

# 最終報告書

オクタメチルシクロテトラシロキサン (被験物質番号 K-1788) の  
微生物による分解度試験

(試験番号: 205116)

2006年9月21日

化学物質評価研究機構



本文書は正本を正確に電子化したものです。  
財団法人 化学物質評価研究機構 久留米事業所  
2006年9月21日  
試験責任者

# 最 終 報 告 書

オクタメチルシクロテトラシロキサン (被験物質番号 K-1788) の  
微生物による分解度試験

(試験番号 : 205116)

2006 年 9 月 21 日

  
化学物質評価研究機構  


陳 述 書

財団法人 化学物質評価研究機構  
久留米事業所

試験委託者 独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構

試験の表題 オクタメチルシクロテトラシロキサン (被験物質番号 K-1788) の  
微生物による分解度試験

試験番号 205116

上記試験は以下のGLPに従って実施したものです。

- (1) 「新規化学物質等に係る試験を実施する試験施設に関する基準について」 (平成15年11月21日、薬食発第1121003号、平成15・11・17製局第3号、環保企発第031121004号) に規定する「新規化学物質等に係る試験を実施する試験施設に関する基準」
- (2) 「OECD Principles of Good Laboratory Practice」 (November 26, 1997)

また、本最終報告書は生データを正確に反映しており、試験データが有効であることを確認しています。

2006年9月21日

試験責任者



## 信 頼 性 保 証 書

財団法人 化学物質評価研究機構  
久留米事業所

試験委託者 独立行政法人・新エネルギー・産業技術総合開発機構

試験の表題 オクタメチルシクロテトラシロキサンの（被験物質番号 K-1788）の  
微生物による分解度試験

試験番号 205116

本最終報告書は、試験の方法、手順が正確に記載され、試験結果は生データを正確に反映していることを保証します。

なお、監査又は査察の結果については、下記の通り試験責任者及び運営管理者に報告しました。

監査又は査察内容	監査又は査察日	報告日 (試験責任者及び運営管理者)
試験計画書草案	2006年7月3日	2006年7月3日
試験計画書	2006年7月5日	2006年7月5日
試験計画書の変更	2006年7月13日	2006年7月14日
培養開始時	2006年7月19日	2006年7月19日
中間時	2006年8月2日	2006年8月2日
培養終了時	2006年8月16日	2006年8月17日
	2006年8月17日	2006年8月17日
生データ、最終報告書草案	2006年9月19日	2006年9月20日
最終報告書	2006年9月21日	2006年9月21日

2006年9月21日

信頼性保証部門責任者



## 目 次

	頁
表 題 .....	1
試験委託者 .....	1
試験施設 .....	1
試験目的 .....	1
試験法 .....	1
適用 GLP .....	1
試験日程 .....	2
試験資料の保管 .....	2
試験関係者 .....	2
最終報告書の承認 .....	2
要 約 .....	3
1. 被験物質 .....	4
2. 活性汚泥 .....	6
3. 分解度試験の実施 .....	8
4. 試験条件の確認 .....	16
5. 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 .....	16
6. 試験結果 .....	16
7. 備 考 .....	19

**Tables**

Table-1	Calculation table for percentage biodegradation by BOD
Table-2	Calculation table for recovery rate of test item
Table-3	Calculation table for percentage decrease of test item
Table-4	Calculation table for percentage detection of test item (analysis for CO <sub>2</sub> absorbent)

**Figures**

Fig.1	Chart of BOD
Fig.2-1	Chromatograms of GC analysis for calibration curve (recovery test)
Fig.2-2	Calibration curve of test item (recovery test)
Fig.3	Chromatograms of GC analysis for recovery test
Fig.4-1	Chromatograms of GC analysis for calibration curve (analysis for test solution and CO <sub>2</sub> absorbent)
Fig.4-2	Calibration curve of test item (analysis for test solution and CO <sub>2</sub> absorbent)
Fig.5	Chromatograms of GC analysis for test solution
Fig.6	Chromatograms of GC analysis for CO <sub>2</sub> absorbent
Fig.7-1	IR spectrum of test item measured before experimental start
Fig.7-2	IR spectrum of test item measured after experimental completion
Fig.8	Mass spectrum of test item
Fig.9	NMR spectrum of test item

