

最 終 報 告 書

3,3-ジメチル-2-ブタノン（被験物質番号 K-1601変化物）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験

（試験番号：81601変K）

化学物質環境研究所
化学物質環境研究所
化学物質環境研究所
化学物質環境研究所

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 新エネルギー・産業技術総合開発機構

試験の表題 3,3-ジメチル-2-ブタノン（被験物質番号 K-1601変化物）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験

試験番号 81601変K

上記試験は、「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める省令第4条に規定する試験施設に関する基準」（環保業第39号、薬発第229号、59基局第85号、昭和59年3月31日、平成12年3月1日改正）及び「OECD Principles of Good Laboratory Practice」(November 26, 1997)に従って実施したものです。

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。

2002年12月16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 新エネルギー・産業技術総合開発機構

試験の表題 3,3-ジメチル-2-ブタノン（被験物質番号 K-1601変化物）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験

試験番号 81601変K

上記試験は財団法人化学物質評価研究機構久留米事業所の信頼性保証部門が監査又は査察を実施しており、監査又は査察を行った内容、日付並びに試験責任者及び運営管理者に報告を行った日付は以下の通りです。

監査又は査察内容	監査又は査察日	報告日（試験責任者）	報告日（運営管理者）
試 験 計 画 書	2002 年 11 月 25 日	2002 年 11 月 25 日	2002 年 11 月 25 日
	2002 年 11 月 28 日	2002 年 12 月 2 日	2002 年 12 月 2 日
試 験 実 施 状 況	2002 年 11 月 26 日	2002 年 12 月 2 日	2002 年 12 月 2 日
	2002 年 11 月 28 日	2002 年 12 月 2 日	2002 年 12 月 2 日
生データ及び最終報告書	2002 年 12 月 16 日	2002 年 12 月 16 日	2002 年 12 月 16 日

本最終報告書は、試験の方法が正確に記載されており、内容が試験計画及び標準操作手順に従い、かつ、生データを正確に反映していることを保証します。

2002 年 12 月 16 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. 分配係数試験の実施	6
3. 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	12
4. 試験結果	12
5. 備 考	13

Tables

Table-1 1-オクタノール層計算表

Table-2 水層計算表

Table-3 物質収支計算表

Table-4 分配係数計算表

Figures

Fig. 1 検量線用GCクロマトグラム及び検量線 (1-オクタノール層)

Fig. 2 検量線用GCクロマトグラム及び検量線 (水層)

Fig. 3 1-オクタノール層分析GCクロマトグラム

Fig. 4 水層分析GCクロマトグラム

Fig. 5-1 被験物質の赤外吸収スペクトル (実験開始前)

Fig. 5-2 被験物質の赤外吸収スペクトル (実験終了後)

表 題	3,3-ジメチル-2-ブタノン（被験物質番号 K-1601変化物）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験
試験委託者	新エネルギー・産業技術総合開発機構 （〒170-6028）東京都豊島区東池袋三丁目1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 （〒830-0023）福岡県久留米市中央町 19-14
試験目的	K-1601変化物の1-オクタノールと水との間の分配係数について知見を得る。
試験法	「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律の運用について」（昭和62年3月24日、薬発第291号・62基局第171号）において規定する「OECD Test Guideline（〔C(81)30最終別添1〕）107において規定されている化学物質の分配係数（1-オクタノール／水）測定方法の解説」及び「OECD Guideline for Testing of Chemicals」に定める“Partition Coefficient (n-octanol/water): Shake Flask Method (Guideline 107, July 27, 1995)”に準拠した。
適用 G L P	(1) 化学物質GLP 「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める省令第4条に規定する試験施設に関する基準」（環保業第39号、薬発第229号、59基局第85号、昭和59年3月31日、平成12年3月1日改正）を適用した。 (2) OECD-GLP 「OECD Principles of Good Laboratory Practice」（November 26, 1997）を適用した。

試験日程

試験開始日	2002年11月25日
実験開始日	2002年11月26日
実験終了日	2002年11月26日
試験終了日	2002年12月16日

試験資料の保管

(1) 被験物質


被験物質約5gを保管用容器に入れ密栓後、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、試験依頼書、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


