

監視化学物質の分解性及び蓄積性に関する情報

平成 24 年 1 月 27 日

- (1) α -（ジフルオロメチル）- ω -（ジフルオロメトキシ）ポリ[オキシ（ジフルオロメチレン）/オキシ（テトラフルオロエチレン）]の分解度試験要約
 - (2) α -（ジフルオロメチル）- ω -（ジフルオロメトキシ）ポリ[オキシ（ジフルオロメチレン）/オキシ（テトラフルオロエチレン）]の濃縮度試験結果報告書
- (参考 1) ポリ（オキシペルフルオロ- n -アルキレン（ $C=1$ 及び 2））の新規化学物質カード<委員限り配布>
- (参考 2) α -（ジフルオロメチル）- ω -（ジフルオロメトキシ）ポリ（ $n=0\sim 2$ ）（オキシジフルオロメチレン- $c o$ -（オキシテトラフルオロエチレン））の新規化学物質審査シート<委員限り配付>

要 約

試験の表題

ポリ(オキシパーフルオロ-*n*-アルキレン(C=1~2)) (被験物質番号 K-1844) の微生物による分解度試験

試験条件

- | | |
|-------------|---------------------|
| (1) 被験物質濃度 | 100 mg/L |
| (2) 活性汚泥濃度 | 30 mg/L (懸濁物質濃度として) |
| (3) 試験液量 | 300 mL |
| (4) 試験液培養温度 | 25±1℃ |
| (5) 試験液培養期間 | 28 日間 (遮光下) |

分解度算出のための測定及び分析

- (1) 閉鎖系酸素消費量測定装置による生物化学的酸素消費量 (BOD) の測定
- (2) ガスクロマトグラフィー—質量分析法 (GC-MS) による被験物質の定量分析

試験結果

		(汚泥+被験物質) 系			
		[2]	[3]	[4]	平均
BOD 分解度	%	9	-2	2	3
被験物質分解度 (GC-MS)	%	1	0	2	1

結 論

本試験条件下において、被験物質は微生物により分解されなかった。

1. 被験物質

K-1844 は、次の名称等を有するものとする。

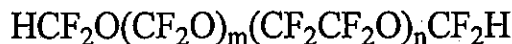
1.1 名称

ポリ(オキシパーフルオロ-*n*-アルキレン(C=1~2))

(別名：α-ジフルオロメチル-ω-ジフルオロメトキシポリ[オキシ(ジフルオロメチレン)オキシ(テトラフルオロエチレン)])

1.2 構造式等

構造式



m=1, n=3	24.2%	(主成分)
m=1, n=4	15.8%	
m=0, n=4	15.7%	
m=1, n=2	13.5%	
m=0, n=3	9.5%	
m=2, n=3	6.4%	
m=2, n=2	3.7%	
m=0, n=5	3.5%	
m=0, n=2	1.6%	
m=1, n=1	1.0%	
その他	5.1%	(不純物)

示性式 $\text{HCF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{O})(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_3\text{CF}_2\text{H}$ (主成分)

分子量 532.08 (主成分)

CAS 番号 161075-02-1

1.3 供給者、商品名及びロット番号

供給者

商品名

ロット番号

1.4 純度

被験物質 94.9%

不純物 不明 5.1% (各成分1%未満の微量成分)

被験物質は純度で補正して取り扱った。

1.5 被験物質の確認

被験物質供給者提供の赤外吸収スペクトルと久留米事業所の当該測定スペクトルが一致することを確認した (Fig. 6、Reference 10 参照)。

1.6 保管条件及び保管条件下での安定性確認

保管条件 室温暗所保管

安定性確認 実験開始前及び終了後に被験物質の赤外吸収スペクトルを測定した結果、両スペクトルは一致し、保管条件下で安定であることを確認した (Fig. 6 参照)。

2. 分解度試験の実施

2.1 試験の準備

(1) 活性汚泥

試験法(1)に従い、財団法人化学物質評価研究機構において採集、調製及び管理を行った活性汚泥（採集時期及び使用開始日は下記参照）を使用した。使用に際しては、合成下水（グルコース、ペプトン、りん酸二水素カリウムを精製水に溶解し、pHを 7.0 ± 1.0 に調整したもの）を添加して19時間後のものを用いた。