表 題	オクタメチルシクロテトラシロキサン (被験物質番号 K-1788) の微生物による分解度試験
試験委託者	独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (〒212-8554) 神奈川県川崎市幸区大宮町1310番
試験施設	財団法人 化学物質評価研究機構 久留米事業所 (〒839-0801) 福岡県久留米市宮ノ陣三丁目2番7号
試験目的	K-1788の微生物による分解性の程度について知見を得る。
試験法	本試験は以下の試験法に従って行った。 (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、 環境企発第031121002号) に規定する (微生物等による化学物質の分解度試験) (2) 「OECD Guidelines for Testing of Chemicals」 に定める "Ready Biodegradability: Modified MITI Test ( I ) (Guideline 301C, July 17, 1992)"
適用 GLP	本試験は以下の基準を適用した。 (1) 「新規化学物質等に係る試験を実施する試験施設に関する基準について」 (平成15年11月21日、薬食発第1121003号、平成15・11・17製局第3号、環境企発第031121004号) に規定する「新規化学物質等に係る試験を実施する試験施設に関する基準」 (2) 「OECD Principles of Good Laboratory Practice」 (November 26, 1997)

## 試験日程

試験開始日	2006年7月5日
実験開始日	2006年7月19日
実験終了日	2006年8月16日
試験終了日	2006年9月21日

## 試験資料の保管

## (1) 被験物質

被験物質を保管用容器に入れ密栓後、品質低下を起こさないで安定に保存しうる期間、久留米事業所試料保管室に保管する。

## (2) 生データ、資料等

生データ、試験計画書、試験委託書、その他必要な資料等は最終報告書と共に、試験委託者から通知を受けるまでの期間、久留米事業所資料保管室に保管する。

## 試験関係者

試験責任者

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

試験担当者  
(分解度試験の実施)

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

活性汚泥管理責任者

\_\_\_\_\_

## 最終報告書の承認

2006年9月21日

試験責任者

\_\_\_\_\_



## 要 約

## 試験の表題

オクタメチルシクロテトラシロキサン (被験物質番号 K-1788) の微生物による分解度試験

## 試験条件

- |             |                    |
|-------------|--------------------|
| (1) 被験物質濃度  | 100mg/L            |
| (2) 活性汚泥濃度  | 30mg/L (懸濁物質濃度として) |
| (3) 試験液量    | 300mL              |
| (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 (減少率) 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 (GC) による被験物質の定量分析 (試験液)

## その他の分析

- (1) ガスクロマトグラフィー (GC) による被験物質の定量分析 (ソーダライム)

## 試験結果

- |                                |      |      |     |    |                        |
|--------------------------------|------|------|-----|----|------------------------|
| (1) BOD分解度                     | -7%, | 5%,  | -2% | 平均 | 0% (-1%) <sup>*1</sup> |
| (2) 被験物質減少率 <sup>*2</sup> (GC) | 25%, | 30%, | 30% | 平均 | 28%                    |

\*1 分解度の平均値が負の値に算出されたため、平均値を0としカッコ内にその計算値を示した。

\*2 (水+被験物質)系における被験物質残留率が90%未満 (29%) となったため、被験物質分解度 (被験物質の直接分析による分解度) は算出せず、被験物質の添加量に対する減少率を求めた。

## 結 論

本試験条件下において、被験物質は一部ソーダライムに移行したが、試験液に保持された被験物質は微生物により分解されなかった。

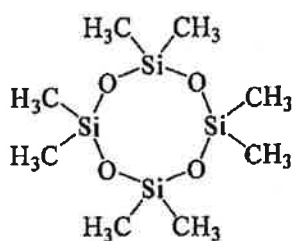
## 1. 被験物質

本報告書においてK-1788は、次の名称等を有するものとする。

1.1 名 称 オクタメチルシクロテトラシロキサン

## 1.2 構造式等

構造式



分子式  $C_8H_{24}O_4Si_4$

分子量 296.62

CAS番号 556-67-2

1.3 入手先、商品名、等級及びロット番号<sup>\*3</sup>

(1) 入手先

(2) 商品名

(3) 等級

(4) ロット番号

1.4 純 度<sup>\*3</sup>

被験物質 100.0% (毛管カラムGC)

\*3 入手先添付資料による。

### 1.5 被験物質の確認

赤外吸収スペクトル (Fig.7参照)、質量スペクトル (Fig.8参照) 及び核磁気共鳴スペクトル (Fig.9参照) を測定し、独立行政法人 産業技術総合研究所の有機化合物スペクトルデータベースに記載のスペクトルと一致することを確認した。

### 1.6 保管条件及び保管条件下での安定性確認

- (1) 保管条件 室温暗所保存
- (2) 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.7参照)。

## 2. 活性汚泥

### 2.1 活性汚泥の調製

本試験における活性汚泥は、以下のとおり調製したものを使用した。

#### (1) 採集場所

以下の全国10ヵ所から採集した。

伏古川処理場（北海道札幌市）	深芝処理場（茨城県神栖市）
中浜下水処理場（大阪府大阪市）	落合水再生センター（東京都新宿区）
北上川（宮城県石巻市）	信濃川（新潟県新潟市）
吉野川（徳島県徳島市）	琵琶湖（滋賀県大津市）
広島湾（広島県広島市）	洞海湾（福岡県北九州市）

