 0)	0 ( 0)			
3.70	0 ( 0)	0 ( 0)			
6.67	0 ( 0)	0 ( 0)			
12.0	0 ( 0)	0 ( 0)			
21.6	0 ( 0)	1 ( 5)			
38.9	12 ( 60)	19 ( 95)			
70	20 (100)	20 (100)			

The values include dead Daphnia.

Table 3. Calculated EiC50 values for *Daphnia magna* exposed to dichlorobromomethane based on nominal concentrations

Exposure time (hour)	EiC50 (mg/L)	95-Percent confidence limits (mg/L)	Statistical method
24	36.2	21.6 ~ 70.0	binomial
48	29.0	25.5 ~ 32.9	probit

Table 4. No observed effect concentration (NOECi) of dichlorobromomethane and its lowest concentration in 100% immobility based on nominal concentration

Exposure time (hour)	No observed effect concentration (NOECi) (mg/L)	Lowest concentration in 100% immobility (mg/L)
24	21.6	70
48	12.0	70

Table 5. Temperature of media during 48-hour semi-static exposure of *Daphnia magna* to dichlorobromomethane

Nominal concentration			Temperature (°C)	
(mg/L)		0-hour	24-hour	48-hour
Control	new	20.3	20:0	
***************************************	old		20.3	20.4
3.70	new	20.3	20.0	
	old		20.3	20.4
6.67	new	20.3	20.0	
•••••	old		20.3	20.5
12.0	new	20.3	20.0	
***************************************	old		20,3	20.5
21.6	new	20.3	20.0	
************************************	old		20.3	20.5
38.9	new	20.2	20.0	
*******************************	old		20.4	20.5
70	new	20.2	20.0	
	old		20.4	20.5

new: freshly prepared test solutions

old: test solutions after 24 hours exposure

Table 6. Dissolved oxygen concentrations of media during 48-hour semi-static expo of *Daphnia magna* to dichlorobromomethane

Nominal concentration		Disso	lved oxygen concent (mg/L)	ration
(mg/L)		0-hour	24-hour	48-hour
Control	new	9.0	9.0	
***************************************	old		8.9	8.7
3.70	new	9.0	9.0	
***************************************	old		8.9	8.7
6.67	new	9.0	9.0	
********************************	old		8.9	8.7
12.0	new	9.0	9.0	
************************************	old		8.9	8.7
21.6	new	9.0	9.0	***************************************
**************************************	old		8.9	8.7
38.9	new	9.0	9.0	***************************************
***************************************	old		8.9	8.7
<b>7</b> 0	new	9.0	9.0	***************************************
	old		8.9	8.7

new: freshly prepared test solutions

old: test solutions after 24 hours exposure

Table 7. pH values of media during 48-hour semi-static exposure of *Daphnia magna* to dichlorobromomethane

Nominal concentration			pН	
(mg/L)		0-hour	24-hour	48-hour
Control	new	7.89	7.88	
	old		7.82	7.83
3.70	new	7.89	7.89	
	old		7.83	7.82
6.67	new	7.89	7.88	
	old		7.83	7.82
12.0	new	7.90	7.88	
	old		7.84	7.84
21.6	new	7.90	7.88	
	old		7.84	7.84
38.9	new	7.89	7.89	
	old		7.85	7.85
70	new	7.90	7.89	
-	old		7.85	7.86