採集時期 2009年9月

使用開始日 2009年10月5日

(2) 活性汚泥の懸濁物質濃度の測定

活性汚泥の添加量を決定するために、懸濁物質濃度を測定した。

測定方法 JIS K 0102-2008 の 14.1 に準じて行った。

測定実施日 2009年12月21日

測定結果 活性汚泥の懸濁物質濃度は3390 mg/Lであった。

(3) 基礎培養基の調製

JIS K 0102-2008 の 21. に定められた組成の A 液、B 液、C 液及び D 液それぞれ 3 mL に精製水（高杉製薬製 日本薬局方）を加えて 1 L とする割合で 5 L 調製し、pH を 7.0 に調整した。

(4) 対照物質

アニリン（和光純薬工業製 試薬特級 ロット番号 KWQ3949）を用いて活性汚泥が十分な活性度を有することを確認した。

2.2 試験液の調製

試験容器を 6 個用意し、試験液を下記の方法で調製した。これらの試験液について、2.3 の条件で培養を行った。

(1) 被験物質及びアニリンの添加

(a) (水+被験物質)系 (1個, 試験容器 [1])

被験物質濃度が 100 mg/L になるように、試験容器に精製水 300 mL 及び供試試料 19.0 μ L [被験物質 30.5 mg = $19.0 \mu\text{L} \times 1.690 \text{ g/cm}^3$ (密度) $\times 0.949$ (含有率)] を入れた。供試試料はマイクロシリンジで分取して添加した。

(b) (汚泥+被験物質)系 (3個, 試験容器 [2] [3] [4])

被験物質濃度が 100 mg/L になるように、試験容器に基礎培養基 [300 mL から活性汚泥添加量 (2.65 mL) を差し引いた量] 及び供試試料 19.0 μ L [被験物質 30.5 mg = $19.0 \mu\text{L} \times 1.690 \text{ g/cm}^3$ (密度) $\times 0.949$ (含有率)] を入れた。供試試料はマイクロシリンジで分取して添加した。

(c) (汚泥+アニリン)系 (1個, 試験容器 [6])

アニリンの濃度が 100 mg/L になるように、試験容器に基礎培養基 [300 mL から活性汚泥添加量 (2.65 mL) を差し引いた量] 及びアニリン 29.5 μ L (30 mg) を入れた。アニリンはマイクロシリンジで分取して添加した。

(d) 汚泥ブランク系 (1個, 試験容器 [5])

試験容器に基礎培養基 [300 mL から活性汚泥添加量 (2.65 mL) を差し引いた量] を入れた。

(2) 活性汚泥の接種

(b)、(c)及び(d)の試験液に懸濁物質濃度として30mg/Lになるように活性汚泥を添加した。
なお、(b)の試験液については被験物質を添加する前に活性汚泥を添加した。

2.3 試験液培養装置及び培養条件

(1) 試験液培養装置

閉鎖系酸素消費量測定装置

恒温槽及び測定ユニット	大倉電気製
データ処理装置	旭テクネイオン製

試験容器 以下の300 mL用培養瓶を用いた。

2.2 試験液の調製における

(a)、(b)及び(d) : 揮発性物質用改良型培養瓶
(c) : 改良型培養瓶

炭酸ガス吸収剤 ソーダライム, No.1 (和光純薬工業製 二酸化炭素吸収用)