#### (2) 採集方法

下水処理場	： 返送汚泥を採集
河川、湖沼及び海	： 表層水及び大気と接触している波打際の表土を採集

#### (3) 採集時期

2006年 6月

#### (4) 調製方法

活性汚泥の均一性を保つため、上記で採集してきた各地の汚泥混合液のろ液5Lと、約3ヶ月間培養した活性汚泥<sup>\*4</sup>のろ液5Lとを混合して10Lとし、pHを7.0±1.0に調整して培養槽でばっ気<sup>\*5</sup>した。

\*4 上記で採集してきた各地の汚泥混合液のろ液10Lを、次頁2.2に従って培養した活性汚泥。

\*5 屋外空気をプレフィルターに通し、ばっ気に用いた。

## 2.2 培 養

培養槽へのばっ気を約30分間止めた後、全量の約1/3量の上澄液を除去した。これに脱塩素水道水を加え全量を10Lにして再びばっ気し（30分間以上）、添加した脱塩素水道水中での合成下水濃度が0.1%になるように50g/L合成下水\*6を添加した。この操作を毎日1回繰り返す、培養して活性汚泥とした。培養温度は $25 \pm 2^\circ\text{C}$ とした。

\*6 グルコース、ペプトン、りん酸二水素カリウムをそれぞれ50g/Lになるように精製水に溶解し、水酸化ナトリウムでpHを $7.0 \pm 1.0$ に調整した。

## 2.3 管理及び使用

活性汚泥の正常な状態を維持するため、培養中、上澄液の外観及び活性汚泥の生成状態を観察するとともに、活性汚泥の沈でん性、pH、温度及び溶存酸素濃度を測定し、管理基準（「新規化学物質等に係る試験の方法について」参照）の範囲内であることを確認した。この結果を生データとして保管した。活性汚泥の生物相は適宜光学顕微鏡を用いて観察し、異常のないことを確認した上で試験に供した。また、合成下水を添加してから18.5時間後の活性汚泥を使用した。

## 2.4 活性汚泥の活性度の点検及び使用開始日

### (1) 活性汚泥の活性度の点検

標準物質を用いて活性汚泥使用開始前に活性度を点検した。

### (2) 活性汚泥使用開始日 2006年 7月18日

### 3. 分解度試験の実施

#### 3.1 試験の準備

##### (1) 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 「工場排水試験方法，懸濁物質」（JIS K 0102-1998 の 14.1）に準じて行った。

測定実施日 2006年 7月18日

測定結果 活性汚泥の懸濁物質濃度は3220mg/Lであった。

##### (2) 基礎培養基の調製

「工場排水試験方法，生物化学的酸素消費量」（JIS K 0102-1998 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3mLに精製水（高杉製薬製 日本薬局方）を加えて1Lとし、pHを7.0に調整した。

##### (3) 対照物質

試験の実施には汚泥が十分な活性度を有することを確認するため、対照物質としてアニリン（昭和化学製 試薬特級 ロット番号SR-2626U）を用いた。

### 3.2 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、3.3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100mg/Lになるように、試験容器に精製水300mL及び被験物質31.5 $\mu$ L [添加量30.2mg=31.5 $\mu$ L $\times$ 0.959g/cm<sup>3</sup> (密度)]を入れた。被験物質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100mg/Lになるように、試験容器に基礎培養基 [300mLから活性汚泥添加液量 (2.80mL) を差し引いた量] 及び被験物質31.5 $\mu$ L [添加量30.2mg=31.5 $\mu$ L $\times$ 0.959g/cm<sup>3</sup> (密度)]を入れた。被験物質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100mg/Lになるように、試験容器に基礎培養基 [300mLから活性汚泥添加液量 (2.80mL) を差し引いた量] 及びアニリン29.5 $\mu$ L [添加量30mg=29.5 $\mu$ L $\times$ 1.022g/cm<sup>3</sup> (密度)]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 [300mLから活性汚泥添加液量 (2.80mL) 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2.の条件で調製した活性汚泥を懸濁物質濃度として30mg/Lになるように接種した。

## 3.3 試験液培養装置及び環境条件

## (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	旭テクネイオン製
	データ処理装置	旭テクネイオン製
試験容器	以下の300mL用培養瓶を用いた。	
	3.2 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, Na1 (和光純薬工業製 二酸化炭素吸収用)	

3.2 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) 環境条件

試験液培養温度	25±1℃
試験液培養期間	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 クーロ室A

