

## 最終報告書

2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン (被験物質番号 K-1842) の  
微生物による分解度試験

(試験番号 : 205179)

2010 年 2 月

財団法人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

2010 年 2 月 22 日

試験責任者



## 最終報告書

2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン (被験物質番号 K-1842) の  
微生物による分解度試験

(試験番号 : 205179)

2010 年 2 月

財団法人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 経済産業省

試験の表題 2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン (被験物質番号 K-1842) の  
微生物による分解度試験

試験番号 205179

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、平成 20 年 7 月 4 日 最終改正) 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。

2010年 2 月 19 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 経済産業省

試験の表題 2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン(被験物質番号 K-1842) の  
微生物による分解度試験

試験番号 205179

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	2009年11月2日	2009年11月2日
試験計画書	2009年11月2日	2009年11月2日
培養開始時	2009年11月4日	2009年11月4日
中間時	2009年11月18日	2009年11月18日
培養終了時	2009年12月2日	2009年12月7日
	2009年12月3日	2009年12月7日
生データ、最終報告書草案	2010年2月16日	2010年2月16日
最終報告書	2010年2月19日	2010年2月19日

2010年2月19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
GLP基準	1
試験日程	1
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. 分解度試験の実施	5
3. 試験条件の確認	9
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	9
5. 試験結果	9
6. 備 考	11

## 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
Reference 1	Calculation table for percentage residue of test item (without CO <sub>2</sub> absorbent)
Reference 2	Calculation table for percentage detection of test item (CO <sub>2</sub> absorbent)

## Figures

Fig. 1	Chart of BOD
Fig. 2-1	Chromatograms of GC analysis for calibration curve
Fig. 2-2	Calibration curve of test item
Fig. 3	Chromatograms of GC analysis for recovery test
Fig. 4	Chromatograms of GC analysis for test solution
Fig. 5-1	IR spectrum of test item measured before experimental start
Fig. 5-2	IR spectrum of test item measured after experimental completion
Reference 3	Chromatograms of GC analysis for test solution (without CO <sub>2</sub> absorbent)
Reference 4	Chromatograms of GC analysis for CO <sub>2</sub> absorbent
Reference 5	IR spectrum of test item

## 表 題

2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサンの(被験物質番号 K-1842)の微生物による分解度試験

## 試験委託者

経済産業省

(〒100-8901) 東京都千代田区霞が関一丁目3番1号

## 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-1842の微生物による分解性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、環保企発第031121002号、平成18年11月20日最終改正)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)"

## GLP基準

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、環保企発第031121004号、平成20年7月4日最終改正)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	2009年11月2日
実験開始日	2009年11月4日
実験終了日	2009年12月2日
試験終了日	2010年2月19日



## 要 約

## 試験の表題

2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン (被験物質番号 K-1842) 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 (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

## 試験結果

		(汚泥+被験物質) 系			
		[2]	[3]	[4]	平均
BOD 分解度	%	-7	-8	-3	0 (-6) *1
被験物質減少率*2 (GC)	%	28	16	10	18

\*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 (52%) 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、一部の被験物質は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

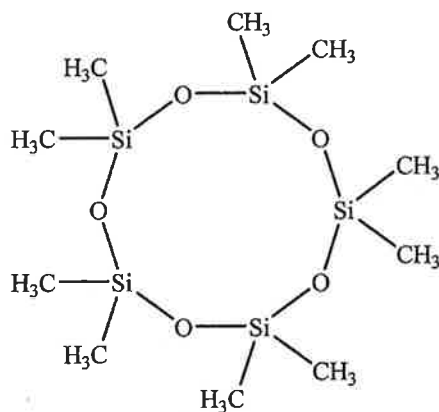
K-1842 は、次の名称等を有するものとする。

## 1.1 名 称

2,2,4,4,6,6,8,8,10,10-デカメチルシクロペンタシロキサン

## 1.2 構造式等

構造式



分子式  $C_{10}H_{30}O_5Si_5$

分子量 370.77

CAS 番号 541-02-6

## 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 97.3% (GC)

不純物 残り 2.7%は不明

被験物質は純度 100%として取り扱った。

## 1.5 被験物質の確認

被験物質の赤外吸収スペクトルを測定し、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 (Fig. 5、Reference 5 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 (窒素封入下)

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. 5 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21.5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11月4日