2.2 試験液の調製における(a)、(b)及び(d)の試験容器と測定ユニットの接続にはコック付きのチューブを使用した。

(2) 培養条件

温 度	25±1℃
期 間	28日間 (遮光下)
攪 拌 方 法	マグネチックスターラーによる回転攪拌

(3) 実施場所

機器室 1A

2.4 観察、測定等

(1) 観 察

培養期間中、試験液の状況を毎日目視観察した。

(2) 生物化学的酸素消費量 (BOD) の測定

培養期間中、試験液の BOD の変化を連続的に閉鎖系酸素消費量測定装置で測定した。
また、閉鎖系酸素消費量測定装置の恒温槽内の温度を毎日記録した。

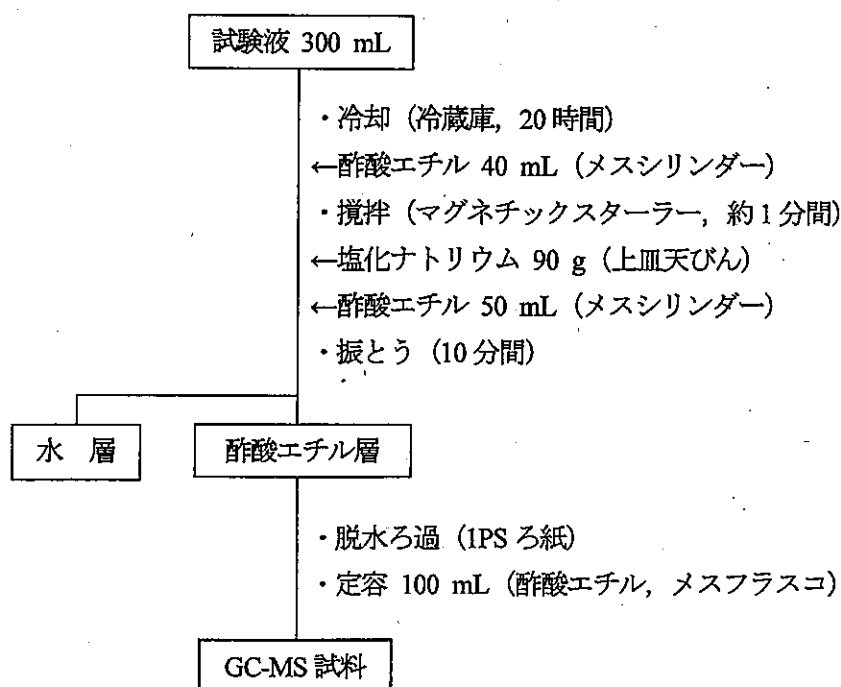
2.5 試験液の分析

培養期間終了後、試験液中の被験物質について分析した。また、本試験に先立って実施した予備試験の結果より、被験物質は試験液に溶解しないことが明らかのため、試験液中の溶存有機炭素 (DOC) の分析は行わなかった。なお、予備検討の結果より、被験物質は揮発性を有すると考えられたため、試験液の pH 測定は行わなかった。

2.5.1 試験液の前処理

(水+被験物質)系、(汚泥+被験物質)系及び汚泥ブランク系の試験液について以下のフロースキームに従って前処理操作を行い、被験物質を分析するためのガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS) 試料を調製した。なお、抽出操作で使用した酢酸エチルはあらかじめ冷却したものをを用いた。

フロースキーム



2.5.2 被験物質の定量分析

被験物質はクロマトグラム上において9本のピークとして検出されたため、これらを分析対象とした。GC-MS 試料中の被験物質の濃度は、クロマトグラム上で得られた標準溶液 305 mg/L のピークの総面積と GC-MS 試料のピークの総面積とを比較し、比例計算して求めた (Table-3、Fig. 4 参照)。

ピーク面積の定量下限は、ノイズレベルを考慮して 30000 (被験物質濃度 1.9 mg/L) とした。

(1) 定量条件

機 器	ガスクロマトグラフー質量分析計 島津製作所製 GCMS-QP2010
<u>ガスクロマトグラフ条件</u>	
カ ラ ム	INNOWAX 膜厚 0.25 μm (Agilent technology 製) 30 m \times 0.25 mm I.D. フェーズドシリカ製
カラム温度	40°C (2 min) \rightarrow 100°C (0 min)
昇温速度	10°C/min
キャリアガス	ヘリウム
線 速 度	35.0 cm/sec
注 入 口 温 度	180°C
注 入 量	1 μL
導 入 モード	スプリット
スプリット比	20:1
<u>質量分析計条件</u>	
イオン化法	電子イオン化法 (EI)
検 出 法	選択イオンモニタリング (SIM)
測定イオン (m/z)	119 (Fig. 5 参照)
イオン源温度	220°C
イオン化電圧	70 V
インターフェース温度	250°C

(2) 標準溶液の調製

供試試料 19.0 μL (被験物質 30.5 mg) を分取し、酢酸エチルに溶解して 1020 mg/L の被験物質溶液を調製した。これを酢酸エチルで希釈して 305 mg/L の標準溶液とした。

(3) 検量線の作成

(2)の標準溶液の調製と同様にして 76.2、152 及び 305 mg/L の標準溶液を調製した。これらを(1)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の総面積と濃度により検量線を作成した (Fig. 2 参照)。

2.5.3 回収試験及びブランク試験

前述した前処理における試験液からの被験物質の回収率を求めるため、2.2 に準じて調製した(水+被験物質)系及び(汚泥+被験物質)系の試験液について2.5.1 及び2.5.2 に従い、回収試験を行った。また、2.2 に準じて調製した汚泥ブランク系の試験液について回収試験と同じ操作によりブランク試験を行った。回収試験については各2点、ブランク試験については1点測定した。この結果、ブランク試験においてクロマトグラム上、被験物質ピーク位置にはピークは認められなかった。分析操作における各2点の回収率及び平均回収率は下記のとおりであり、平均回収率を試験液中の被験物質濃度を求める場合の補正值とした (Table-2、Fig. 3 参照)。