## 3.4 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。また、装置の作動状況を適宜点検した。

## (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の変化を連続的にデータ処理装置で自動記録して測定した。また、槽内温度は毎日測定記録した。



### 3.5 試験液及びソーダライムの分析

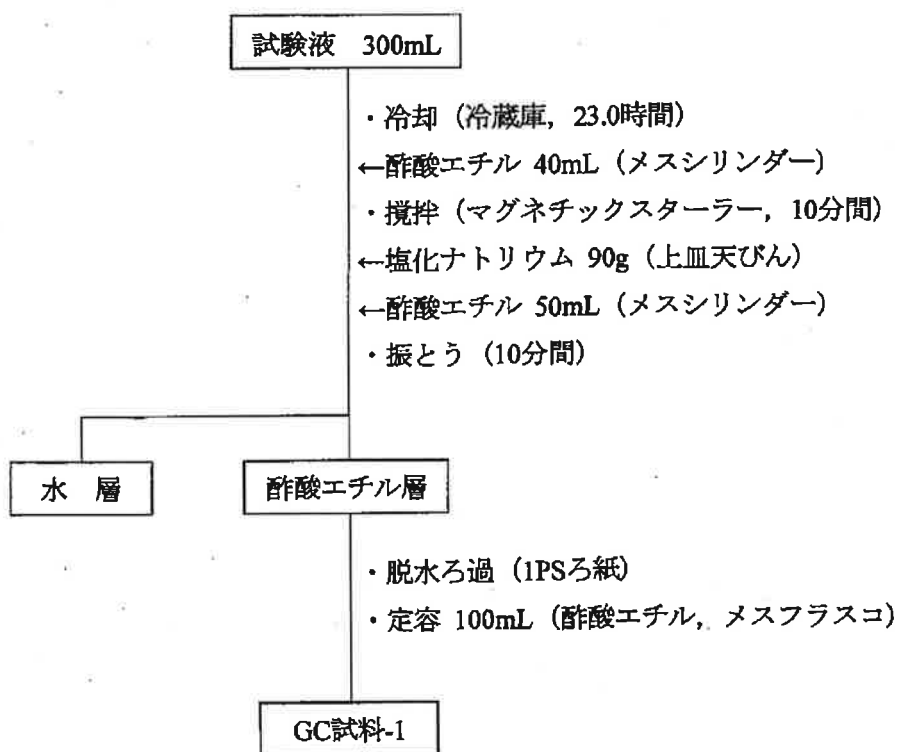
培養期間終了後、試験液中に残留している被験物質について分析した。また、予備試験の結果より、被験物質は一部揮発して試験容器内に装着したソーダライム（炭酸ガス吸収剤）に移行する可能性が考えられたため、ソーダライムについても被験物質分析を行った。なお、被験物質は揮発性を有するため、試験液のpHの測定は実施しなかった。

#### 3.5.1 試験液及びソーダライムの前処理

##### (1) 試験液

（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（GC）試料を調製した。

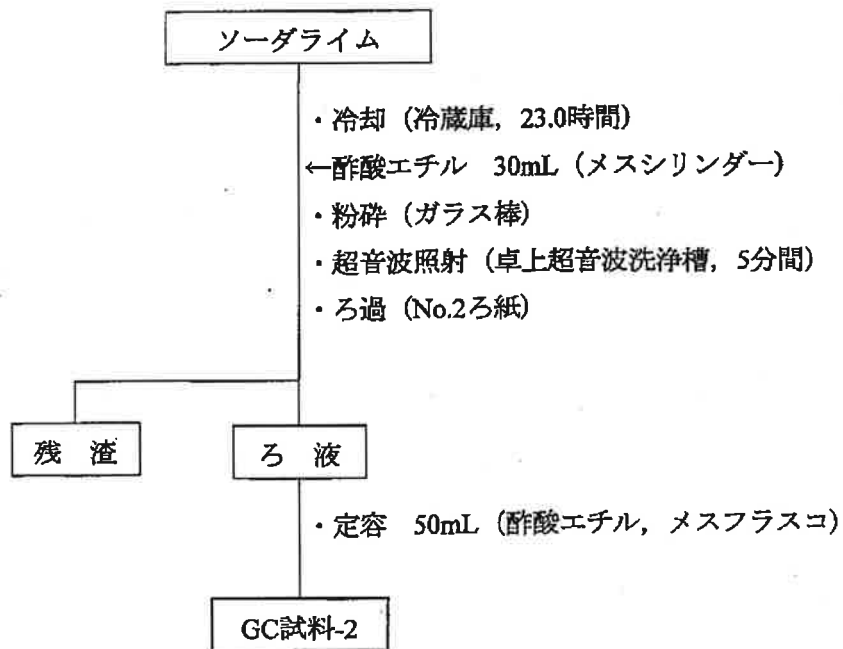
##### フロースキーム



## (2) ソーダライム

(水+被験物質)系、(汚泥+被験物質)系及び汚泥ブランク系のソーダライム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 (GC) 試料を調製した。