測定結果 活性汚泥の懸濁物質濃度は3730 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 31.5  $\mu$ L（被験物質 30.2 mg = 31.5  $\mu$ L  $\times$  0.9593 g/cm<sup>3</sup>）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（2.41 mL）を差し引いた量] 及び供試試料 31.5  $\mu$ L（被験物質 30.2 mg = 31.5  $\mu$ L  $\times$  0.9593 g/cm<sup>3</sup>）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（2.41 mL）を差し引いた量] 及びアニリン 29.5  $\mu$ 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（2.41 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 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。

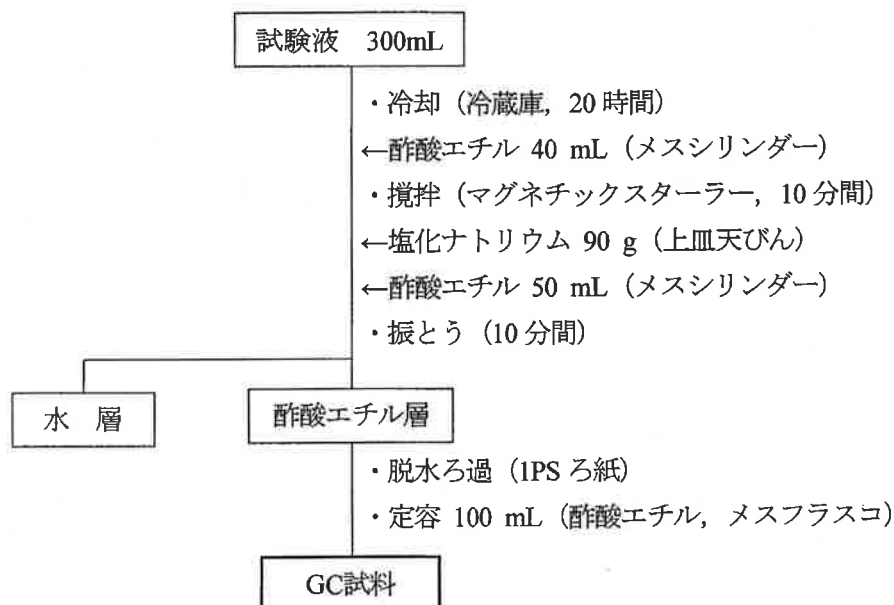
## 2.5 試験液の分析

培養期間終了後、試験液中の被験物質について分析した。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。そこで、溶存有機炭素 (DOC) については、その分析用試料を調製するための前処理操作において被験物質の揮発による損失が考えられたため、分析は行わなかった。また、試験液のpH測定についても実施しなかった。

## 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 (GC) 試料を調製した。

フロースキーム



## 2.5.2 被験物質の定量分析

GC 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 302 mg/L のピーク面積と GC 試料のピーク面積とを比較し、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  $1700 \mu\text{V} \cdot \text{sec}$  (被験物質濃度 2.9 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 m $\times$ 0.25 mm I.D. フェーズドシリカ製
カ ラ ム 温 度	110 $^{\circ}\text{C}$
試料導入部温度	240 $^{\circ}\text{C}$
キャリアガス	ヘリウム
線 速 度	30 cm/sec
水 素	40.0 mL/min
空 気	400.0 mL/min
注 入 量	1 $\mu\text{L}$
導 入 モ ー ド	スプリット
スプリット比	10:1
検 出 器 温 度	240 $^{\circ}\text{C}$
検 出 器 感 度	レンジ 1

## (2) 標準溶液の調製

供試試料 31.5  $\mu\text{L}$  (被験物質 30.2 mg = 31.5  $\mu\text{L} \times 0.9593 \text{ g/cm}^3$ ) を分取し、酢酸エチルに溶解して 1010 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 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 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 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	93.1%, 94.0%	平均	93.6%
(汚泥 + 被験物質) 系回収率	94.2%, 95.3%	平均	94.8%

## 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。

なお、(水+被験物質)系における被験物質残留率が 90%未満 (52%) 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)

## 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(減少率)の最大値と最小値の差	BOD 分解度	5%	20%未満	5.3 項 分解度
	被験物質減少率	18%		
アニリンのBOD分解度	7日後	57%	40%以上	Table-1 Fig. 1
	14日後	68%	65%以上	
汚泥ブランク系のBOD値	28日後	12.1 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、被験物質は揮発性物質と考えられたため、培養終了後の(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	不溶物は認められなかった。 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認められなかった。 汚泥の増殖は認められなかった。 試験液は無色であった。	-

## 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 <sup>*3</sup>	mg	2.2	-3.7	-4.2	-1.5	52.3	1	1
被験物質残留量 及び残留率 (GC)	mg	15.6	21.7	25.3	27.0	30.2	3	4
	%①	52	72	84	90	-		