 所属 試験第一課

 試験担当者
 (分配係数試験の実施)




最終報告書の承認

2002 年 12 月 16 日

試験責任者




要 約

試験の表題

3,3-ジメチル-2-ブタノン（被験物質番号 K-1601変化物）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験

試験条件

(1) 被験物質添加量 5.37mg

(2) 測定条件

(単位 mL)

	測定条件-1	測定条件-2	測定条件-3
水飽和1-オクタノール層	5	10	20
1-オクタノール飽和水層	30	25	15

(3) 試験温度 24.7℃

(4) 回転数及び時間 20回／分, 5分間

(5) 試験連数 2

(6) 分析方法 ガスクロマトグラフィー (GC)

試験結果

	測定値 (log Pow)		全平均
	a	b	
測定条件-1	1.29	1.29	1.31
測定条件-2	1.32	1.30	
測定条件-3	1.32	1.31	

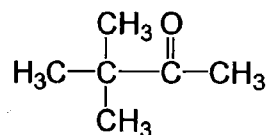
1. 被 験 物 質

本報告書においてK-1601変化物は、次の名称等を有するものとする。

1.1 名 称 3,3-ジメチル-2-ブタノン

1.2 構造式等

構造式



分子式 $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$

分子量 100.16

CAS No. 75-97-8

1.3 入手先、商品名、等級及びロット番号^{*1}

(1) 入 手 先

(2) 商 品 名

(3) 等 級

(4) ロット番号

^{*1} 入手先添付資料による。

1.4 純 度^{*1}

被 験 物 質 99.4%(GC)

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

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赤外吸収スペクトルと久留米事業所において測定したデータが一致することを確認した (Fig. 5参照)。

1.6 保管条件及び保管条件下での安定性

(1) 保管条件 冷暗所保存

(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. 5参照)。

2. 分配係数試験の実施

2.1 試験装置、溶媒及び環境条件

(1) 試験装置

回転振とう機	旭テクネイオン製
回転数及び時間	回転数 20回/分; 時間 5分間
平衡容器	全容量 37mL共栓付ガラス製遠心管
遠心分離機	佐久間製作所製 型RSL-05 1000×g, 20分間 (25±1℃)

(2) 溶 媒

1-オクタノール	ナカライテスク製 分配係数測定用 ロット番号 M2G5111
精 製 水	高杉製薬製 日本薬局方（蒸留後、イオン交換樹脂を 通して精製処理したもの） ロット番号 A151

(3) 環境条件

実 施 場 所	441恒温室
試 験 温 度	24.7℃

2.2 溶媒の調製

1-オクタノールと精製水とをガラス製容器で24時間以上振とうした後、分離し、それぞれの飽和溶媒として使用した。水飽和1-オクタノール中の水分濃度をカールフィッシャー水分計を用いて測定し、1-オクタノール飽和水中の1-オクタノール濃度をガスクロマトグラフを用いて測定し、各濃度が基準値を満足することを確認した。なお、1-オクタノール飽和水の使用時のpHは6.8であった。

2.3 被験物質溶液の調製

被験物質62 μ L [添加量49.9mg=62 μ L \times 0.8053g/cm³ (密度)] を分取し、水飽和1-オクタノールに溶解して被験物質溶液を調製し、被験物質濃度を測定した。被験物質の測定濃度は1070mg/L (10.7×10^{-3} mol/L) であった。

2.4 試験溶液の調製及び被験物質の添加

下表に従って測定条件ごとに、2.2で調製した水飽和1-オクタノール及び1-オクタノール飽和水と2.3で調製した被験物質溶液5mL (被験物質添加量 5.37mg) を平衡容器に添加した。なお、水飽和1-オクタノールの数値は、被験物質溶液の添加量を含んだものとした。測定は2連で実施した。