## フロースキーム



### 3.5.2 ガスクロマトグラフィーによる被験物質の定量分析

前処理を行って得られたGC試料-1及び-2について、下記の定量条件に基づき被験物質を分析した。GC試料-1及び-2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302mg/Lのピーク面積とGC試料-1及び-2のピーク面積とを比較し、比例計算して求めた (Table-3, 4, Fig.5, 6参照)。

ピーク面積の定量下限は、ノイズレベルを考慮して $2100\mu\text{V}\cdot\text{sec}$  (被験物質濃度 $2.9\text{mg/L}$ ) とした。

#### (1) 定量条件

機 器	ガスクロマトグラフ
	島津製作所製 GC-2010
自動試料導入装置	島津製作所製 AOC-20
検 出 器	水素炎イオン化検出器 (FID)
カ ラ ム	HP-5MS 膜厚 $0.25\mu\text{m}$ (Agilent technologies製)
	$30\text{ m}\times 0.25\text{ mmID}$ . フェーズドシリカ製
カラム温度	$40^{\circ}\text{C}$ (0min) $\rightarrow 160^{\circ}\text{C}$ (0min)
昇温速度	$20^{\circ}\text{C}/\text{min}$
試料導入部温度	$200^{\circ}\text{C}$
キャリアガス	ヘリウム
線 速 度	$30\text{cm/s}$
水 素	$40\text{mL}/\text{min}$
空 気	$400\text{mL}/\text{min}$
注 入 量	$1\mu\text{L}$
導 入 モード	スプリット
スプリット比	1:10
検 出 器	
温 度	$200^{\circ}\text{C}$
感 度	レンジ 1

#### (2) 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行った。被験物質 $21.0\mu\text{L}$  [被験物質 $20.1\text{mg}=21.0\mu\text{L}\times 0.959\text{g}/\text{cm}^3$  (密度)] を分取し、酢酸エチルに溶解して $1010\text{mg/L}$ 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 $302\text{mg/L}$ 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 $75.5$ 、 $151$ 及び $302\text{mg/L}$ 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面積と濃度により検量線を作成した (Fig.2, 4参照)。

## 3.5.3 回収試験及びブランク試験

## (1) 試験液

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、3.2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3.5.1(1)及び3.5.2に従い、回収試験を行った。また、3.2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	94.6%, 93.3%	平均	94.0%
（汚泥＋被験物質）系回収率	90.3%, 91.4%	平均	90.9%

## (2) ソーダライム

揮発による試験液からソーダライムへの被験物質の移行を厳密に再現できないため、被験物質のソーダライムからの回収試験は実施しなかった。したがって、分析試料中の被験物質濃度の補正は行わなかった。

### 3.6 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。

なお、(水+被験物質)系における被験物質残留率が90%未満(29%)となったため、被験物質分解度(被験物質の直接分析による分解度)は算出せず、被験物質の添加量に対する減少率を求めた。

#### (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)

#### (2) 被験物質減少率

$$\text{減少率 (\%)} = \frac{\text{Sw} - \text{Ss}}{\text{Sw}} \times 100$$

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

Sw : 被験物質の添加量 (mg)

### 3.7 数値の取扱い

数値の丸め方は、JIS Z 8401 : 1999 規則Bに従った。

## 4. 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 (減少率)の最大値と最小値の差	BOD分解度	12%	20%未満	6.3項分解度
	被験物質減少率	5%		
アニリンのBOD分解度	7日後	72%	40%以上	Table-1 Fig.1
	14日後	74%	65%以上	
汚泥ブランク系のBOD値	28日後	17.7mg	18mg未満 (60mg/L未満)	Table-1 Fig.1

## 5. 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。

## 6. 試験結果

## 6.1 試験液の状況

試験液の状況は下記のとおりであった。

	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	汚泥以外の不溶物は確認できなかった。 汚泥の増殖は認められなかった。 試験液は無色であった。	-

## 6.2 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。

なお、(水+被験物質)系、(汚泥+被験物質)系共にGCクロマトグラム上に被験物質以外のピークは認められなかった。また、被験物質の揮発により一部がソーダライムへ移行したため収支不足が認められたが、予備試験の結果から変化物は生成しなかったと判断された(6.4 考察参照)。よって、変化物は分析対象としなかった。

		(水+被験物質)系	(汚泥+被験物質)系			理論量	Table	Fig.
		[1]	[2]	[3]	[4]			
BOD <sup>*7</sup>	mg	0	-3.7	2.8	-1.0	52.3	1	1
被験物質残留量 及び残留率 (試験液, GC)	mg	8.8	22.8	21.0	21.0	30.2	3	5
	% <sup>①</sup>	29	75	70	70	-		
被験物質検出量 <sup>*8</sup> 及び検出率 (ソーダライム, GC)	mg	4.5	1.9	2.4	4.5	30.2	4	6
	% <sup>②</sup>	15	6	8	15	-		
物質収支 (①+②)	%	44	81	78	85	-	-	-