(水+被験物質)系回収率	95.5%, 96.6%	平均	96.1%
(汚泥+被験物質)系回収率	95.5%, 97.1%	平均	96.3%

2.6 分解度の算出法

分解度は下記の式に基づき算出し、小数点以下1ケタ目を丸めて整数位で表示した。

(1) BOD 分解度

$$\text{分解度 (\%)} = \frac{\text{BOD} - \text{B}}{\text{TOD}} \times 100$$

BOD : (汚泥+被験物質)系の生物化学的酸素消費量 (測定値: mg)

B : 汚泥ブランク系の生物化学的酸素消費量 (測定値: mg)

TOD : 被験物質が完全に酸化された場合に必要とされる理論的酸素消費量
(計算値: mg)

TOD は 1.2 における主成分の分子式 $\text{C}_9\text{H}_2\text{F}_{18}\text{O}_3$ を用いて算出した。

(2) 被験物質分解度

$$\text{分解度 (\%)} = \frac{\text{S}_w - \text{S}_s}{\text{S}_w} \times 100$$

S_s : (汚泥+被験物質)系における被験物質の残留量 (測定値: mg)

S_w : (水+被験物質)系における被験物質の残留量 (測定値: mg)

2.7 数値の取扱い

数値の丸め方は、JIS Z 8401 : 1999 規則 B に従った。

3. 試験条件の確認

試験の有効性の基準値と本試験における値を下表に示す。本試験における値はいずれも基準値を満たしたことから、本試験は有効であった。

		本試験における値	基準値	参照
分解度の最大値 と最小値の差	BOD 分解度	11%	20%未満	5.3 項 分解度
	被験物質 分解度	2%		
アニリンのBOD 分 解 度	7 日後	65%	40%以上	Table-1 Fig. 1
	14 日後	75%	65%以上	
汚泥ブランク系 の B O D 値	28 日後	9.3 mg	18 mg 未満 (60 mg/L 未満)	Table-1 Fig. 1

4. 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

当該要因はなかった。

5. 試験結果

5.1 試験液の状況

試験液の状況は下記のとおりであった。

また、被験物質は pH 測定操作時に揮発による損失の可能性が考えられたため、(水+被験物質)系及び(汚泥+被験物質)系の試験液の pH 測定は行わなかった。

	試験液	状 況	pH
培養開始時	(水 + 被験物質) 系	被験物質は溶解しなかった。 試験液は無色であった。	-
	(汚泥 + 被験物質) 系	被験物質は溶解しなかった。 試験液は無色であった。	-
培養終了時	(水 + 被験物質) 系	不溶物が認められた。 試験液は無色であった。	-
	(汚泥 + 被験物質) 系	汚泥以外の不溶物が認められた。 汚泥の増殖は認められなかった。 試験液は無色であった。	-

5.2 試験液の分析結果

28日後の分析結果は下記のとおりであった。

		(水+被験物質)系	(汚泥+被験物質)系				理論量	Table	Fig.
		[1]	[2]	[3]	[4]				
BOD ^{*1}	mg	0.7	1.2	-0.2	0.2	12.8 ^{*2}	1	1	
被験物質残留量 ^{*3} 及び残留率 (GC-MS)	mg	30.8	30.5	30.7	30.1	30.5	3	4	
	%	101	100	101	99	-			

*1 (汚泥+被験物質)系は、汚泥ブランク系の値を差し引いて表示した。

*2 TODは1.2における主成分の分子式 $C_9H_2F_{18}O_3$ を用いて算出した。

*3 クロマトグラム上のピークの総面積を用いて算出した。

5.3 分解度

28日後の分解度は下記のとおりであった。

		(汚泥+被験物質)系				Table
		[2]	[3]	[4]	平均	
BOD分解度	%	9	-2	2	3	1
被験物質分解度 (GC-MS)	%	1	0	2	1	3

5.4 考 察

GC-MS分析において、被験物質はクロマトグラム上に9本のピーク(溶出順にピーク1~9)として検出された。そこで、ピーク毎の分解度を算出したところ、いずれのピークについても分解度は0~3%であった(下表参照)。この結果及びBOD分解度が平均3%であったことから、本試験条件下において、被験物質の全成分が微生物により分解されずに残留したと考えられる。