\*3 (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。

## 5.3 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(52%)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	-8	-3	0 (-6) <sup>*1</sup>	1
被験物質減少率 (GC)	%	28	16	10	18	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。

## 5.4 考 察

## (1) BOD分解度

BOD分解度は-8%~-3%であり、被験物質は微生物によって分解されなかったと考えられる。なお、汚泥ブランク系のBOD値が12.1 mgと若干高い値であったが、本試験と同ロットの活性汚泥を用いて実施した分解度試験における汚泥ブランク系のBOD値は4.6~14.6 mg(平均8.5 mg)であった。このことから、本試験で得られた汚泥ブランク系のBOD値は、そのばらつきの範囲内であり異常値ではないと判断された。

## (2) 被験物質分析

被験物質残留率は(水+被験物質)系で52%、(汚泥+被験物質)系で72%、84%及び90%と低い値となった。この原因として被験物質の生分解や変化が考えられたが、(1)よりBOD分解度は低く、被験物質分析のGCクロマトグラム上において変化物由来のピークは認められなかったことから、その他の要因が示唆された(Fig. 4参照)。

## (3) ソーダライム分析

本試験に先立って行った予備検討において、一部の被験物質は試験容器内に装着した炭酸ガス吸収剤であるソーダライムから検出された。そこで、本試験のソーダライムについて前処理を行い、被験物質を分析したところ、理論量に対し0~36%の被験物質が検出された(6.2参照)。この結果から、(2)において被験物質残留率が低かった原因は、一部の被験物質が揮発しソーダライムに移行したためと考えられた。

## (4) 被験物質の収支

被験物質について、試験液分析における残留率及びソーダライム分析における検出率を合計し、収支を求めたところ、(水+被験物質)系で88%、(汚泥+被験物質)系で93%、92%及び90%といずれも100%に満たなかった。(2)より被験物質分析において変化物は検出されなかったこと及び本試験に先立って行った予備検討より、ソーダライム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%残留したことから、収支不足の原因は被験物質の変化ではなく被験物質がソーダライムから完全に回収されなかったためと考えられる(6.1参照)。

## (5) ま と め

(1)~(4)より、一部の被験物質は揮発し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と考えられる。なお、(汚泥+被験物質)系において70%以上の被験物質が試験液に保持されていること、並びに6.1におけるソーダライム非装着系の(汚泥+被験物質)系において被験物質が微生物により分解されていないことから、上記のソーダライム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。

## 5.5 結 論

本試験条件下において、一部の被験物質は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。

## 6. 備 考

## 6.1 ソーダライム非装着系の被験物質分析(予備検討)

ソーダライム非装着による被験物質残留を確認するために、以下の検討を行った。

## (1) 試験液の調製及び培養条件

2.2に準じて(水+被験物質)系、(汚泥+被験物質)系及び汚泥ブランク系を各1点調製した。いずれの系も試験容器内にソーダライムを装着しなかった。

## 環 境 条 件

試験液培養温度	約25°C
試験液培養期間	2009年9月3日~2009年10月1日(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
実施場所	環境調節室

## (2) 試験液の前処理及び被験物質の定量分析条件

培養期間終了後、各試験液について2.5.1のフロースキームに従い、被験物質を定量分析するためのGC試料を調製し、2.5.2(1)に従って分析を行った。

## (3) 試験結果

被験物質は(水+被験物質)系及び(汚泥+被験物質)系共にほぼ理論量残留しており、GCクロマトグラム上に変化物と考えられるピークは認められなかった(References 1, 3及び下表参照)。

試験液中の被験物質の残留量及び残留率

		(水+被験物質)系	(汚泥+被験物質)系	理論量	Reference
被験物質残留量 及び残留率 (GC)	mg	29.9	31.0	30.2	1, 3
	%	99	103	-	