new: freshly prepared test solutions

old: test solutions after 24 hours exposure

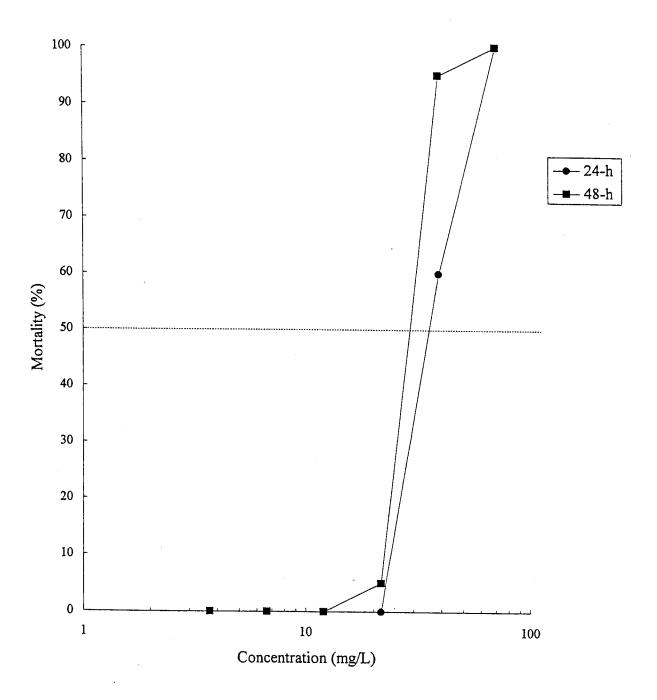


Figure 1. Concentration - toxicity curve of dichlorobromomethane in Daphnia magna.

付属資料-1

希釈水の水質 (全2頁)

Appendix 1. Water quality of dilution water

Parameter		Concentration 1995.Nov.28	Lower limit
nU		6.9	of detection
pH COD	(ma/L)	0.2	
	(mg/L)		
Coliform group bacteri		0	
•	(100mL)	0.02	
Total phosphorus	(mg/L)	0.03	0.0005
Total mercury	(mg/L)	N.D.	0.0005
Codmin	(mg/L)	N.D.	0.005
Cadmium	(mg/L)	N.D.	0.005
Zinc	(mg/L)	0.01	0.01
Lead	(mg/L)	N.D.	0.005
Aluminium	(mg/L)	N.D.	0.1
Nickel	(mg/L)	N.D.	0.01
Total chromium	(mg/L)	N.D.	0.02
Manganese	(mg/L)	0.13	0.01
Tin	(mg/L)	N.D.	0.5
Iron	(mg/L)	0.02	0.01
Cyanide	(mg/L)	N.D.	0.1
Free chlorine	(mg/L)	N.D.	0.01
Bromide ion	(mg/L)	N.D.	0.1
Fluoride	(mg/L)	N.D.	0.15
Sulfide ion	(mg/L)	N.D.	0.1
Ammonia nitrogen	(mg/L)	0.01	
Arsenic ·	(mg/L)	N.D.	0.002
Selenium	(mg/L)	N.D.	0.002
Evaporation residue	(mg/L)	118	
Electric conductivity	$(\mu \text{ S/cm})$	147	
Total hardness (as Ca	CO <sub>3</sub> )	35.5	
	(mg/L)		
Alkalinity	(mg/L)	21.0	
Sodium	(mg/L)	12.85	
Potassium	(mg/L)	3.55	
Calcium	(mg/L)	9.2	
Magnesium	(mg/L)	3.06	

Appendix 1. (continued)

Parameter		Concentration 1995.Nov.28	Lower limit of detection
1,2-Dichloropropane	(mg/L)	N.D.	0.006
Diazinon	(mg/L)	N.D.	0.0005
Isoxathion	(mg/L)	N.D.	0.0008
Fenitrothion (MEP)	(mg/L)	N.D.	0.0003
Isoprothiolane	(mg/L)	N.D.	0.004
Oxine cupper	(mg/L)	N.D.	0.004
Chlorothalonil (TPN)	(mg/L)	N.D.	0.004
Propyzamide	(mg/L)	N.D.	0.0008
EPN	(mg/L)	N.D.	0.0006
Dichlorvos (DDVP)	(mg/L)	N.D.	0.001
Fenobucarb (BPMC)	(mg/L)	N.D.	0.002
Iprobenfos (IBP)	(mg/L)	N.D.	0.0008
Chlornitrofen (CNP)	(mg/L)	N.D.	0.0005
Thiram	(mg/L)	N.D.	0.0006
Simazine (CAT)	(mg/L)	N.D.	0.0003
Benthiocarb	(mg/L)	N.D.	0.002
PCB	(mg/L)	N.D.	0.0005