被験物質のピーク毎の分解度

		(汚泥+被験物質)系				Reference
		[2]	[3]	[4]	平均	
ピーク1	%	2	0	2	2	1
ピーク2	%	1	1	3	2	2
ピーク3	%	1	1	2	2	3
ピーク4	%	1	1	2	1	4
ピーク5	%	1	0	2	1	5
ピーク6	%	1	0	2	1	6
ピーク7	%	1	0	2	1	7
ピーク8	%	1	0	2	1	8
ピーク9	%	1	0	2	1	9

5.5 結 論

本試験条件下において、被験物質は微生物により分解されなかった。

6. 備 考

6.1 試験に使用した主要な装置・機器

フーリエ変換赤外分光光度計	:	島津製作所製	IRPrestige-21
閉鎖系酸素消費量測定装置	:	6頁参照	
ガスクロマトグラフ-質量分析計	:	8頁参照	
振とう機	:	タイテック製	SR-2w

6.2 分析に使用した試薬

酢酸エチル	:	関東化学製	試薬一級
塩化ナトリウム	:	マナック製	試薬一級

濃縮度試験結果報告書

1. 一般的事項

新規化学物質の名称 (IUPAC命名法による)	ポリ (オキシパーフルオロ-n-アルキレン (C=1-2))		
別 名	T-5811		
C A S 番 号	161075-02-1		
構造式又は示性式 (いずれも不明の場合は、その製法の概要)	$\text{HCF}_2\text{O}(\text{CF}_2\text{O})_m(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n\text{CF}_2\text{H}$ m=1, n=3 24.2% (主成分) m=2, n=2 3.7% m=1, n=4 15.8% m=0, n=5 3.5% m=0, n=4 15.7% m=0, n=2 1.6% m=1, n=2 13.5% m=1, n=1 1.0% m=0, n=3 9.5% その他 5.1% (不純物) m=2, n=3 6.4%		
分 子 量	主成分 532.08		
試験に供した新規 化学物質の純度 (%)	94.9%		
試験に供した新規 化学物質のロット番号			
不 純 物 の 名 称 及 び 含 有 率	名称不明 5.1% (ただし各成分は1%未満)		
蒸 気 圧	733 Pa (25℃)		
対 水 溶 解 度	不溶		
1-オクタノール/水分配係数	不明		
融 点	-110℃		
沸 点	150℃		
常温における性状	無色透明液体		
安 定 性	安定		
溶媒に対する溶解度等	溶 媒	溶解度	溶媒中の安定性
	ジメチルスルホキサイド	不溶	—
	アセトン	≥20 wt%	—
			—

2. 急性毒性試験

供 試 魚 (学名)	ヒメダカ (<i>Oryzias latipes</i>)	
L C 5 0 (9 6 h r)	>14.2 mg/L	
助 剤 の 使 用	有	
助剤を使用した場合の 名称及び濃度	名 称	濃 度
	HCO-40	約20倍
	2-メトキシエタノール	1500 mg/L

3. 試験方法

試 験 方 法	(1) 「新規化学物質等に係る試験の方法について」(平成15年11月21日、薬食発第1121002号、平成15・11・13製局第2号、環保企発第031121002号)に規定する〈魚介類の体内における化学物質の濃縮度試験〉 (2) 「OECD Guidelines for Testing of Chemicals」に定める "Bioconcentration : Flow-through Fish Test (Guideline 305, June 14, 1996)"	
供 試 魚 (学名)	コイ (<i>Cyprinus carpio</i>)	
脂 質 含 量 (%)	開始時 : 2.74	終了時 : 6.89
被験物質設定濃度(g/L)	第一濃度区	0.949 μ g/L
	第二濃度区	0.0949 μ g/L
助 剤 の 使 用	有	
助剤を使用した場合の 名称及び濃度	名 称	濃 度(g/L)
	HCO-40	第一濃度区 : 18.98 μ g/L
		第二濃度区 : 1.898 μ g/L
	2-メトキシエタノール	第一濃度区 : 20 μ L/L
第二濃度区 : 20 μ L/L		

4. 試験結果

(1) 濃縮度試験の結果表

ピーク 1	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.966	0.864	0.858	0.862	0.885	0.896
	濃縮倍率		15000	24000	30000	36000	38000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0966	0.0864	0.0870	0.0950	0.0846	0.0958
	濃縮倍率		16000	29000	32000	36000	35000

ピーク 2	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.934	0.927	0.882	0.839	0.887	0.821
	濃縮倍率		11000	20000	24000	29000	32000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0866	0.0810	0.0773	0.0818	0.0800	0.0783
	濃縮倍率		18000	34000	38000	41000	43000