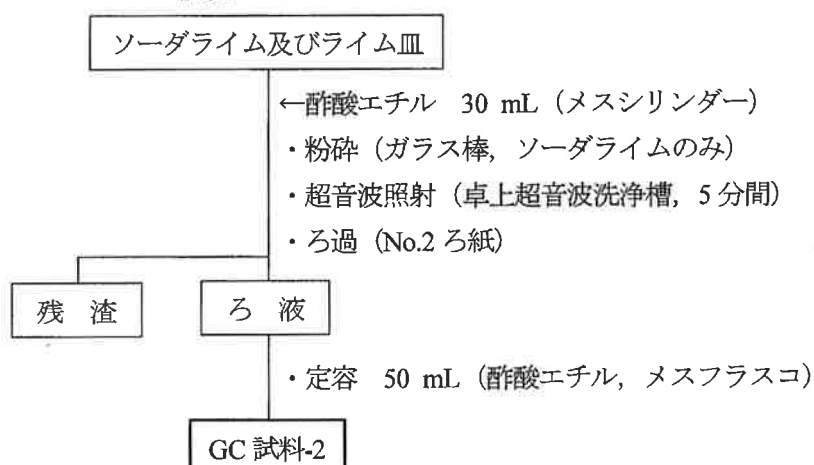


## 6.2 本試験におけるソーダライム中の被験物質分析

試験液における被験物質残留率が低い値となった原因を調査するために、ソーダライム中の被験物質について分析した。

## (1) 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ソーダライム及びライム皿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GC試料-2を調製した。



## (2) 被験物質の定量分析

(1)で前処理を行って得られたGC試料-2について、2.5.2に示す定量条件に従って被験物質を分析した。

## (3) 分析結果

分析結果は下記のとおりであった(References 2, 4 参照)。なお、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せず、ソーダライム分析試料中の被験物質濃度の補正は行わなかった。

		(水+被験物質)系	(汚泥+被験物質)系			理論量	Reference
		[1]	[2]	[3]	[4]		
被験物質検出量及び検出率 (GC, ソーダライム)	mg	10.8	6.5	2.4	0	30.2	2, 4
	%②	36	21	8	0	-	
物質収支 (①*4+②)	%	88	93	92	90	-	-

\*4 5.2 試験液の分析結果における被験物質残留率

## 6.3 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	: 7 頁参照	
振とう機	: タイテック製	SR-2w

## 6.4 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. 205179		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]	54.8	57	68.1	68	78.4	77	81.0	76	
[5]	3.4	-	6.9	-	8.5	-	12.1	-	
[2]	3.3	0	5.1	-3	6.6	-4	8.4	-7	-6
[3]	3.4	0	5.1	-3	6.4	-4	7.9	-8	
[4]	5.1	3	7.3	1	9.0	1	10.6	-3	
[1]	1.2	-	1.8	-	1.8	-	2.2	-	

Deg. : Percentage biodegradation

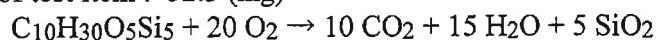
Vessel No. [6] : Sludge + aniline  
 Vessel No. [5] : Control blank [B]  
 Vessel No. [2] [3] [4] : Sludge + test item  
 Vessel No. [1] : Water + test item

Test item of 30.2 mg was added.

Chart of BOD : Fig. 1

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

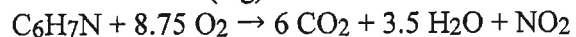
TOD of test item : 52.3 (mg)



$$20 \text{O}_2 / \text{C}_{10}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{Si}_5 = 639.98 / 370.77 = 1.73$$

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

TOD of aniline : 90.3 (mg)



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

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

Dec.2,2009 Name XXXXXXXXXX

Table-2 Calculation table for recovery rate of test item

Study No. 205179

Sample description	A	D	E	F
Standard solution 302 mg/L	208318			
Water + test item -1	193926	28.1	93.1	93.6
Water + test item -2	195840	28.4	94.0	
Sludge + test item -1	196291	28.5	94.2	94.8
Sludge + test item -2	198541	28.8	95.3	
Control blank	n.d.			

Amount of test item added : 30.2 (mg)

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

B : Final volume : 100 (mL)

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

D : Recovery amount (mg)

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

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

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

October 6, 2009

Name 

Table-3 Calculation table for percentage decrease of test item

Study No. 205179

Sample description	A	E	F	G	H
Standard solution 302 mg/L	179395				
[1] Water + test item	86801	15.6	52		
[2] Sludge + test item	122359	21.7	72	28	
[3] Sludge + test item	142478	25.3	84	16	18
[4] Sludge + test item	152323	27.0	90	10	
[5] Control blank	n.d.				

Amount of test item added : 30.2 (mg)

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

B : Final volume : 100 (mL)

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

D : Recovery rate : 93.6 (%) (Water + test item)  
94.8 (%) (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. 4

February 17, 2010 Name 

Reference 1 Calculation table for percentage residue of test item  
(without CO<sub>2</sub> absorbent)

Study No. 205179

Sample description	A	E	F
Standard solution 302 mg/L	208994		
Water + test item -2	193739	29.9	99
Sludge + test item -2	203438	31.0	103
Control blank	n.d.		