\*7 (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。

\*8 被験物質の揮発によるソーダライムへの移行を厳密に再現できないため、被験物質のソーダライムからの回収試験は実施しなかった。よって、回収率補正は行わず、検出量を算出した。

## 6.3 分解度

28日後の分解度は下記のとおりであった。

なお、(水+被験物質)系における被験物質残留率が90%未満(29%)となったため、被験物質分解度(被験物質の直接分析による分解度)は算出せず、被験物質の添加量に対する減少率を求めた。

		(汚泥+被験物質)系				Table
		[2]	[3]	[4]	平均	
BOD分解度	%	-7	5	-2	0 (-1) <sup>*1</sup>	1
被験物質減少率 (GC)	%	25	30	30	28	3

\*1 分解度の平均値が負の値に算出されたため、平均値を0としカッコ内にその計算値を示した。

#### 6.4 考 察

被験物質分析の結果、被験物質の残留率は（水+被験物質）系で29%、（汚泥+被験物質）系で75%、70%及び70%と低い値となった。一方、本試験に先立って行った予備試験においては、ソーダ石灰非装着系の試験液において被験物質は理論量に対してほぼ100%残留していることが確認された（下表参照）。このことから、被験物質は一部揮発し、試験容器内に装着していた炭酸ガス吸収剤であるソーダ石灰に移行した可能性が考えられた。そこで、本試験のソーダ石灰について前処理を行い、被験物質を回収、分析したところ、理論量に対し6~15%の被験物質が検出された。よって、被験物質は一部揮発し、ソーダ石灰に移行したことが認められた。しかし、被験物質の試験液中の残留率及びソーダ石灰からの検出率を合計した物質収支は（水+被験物質）系で44%、（汚泥+被験物質）系で81%、78%及び85%と100%に満たなかった。この原因として被験物質の変化又は（汚泥+被験物質）系においては微生物による分解が考えられたが、試験液及びソーダ石灰中から収支不足に寄与するような変化物は検出されず、BOD分解度は7~5%と低かった（Fig.5, 6参照）。このことから、本試験における収支不足は被験物質の変化または分解によるものではなく、被験物質がソーダ石灰から完全に回収されなかったことが原因であると考えられる。なお、揮発による試験液からソーダ石灰への被験物質の移行を厳密に再現できないため、被験物質のソーダ石灰からの回収試験は実施せず、ソーダ石灰分析試料中の被験物質濃度の補正は行わなかった。

以上の結果から、被験物質の一部は揮発しソーダ石灰に移行したが、試験液に保持された被験物質は微生物により分解されなかったと考えられる。なお、（汚泥+被験物質）系において70%~75%の被験物質が試験液に保持されていること及び、ソーダ石灰非装着系の（汚泥+被験物質）系において被験物質が微生物によって分解されていないことから、上記のソーダ石灰への移行が分解性の評価に及ぼした影響はなかったと考えられる。

表 ソーダ石灰非装着系における被験物質残留率（予備試験結果）

	被験物質残留 (GC)	
	mg	%
（水 + 被験物質）系	30.9	102
（汚泥+被験物質）系	31.4	104
理論量	30.2	

#### 6.5 結 論

本試験条件下において、被験物質は一部ソーダ石灰に移行したが、試験液に保持された被験物質は微生物により分解されなかった。



## 7. 備 考

## 7.1 試験に使用した主要な装置・機器

閉鎖系酸素消費量測定装置	:	10頁参照	
ガスクロマトグラフ	:	13頁参照	
フーリエ変換赤外分光光度計	:	島津製作所製	IRPrestige-21
ガスクロマトグラフ-質量分析計	:	日本電子製	JMS-700QQ Hybrid MStation
		Hewlett Packard製	HP6890
フーリエ変換核磁気共鳴装置	:	日本電子製	JNM-MY60FT
振とう機	:	タイテック製	SR-2w
卓上超音波洗浄槽	:	柴田科学器械工業製	SU-9TH

## 7.2 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

Table-1 Calculation table for percentage biodegradation by BOD

Study No. 205116		Duration of cultivation: 28 days							
Vessel No.	7th day		14th day		21st day		28th day		Mean Deg. (%)
	BOD (mg)	Deg. (%)	BOD (mg)	Deg. (%)	BOD (mg)	Deg. (%)	BOD (mg)	Deg. (%)	
[6]	68.7	72	74.9	74	76.2	70	77.3	66	
[5]	3.9	-	7.7	-	12.8	-	17.7	-	
[2]	0.0	-7	2.6	-10	6.5	-12	14.0	-7	-1
[3]	1.9	-4	5.6	-4	13.4	1	20.5	5	
[4]	2.2	-3	6.6	-2	11.6	-2	16.7	-2	
[1]	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-	

Deg. : Percentage biodegradation

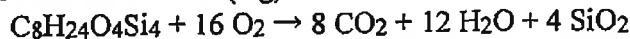
Vessel No. [6] : Sludge + aniline  
 Vessel No. [5] : Control blank [B]  
 Vessel No. [2] [3] [4] : Sludge + test item  
 Vessel No. [1] : Water + test item

Test item of 30.2 mg was added.