N.D.: not detected

# 付属資料-2

試験液の分析方法及び分析チャート (全 11 頁) 試 験 名 : ミジンコ急性遊泳阻害試験

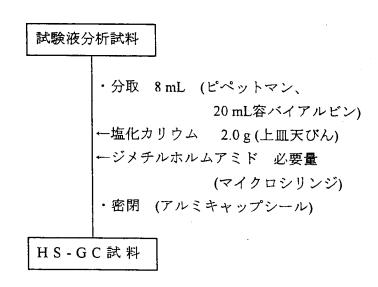
被験物質物質名 : ジクロロブロモメタン

## 1) 試験液の分析方法

## ① 試験液の前処理操作

混合した溶液は、そのまま若しくは蒸留水で希釈して、以下のフロースキームに従いヘッドスペース - ガスクロマトグラフィー(HS-GC)によって分析した。

フロースキーム



最終定容溶液中の被験物質濃度は、クロマトグラム上の被験物質のピーク 面積を濃度既知の標準溶液のピーク面積と比較し、比例計算して求めた。

## ② 被験物質溶液の調製

被験物質 100 mg を正確にはかりとり、ジメチルホルムアミドに溶解して 1,000 mg/L の被験物質溶液を調製した。これをジメチルホルムアミドで希釈して 10 及び 100 mg/L の被験物質溶液を調製した。

#### ③ 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 して行った。

20 mL 容バイアルビンに蒸留水 8 mL 及び塩化カリウム 2.0 g を添加した。これに 1,000 mg/L の被験物質溶液を 40  $\mu$  L 添加し、ただちにアルミキャップシールを行った後、塩化カリウムを溶解し、5.0 mg/L の標準溶液を調製した。

## 2) GCの分析条件

ヘッドスペース オートサンプラー条件

・機 器 PERKIN ELMER Head Space Sampler HS40

PERKIN ELMER 製

・サンプル加熱温度 80℃

·加 温 時 間 60分

·ニードル温度 140°C

・トランスファー温度 150℃

ガスクロマトグラフ条件

・機 器 HP5890 Series - II

HEWLETT PACKARD 製

・検 出 器 水素炎イオン化検出器 (FID)

• 検 出 器 温 度 250℃

・カ ラ ム NeutraBond-1 (0.25 mmID×50 m)

・カラム温度  $40^{\circ}$  (2 min)  $\rightarrow$  200 $^{\circ}$  (2 min)

·昇 温 速 度 10℃/min

・試料導入部温度 200℃

・キャリアーガス ヘリウム 160 kPa

· 水 素 1.2 Kg/cm<sup>2</sup>

·空 気 2.0 Kg/cm<sup>2</sup>

・スプリット比 1:50

・感 度 レンジ 1 V

## 3) 検量線の作成

1) ③の標準溶液の調製と同様にして5.0及び25.0 mg/Lの標準溶液を調製した。また、10及び100 mg/Lの被験物質溶液より、それぞれ0.20及び1.0 mg/L の標準溶液を調製した。これらを分析機器の定量条件に従って分析し、得られたそれぞれのクロマトグラム上のピーク面積と濃度により、検量線を作成した。

## Content of figure

- Figure 1. Calibration curve of dichlorobromomethane by GC analysis.
- Figure 2-1. Example of chromatogram.

  (standard solution of 5.0 mg/L, 0-hour)
- Figure 2-2. Example of chromatogram.

  (fresh test solution of 21.6 mg/L as nominal concentration, 0-hour)
  - Figure 2-3. Example of chromatogram.

    (fresh test solution of control, 0-hour)
  - Figure 2-4. Example of chromatogram. (standard solution of 5.0 mg/L, 24-hour)
  - Figure 2-5. Example of chromatogram.