Amount of test item added : 30.2 (mg)

A : Peak area (μV·sec)

B : Final volume : 100 (mL)

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

D : Recovery rate : 93.6 (%) (Water + test item)  
94.8 (%) (Sludge + test item)

E : Residual amount of test item (mg)

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

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

F : Percentage residue (%)

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

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

See Reference 3

February 8, 2010

Name 

Reference 2 Calculation table for percentage detection of test item (CO<sub>2</sub> absorbent)

Study No. 205179

Sample description	A	D	E	F
Standard solution 302 mg/L	179112			
[1] Water + test item	128612	10.8	36	36
[2] Sludge + test item	76728	6.5	21	
[3] Sludge + test item	28688	2.4	8	10
[4] Sludge + test item	n.d.	0	0	
[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 : Detected 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 Reference 4

December 3, 2009

Name 

Study No. 205179 ( Test item K-1842 )

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 (Nov.4,2009 - Dec.2,2009)

Note: —

Vessel No.	Sample Description	BOD (mg)			
		7th day	14th day	21st day	28th day
[1]	Water + test item	1.2	1.8	1.8	2.2
[2]	Sludge + test item	3.3	5.1	6.6	8.4
[3]	Sludge + test item	3.4	5.1	6.4	7.9
[4]	Sludge + test item	5.1	7.3	9.0	10.6
[5]	Control blank [B]	3.4	6.9	8.5	12.1
[6]	Sludge + aniline	54.8	68.1	78.4	81.0

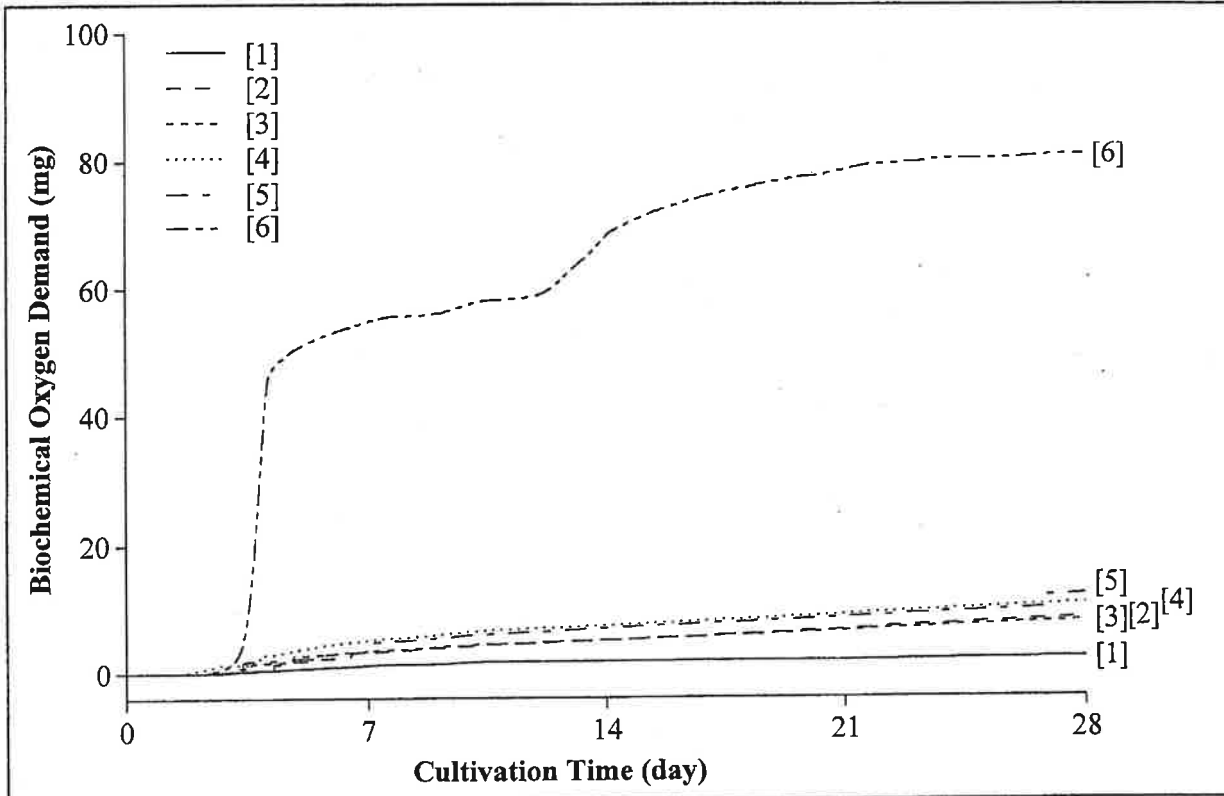


Fig. 1 Chart of BOD.

Dec.2,2009 Name \_\_\_\_\_