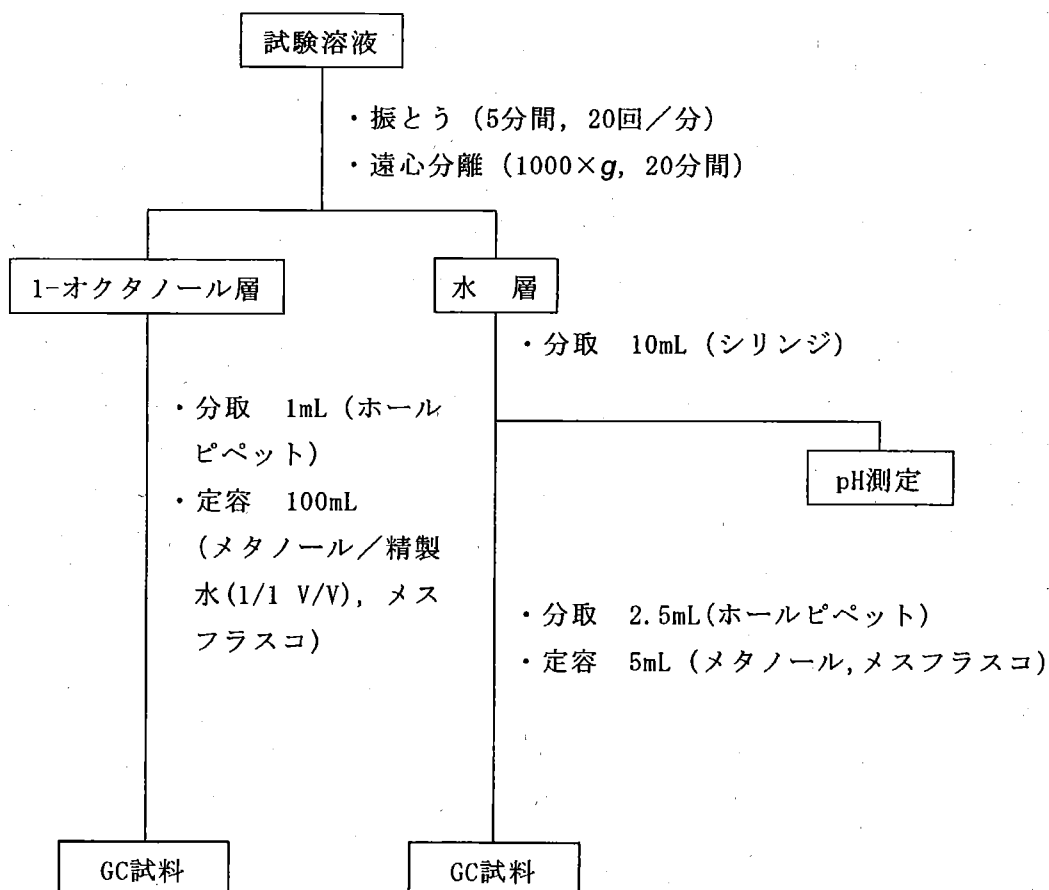
(単位 mL)

	測定条件-1	測定条件-2	測定条件-3
水飽和1-オクタノール層	5	10	20
1-オクタノール飽和水層	30	25	15

2.5 試験操作

2.4に基づき調製した試験溶液を以下のフロースキームに従って分配し、試験温度に保ちながら1-オクタノール層と水層に分離し、それぞれ前処理を行い、ガスクロマトグラフィー（GC）試料とした。また、試験時の温度及び水層のpHを測定した。

フロースキーム



2.6 被験物質の定量分析

前処理を行って得られたGC試料について、下記の定量条件に基づきガスクロマトグラフィーにより定量分析を行った。GC試料中の被験物質の濃度は標準溶液及びGC試料のクロマトグラム上で得られたピーク面積とを比較し、比例計算して求めた (Table-1, 2, Fig. 3, 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、1-オクタノール層分析において $950\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ (被験物質濃度 0.252mg/L)、水層分析において $3500\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ (被験物質濃度 0.711mg/L) とした (Fig. 1, 2参照)。