    (expired test solution of 21.6 mg/L as nominal concentration, 24-hour)
  - Figure 2-6. Example of chromatogram.

    (expired test solution of control, 24-hour)

	Concentration	Peak area
Run	(mg/L)	(μV·sec)
1	0.20	1685
2	1.0	8303
3	5.0	42246
4	25.0	232582
120000 -		
	y = 9269 x r = 1.000	
0		

Figure 1. Calibration curve of dichlorobromomethane by GC analysis.

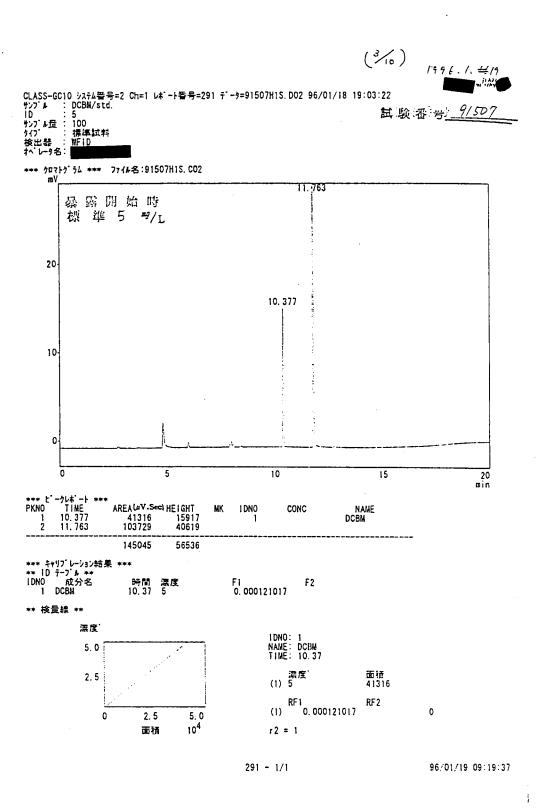
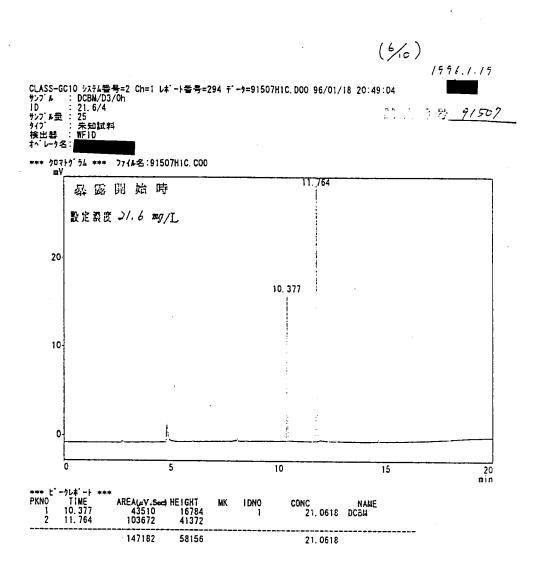


Figure 2-1. Example of chromatogram. (standard solution of 5.0 mg/L, 0-hour)

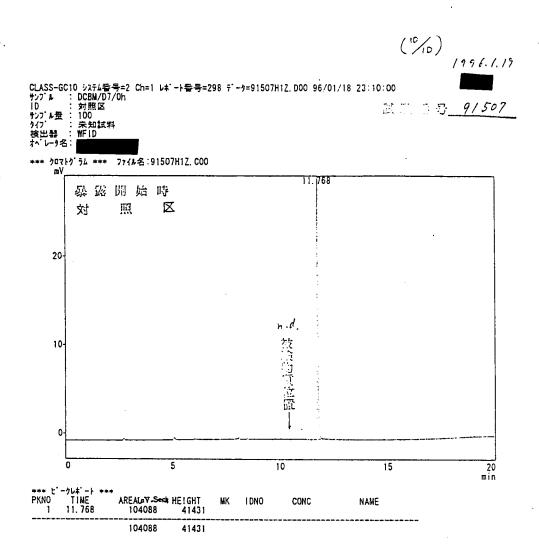


294 - 1/1

96/01/19 09:20:21

Figure 2-2. Example of chromatogram.