Chart of BOD : Fig. 1

$$\text{Deg.} = [\text{BOD} - \text{B}] / [\text{TOD}] \times 100 (\%)$$

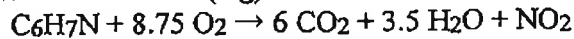
TOD of test item : 52.3 (mg)



$$16 \text{O}_2 / \text{C}_8\text{H}_{24}\text{O}_4\text{Si}_4 = 511.98 / 296.62 = 1.73$$

$$\text{TOD} = 30.2 \times 1.73 = 52.3 (\text{mg})$$

TOD of aniline : 90.3 (mg)



$$8.75 \text{O}_2 / \text{C}_6\text{H}_7\text{N} = 279.99 / 93.13 = 3.01$$

$$\text{TOD} = 30 \times 3.01 = 90.3 (\text{mg})$$

Aug.16,2006 Name XXXXXXXXXX

Table-2 Calculation table for recovery rate of test item

Study No. 205116

Sample description	A	D	E	F
Standard solution 302mg/L	237114			
Water + test item -1	224407	28.6	94.6	94.0
Water + test item -2	221344	28.2	93.3	
Sludge + test item -1	214105	27.3	90.3	90.9
Sludge + test item -2	216832	27.6	91.4	
Control blank	n.d.			

Amount of test item added : 30.2 (mg)

A : Peak area ( $\mu V \cdot sec$ )

B : Final volume : 100 (mL)

C : Ratio of portion used for analysis : 300/300

D : Recovery amount (mg)

$$D_w = G \times (A(\text{Water + test item}) / A(\text{Standard})) \times (B / C) / 1000$$

$$D_s = G \times \{ (A(\text{Sludge + test item}) - A(\text{Control blank})) / A(\text{Standard}) \} \times (B / C) / 1000$$

E : Recovery rate (%)

$$E = D / 30.2 \text{ (mg)} \times 100$$

F : Average recovery rate (%)

G : Concentration of standard solution : 302 (mg/L)

See Fig. 3

August 22, 2006

Name [REDACTED]

Table-3 Calculation table for percentage decrease of test item

Study No. 205116

Sample description	A	E	F	G	H
Standard solution 302mg/L	220551				
[1] Water + test item	60197	8.8	29		
[2] Sludge + test item	151354	22.8	75	25	
[3] Sludge + test item	139642	21.0	70	30	28
[4] Sludge + test item	139592	21.0	70	30	
[5] Control blank	n.d.				

Amount of test item added : 30.2 (mg)

A : Peak area ( $\mu V \cdot sec$ )

B : Final volume : 100 (mL)

C : Ratio of portion used for analysis : 300/300

D : Recovery rate : 94.0 (%) (Water + test item)  
90.9 (%) (Sludge + test item)

E : Residual amount of test item (mg)

$$E_w = I \times (A(\text{Water + test item}) / A(\text{Standard})) \times (B / C) / (D / 100) / 1000$$

$$E_s = I \times \{ (A(\text{Sludge + test item}) - A(\text{Control blank})) / A(\text{Standard}) \} \times (B / C) / (D / 100) / 1000$$

F : Percentage residue (%)

$$F = E / 30.2 \text{ (mg)} \times 100$$

G : Percentage decrease (%)

$$G = \{ (30.2 - E(\text{Sludge + test item})) / 30.2 \} \times 100$$

H : Average percentage decrease (%)

I : Concentration of standard solution : 302 (mg/L)

See Fig. 5

August 22, 2006

Name [REDACTED]

Table-4 Calculation table for percentage detection of test item  
(analysis for CO<sub>2</sub> absorbent)

Study No. 205116

Sample description	A	D	E	F
Standard solution 302mg/L	218044			
[1] Water + test item	65602	4.5	15	15
[2] Sludge + test item	28038	1.9	6	
[3] Sludge + test item	34415	2.4	8	10
[4] Sludge + test item	64326	4.5	15	
[5] Control blank	n.d.			