ピーク 3	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.850	0.891	0.840	0.806	0.835	0.784
	濃縮倍率		9600	18000	20000	24000	26000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0844	0.0857	0.0830	0.0817	0.0821	0.0790
	濃縮倍率		18000	32000	38000	38000	39000

ピーク 4	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.834	0.874	0.880	0.804	0.820	0.852
	濃縮倍率		10000	17000	20000	24000	26000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0835	0.0819	0.0808	0.0787	0.0797	0.0932
	濃縮倍率		17000	32000	35000	38000	41000

ピーク 5	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.930	0.861	0.950	0.849	0.825	0.869
	濃縮倍率		9300	16000	19000	24000	26000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0831	0.0882	0.0901	0.0773	0.0776	0.0779
	濃縮倍率		17000	31000	34000	38000	41000

ピーク 6	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.835	0.830	0.831	0.827	0.844	0.854
	濃縮倍率		9500	16000	19000	23000	24000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0817	0.0809	0.0793	0.0791	0.0794	0.0870
	濃縮倍率		17000	31000	37000	37000	38000

ピーク 7	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.789	0.850	0.911	0.866	0.882	0.884
	濃縮倍率		3600	6100	7500	8400	9100
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0807	0.0829	0.0798	0.0824	0.0810	0.0873
	濃縮倍率		13000	23000	25000	27000	28000

ピーク 8	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.797	0.829	0.888	0.839	0.816	0.831
	濃縮倍率		3700	6300	7800	8700	9600
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0865	0.0848	0.0817	0.0810	0.0824	0.0933
	濃縮倍率		12000	22000	25000	28000	27000

ピーク 9	取込期間	5日後	12日	26日	40日	53日	60日
第一濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.795	0.813	0.904	0.912	0.856	0.860
	濃縮倍率		1200	2100	2500	2900	3000
第二濃度区	水中の被験物質濃度($\mu\text{g/L}$)	0.0800	0.0793	0.0808	0.0850	0.0796	0.0912
	濃縮倍率		7100	12000	15000	14000	14000

(2) 定常状態における濃縮倍率又は濃縮倍率の上下限

ピーク 1	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	34000倍
第二濃度区	BCF _{ss}	34000倍

ピーク 2	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	29000倍
第二濃度区	BCF _{ss}	41000倍

ピーク 3	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	24000倍
第二濃度区	BCF _{ss}	39000倍

ピーク 4	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	24000倍
第二濃度区	BCF _{ss}	37000倍

ピーク 5	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	23000倍
第二濃度区	BCF _{ss}	39000倍

ピーク 6	濃縮倍率	
-------	------	--

第一濃度区	BCF _{ss}	2 2 0 0 0倍
第二濃度区	BCF _{ss}	3 7 0 0 0倍

ピーク 7	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	8 3 0 0 倍
第二濃度区	BCF _{ss}	2 6 0 0 0 倍

ピーク 8	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	8 8 0 0 倍
第二濃度区	BCF _{ss}	2 6 0 0 0 倍

ピーク 9	濃縮倍率	
第一濃度区	BCF _{ss}	2 8 0 0 倍
第二濃度区	BCF _{ss}	1 4 0 0 0 倍

5. 試験水及び魚体分析方法

試験水及び供試魚中の被験物質分析をガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC/MS) により行ったところ、9本のピークが検出された。そこで、各々のピークについて定量を行った。ただし、各ピークの濃度は、成分組成を考慮せず、標準溶液の調製で示す被験物質濃度として表示した。各ピークは溶出順にピーク1～9とした。

(1) 試験水及び魚体分析フロー

① 試験水分析

カラムクロマトグラフィー (セップパック プラスC₁₈) → 定容 → 分析

② 供試魚分析

ホモジナイズ抽出 (テトラヒドロフラン) → 遠心分離 → ろ過 → ろ液
→ 定容 → 分析

(2) 使用した分析機器の種類とその条件

機器 ガスクロマトグラフ質量分析計
島津製作所製 QP2010

ガスクロマトグラフ条件

カラム	INNOWAX 30m×0.25mm I.D. 膜厚 0.25 μm (Agilent製)
カラム温度	40°C (2min) → 100°C (0min) → 200°C (0min) (昇温速度 ① 10°C/min ② 30°C/min)
キャリアガス	ヘリウム
線速度	35.0cm/sec
全流量	20.0mL/min
カラム流量	0.94mL/min
注入口温度	180°C
注入量	2 μL
注入法	スプリットレス注入法
サンプル時間	2min