(fresh test solution of 21.6 mg/L as nominal concentration, 0-hour)



298 - 1/1 96/01/19 09:21:18

Figure 2-3. Example of chromatogram. (fresh test solution of control, 0-hour)

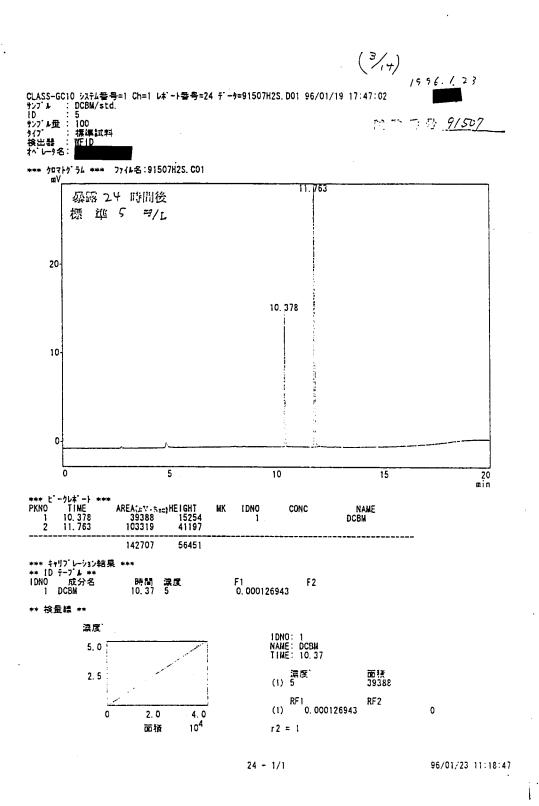
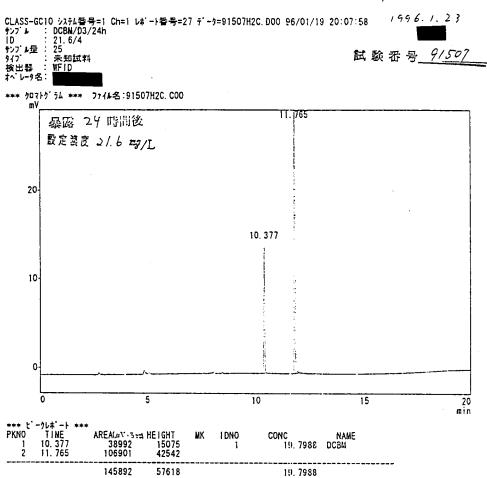


Figure 2-4. Example of chromatogram. (standard solution of 5.0 mg/L, 24-hour)





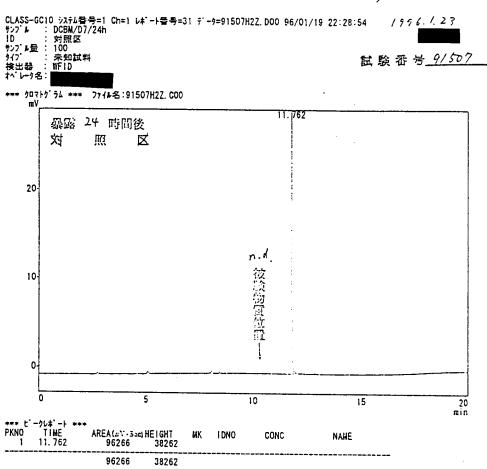
27 - 1/1

96/01/23 11:19:41

Figure 2-5. Example of chromatogram.

(expired test solution of 21.6 mg/L as nominal concentration, 24-hour)

(10/17)



31 - 1/1

96/01/23 11:20:45

Figure 2-6. Example of chromatogram. (expired test solution of control, 24-hour)