Amount of test item added : 30.2 (mg)

A : Peak area (μV-sec)

B : Final volume : 50 (mL)

C : Ratio of portion used for analysis : 1

D : Amount of test item (mg)

$$D_w = G \times (A(\text{Water + test item}) / A(\text{Standard})) \times (B / C) / 1000$$

$$D_s = G \times \{ (A(\text{Sludge + test item}) - A(\text{Control blank})) / A(\text{Standard}) \} \times (B / C) / 1000$$

E : Percentage detection (%)

$$E = D / 30.2 \text{ (mg)} \times 100$$

F : Average percentage detection (%)

G : Concentration of standard solution : 302 (mg/L)

See Fig. 6

August 28, 2006

Name 

Study No. 205116 ( Test item K-1788 )  
 Cultivating conditions:  
 Concentration  
 Test item ..... 100 (mg/L)  
 Reference item (aniline) ..... 100 (mg/L)  
 Activated sludge ..... 30 (mg/L)  
 Temperature .....  $25 \pm 1$  °C  
 Duration ..... 28 days (Jul.19,2006 - Aug.16,2006)  
 Note: -

Vessel No.	Sample Description	BOD (mg)			
		7th day	14th day	21st day	28th day
[1]	Water + test item	0.0	0.0	0.0	0.0
[2]	Sludge + test item	0.0	2.6	6.5	14.0
[3]	Sludge + test item	1.9	5.6	13.4	20.5
[4]	Sludge + test item	2.2	6.6	11.6	16.7
[5]	Control blank [B]	3.9	7.7	12.8	17.7
[6]	Sludge + aniline	68.7	74.9	76.2	77.3

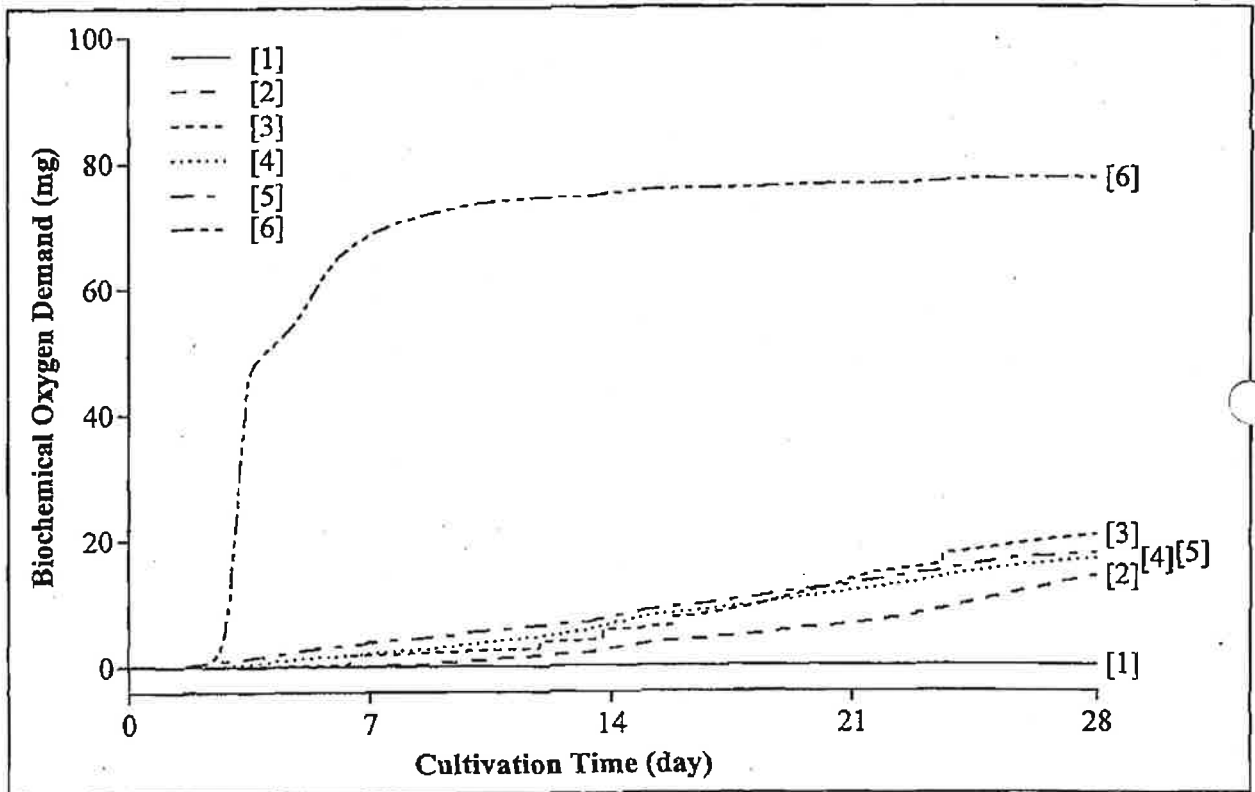


Fig. 1 Chart of BOD.

Aug.16,2006 Name XXXXXXXXXX