(1) 定量条件

機	器	ガスクロマトグラフ
		島津製作所製 GC-17A
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		G-100 膜厚 $2.0\mu\text{m}$ (化学物質評価研究機構製)
		$40\text{m}\times 1.2\text{mm I.D.}$ ガラス製
カ ラ ム 温 度		40°C (9min) \rightarrow 145°C (5min)
昇 温 速 度		$50^{\circ}\text{C}/\text{min}$
試料導入部温度		150°C
キャリアーガス		ヘリウム
全 流 量		$20\text{mL}/\text{min}$
水	素	60kPa
空	気	50kPa
注 入 量		$1.0\mu\text{L}$
検 出 器		
温 度		150°C
感 度		レンジ 10^0

(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37 μ L [添加量29.8mg=37 μ L \times 0.8053g/cm³ (密度)] を分取し、メタノールに溶解して993mg/Lの被験物質溶液を調製した。これを1-オクタノール層分析用としてメタノール/精製水(1/1 V/V)*²で希釈して4.97mg/L、水層分析用としてメタノール/1-オクタノール飽和水(1/1 V/V)で希釈して14.9mg/Lの標準溶液とした。

*2 1vol% 水飽和1-オクタノール含有

(3) 検量線の作成

(2)の標準溶液の調製と同様にして、1-オクタノール層分析用として2.48、4.97及び9.93mg/L、水層分析用として7.45、14.9及び29.8mg/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. 1, 2参照)。

2.7 分配係数の算出

水層中の被験物質濃度及び1-オクタノール層中の被験物質濃度より、以下の式に従って被験物質の分配係数を算出した。

$$\log \text{Pow} = \log \frac{C_o}{C_w}$$

C_o : 1-オクタノール層中の被験物質濃度 (mg/L)

C_w : 水層中の被験物質濃度 (mg/L)

計算結果は、分配係数 (Pow) は有効数字3ケタに丸めて表示し、分配係数の対数値 ($\log \text{Pow}$) は小数点以下2ケタに丸めて表示した。

2.8 数値の取扱い

数値の丸め方は、JIS Z 8401 : 1999 規則Bの方法に従った。

3. 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。

4. 試験結果

分配係数及び水層のpHは次のとおりであった。

4.1 分配係数測定結果

(Table-4参照)

		Pow = $\frac{Co}{Cw}$	log Pow		
			測定値	平均値	全平均
測定条件-1	a	1.95×10	1.29	1.29	1.31 標準偏差 =0.014 最大差 =0.03
	b	1.96×10	1.29		
測定条件-2	a	2.09×10	1.32	1.31	
	b	1.99×10	1.30		
測定条件-3	a	2.09×10	1.32	1.32	
	b	2.04×10	1.31		

4.2 水層のpH測定結果

	測定値	
	a	b
測定条件-1	6.7	6.7
測定条件-2	6.9	6.9
測定条件-3	6.9	6.9

5. 備 考

試験に使用した主要な装置・機器、試薬

(1) 試験系に係わる装置

装置・機器

回転振とう機	:	6頁参照	
遠心分離機	:	6頁参照	
pHメーター	:	東亜電波工業製	HM-60S

(2) 分析に使用した装置・機器、特殊器具及び試薬

装置・機器

ガスクロマトグラフ	:	9頁参照	
フーリエ変換赤外分光光度計	:	島津製作所製	FTIR-8200PC

試薬

メタノール	:	和光純薬工業製	HPLC用
-------	---	---------	-------

(3) 溶媒の調製及び分析に使用した装置・機器及び試薬

装置・機器

ガスクロマトグラフ	:	島津製作所製	GC-9A
カールフィッシャー水分計	:	京都電子工業製	MKS-500
天びん	:	メトラー社製	AT200
		ザルトリウス社製	BP301S
振とう機	:	タイテック製	SR-2W

試薬

1-オクタノール	:	ナカライテスク製	分配係数測定用
		ナカライテスク製	試薬一級
精製水	:	高杉製薬製	日本薬局方
メタノール	:	和光純薬工業製	HPLC用
脱水溶剤ML (メタノール)	:	三菱化学製	カールフィッシャー滴定試薬
滴定溶媒 (ハイドラールコンボジット2)	:	RdH Laborchemikalien GmbH製	
		水分測定用	新カールフィッシャー試薬