質量分析計条件

イオン化法	電子イオン化法 (EI)
検出法	選択イオンモニタリング (SIM)
測定イオン (m/Z)	119 (CF ₂ CF ₃) ⁺
イオン源温度	220°C
イオン化電圧	70V
インターフェース温度	250°C

6. 回収率 (平均値)

水からの回収率	(%)	ピーク 1 第1濃度区	84.0
		ピーク 1 第2濃度区	68.0
		ピーク 2 第1濃度区	84.2
		ピーク 2 第2濃度区	73.0
		ピーク 3 第1濃度区	83.2
		ピーク 3 第2濃度区	65.7
		ピーク 4 第1濃度区	82.8
		ピーク 4 第2濃度区	61.8
		ピーク 5 第1濃度区	81.8
		ピーク 5 第2濃度区	70.0
		ピーク 6 第1濃度区	82.8
		ピーク 6 第2濃度区	62.6
		ピーク 7 第1濃度区	81.6
		ピーク 7 第2濃度区	53.1
		ピーク 8 第1濃度区	84.9
		ピーク 8 第2濃度区	49.8
		ピーク 9 第1濃度区	84.9
		ピーク 9 第2濃度区	42.6
魚体からの回収率	(%)	ピーク 1	93.9
		ピーク 2	92.8
		ピーク 3	95.7
		ピーク 4	93.5
		ピーク 5	94.7
		ピーク 6	95.3
		ピーク 7	93.3
		ピーク 8	88.8
		ピーク 9	90.7

7. 各部位における被験物質濃度及び濃縮倍率

ピーク	濃度区	部 位	各部位における被験物質濃度 (ng/g)	濃縮倍率
1	1	外 皮	32100	36000
			34900	40000
		頭 部	52500	60000
			67900	77000
	内 臓	89100	100000	
		103000	120000	
	可食部	20900	24000	
		20900	24000	
2	2	外 皮	2690	29000
			3350	37000
		頭 部	6170	67000
			6610	72000
内 臓	11000	120000		
	13800	150000		
可食部	2090	23000		
	2700	29000		
2	1	外 皮	27300	32000
			29100	34000
		頭 部	45700	54000
			60800	72000
	内 臓	76400	90000	
		93900	110000	
	可食部	17600	21000	
		17400	21000	
2	2	外 皮	3180	40000
			3410	43000
		頭 部	7180	90000
			6940	87000
内 臓	12500	160000		
	15100	190000		
可食部	2290	29000		
	2720	34000		

ピーク	濃度区	部 位	各部位における被験 物質濃度 (ng/g)	濃縮倍率
3	1	外 皮	22500	28000
			25400	31000
		頭 部	36500	45000
			49400	61000
	内 臓	57100	71000	
		63500	79000	
	可食部	13400	17000	
		13600	17000	
2	外 皮	2810	35000	
		3310	41000	
	頭 部	6500	80000	
		6530	81000	
内 臓	10900	130000		
	14400	180000		
可食部	2380	29000		
	2860	35000		
4	1	外 皮	21800	26000
			23400	28000
		頭 部	34500	42000
			46200	56000
	内 臓	63800	77000	
		76200	92000	
	可食部	14200	17000	
		14300	17000	
2	外 皮	3150	38000	
		3990	48000	
	頭 部	7280	87000	
		6790	81000	
内 臓	13200	160000		
	15100	180000		
可食部	2220	26000		
	2570	31000		
5	1	外 皮	22200	26000
			24100	28000
		頭 部	36600	43000
			47400	56000
	内 臓	63300	75000	
		74500	88000	
	可食部	14100	17000	
		14200	17000	
2	外 皮	3560	46000	
		2990	39000	
	頭 部	7460	96000	
		6820	88000	
内 臓	12300	160000		
	15300	200000		
可食部	2160	28000		
	2630	34000		

ピーク	濃度区	部 位	各部位における被験物質濃度 (ng/g)	濃縮倍率
6	1	外 皮	21000	25000
			23700	28000
		頭 部	34100	41000
			47800	57000
	内 臓	63600	76000	
		76600	91000	
	可食部	13600	16000	
		13300	16000	
2	外 皮	3140	38000	
		3060	37000	
	頭 部	6810	83000	
		6130	75000	
内 臓	12500	150000		
	14700	180000		
可食部	2520	31000		
	2470	30000		
7	1	外 皮	8910	10000
			9150	10000
		頭 部	12800	15000
			18000	21000
	内 臓	22600	26000	
		25400	29000	
	可食部	5620	6400	
		5340	6100	
2	外 皮	2290	27000	
		2290	27000	
	頭 部	5150	62000	
		4580	55000	
内 臓	8600	100000		
	10200	120000		
可食部	1600	19000		
	1820	22000		
8	1	外 皮	8490	10000
			9180	11000
		頭 部	13000	16000
			17800	21000
	内 臓	22300	27000	
		26000	31000	
	可食部	5570	6700	
		5380	6500	
2	外 皮	2210	26000	
		2310	27000	
	頭 部	4990	58000	
		4780	56000	
内 臓	8700	100000		
	10300	120000		
可食部	1610	19000		
	1880	22000		

ピーク	濃度区	部 位	各部位における被験物質濃度 (ng/g)	濃縮倍率
9	1	外 皮	3130	3600
			3110	3500
		頭 部	4110	4700
			5760	6600
	2	内 臓	7950	9100
			9130	10000
		可食部	1840	2100
			1710	1900
2	外 皮	1290	15000	
		1330	16000	
	頭 部	2400	28000	
		2250	26000	
内 臓	4300	50000		
	4820	57000		
可食部	810	9500		
	941	11000		

8. 考 察

—

9. そ の 他

試験実施施設	名 称	財団法人化学物質評価研究機構 久留米事業所
	所 在 地	(〒839-0801) 福岡県久留米市宮ノ陣三丁目2番7号 電話 : 0942-34-1500 FAX : 0942-39-6804
試験責任者	職 氏 名	
	経 験 年 数	
試験番号	4 4 5 1 5	
試験期間	2006年2月3日 から 2006年8月17日 まで	

本様式の作成責任者	所 属	
	氏 名	

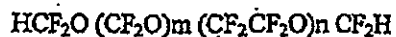
T-5811 の質量分析法 (MS) による構造解析

1. 試料名

ポリ(オキシパーフルオロ-*n*-アルキレン(C=1~2))

本品は試験報告書 44515 (8/17-2006) と同一のサンプルである。

2. 構造式



3. 目的

試験報告書 44515 (8/17-2006) の補足資料として、被験物質の構造解析を行なった。

4. 試験方法

被験物質の構造解析

下記の分析条件に基づきガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS) で、被験物質溶液をスキャン分析した。測定したマススペクトル上のピークより被験物質の構造を確認した。

(1). 分析条件

機	器	ガスクロマトグラフー質量分析計 Agilent 製 5973MSD
---	---	--------------------------------------

ガスクロマトグラフ条件

カラム	INNOWAX 30 m×0.25 mmI.D: 膜厚 0.25 μm (Agilent 製)
カラム温度	40°C (2 min) ^① →100°C (0 min) ^② →200°C (0 min) (昇温速度 ①10°C/min ②30°C/min)
キャリアガス	ヘリウム
線速度	35.0 cm/sec
全流量	19.8 mL/min
カラム流量	0.9 mL/min
注入口温度	180°C
注入量	2 μL
注入法	スプリットレス注入法

質量分析計条件

イオン化法	化学イオン化法 (CI)
-------	--------------

反応ガス	メタン
検出法	スキャン
走査質量範囲(m/z)	45-800
イオン源温度	250℃
インターフェース温度	250℃
試薬ガス	メタン

(2) 標準溶液の調製

標準溶液の調製は次のように行った。

供試試料 100 mg を正確にはかりとり、ヘキサンに溶解して 1000 mg/L の標準溶液とした。

5. 試験結果

被験物質の構造

得られたマススペクトルを図 1 に示した。スキャン分析の結果、試験報告番 44515 (8/17-2006) の濃縮度試験において分析対象としたピーク 1 から 9 の構造は表 1 のとおりとなった。試験報告番 44515 (8/17-2006) のクロマトグラムと比較してリテンションタイム及びピーク形状が異なったが、ピークパターンに大きな差が認められなかったため、スキャン分析の結果を基に構造推定を行った。

表 1 被験物質の構造

ピーク	1	2	3	4	5	6	7	8	9
分子量	532	582	598	598	532	532	648	648	698
m	1	0	2	2	1	1	1	1	0
n	3	4	3	3	3	3	4	4	5
面積比*	0.086	0.15	0.034	0.087	0.047	0.036	0.11	0.21	0.075

* 試験報告番 44515 の Fig.18-2 より算出