

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 ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）の微生物による分解
度試験

試験番号 205098

本最終報告書（電子媒体上のPDFファイル）は、上記試験の最終報告書を正確にコピー
したものです。

2006年3月30日

試験責任者



最 終 報 告 書

ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）の微生物による分解度試験
(試験番号：205098)

2006 年 3 月 29 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 ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）の微生物による分解
度試験

試験番号 205098

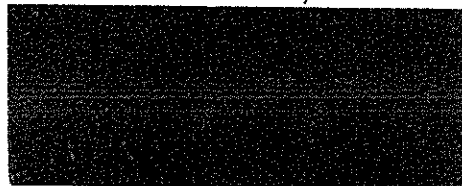
上記試験は以下のGLPに従って実施したものです。

- (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。

試験責任者

2006 年 3 月 29 日



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 ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）の微生物による分解
度試験

試験番号 205098

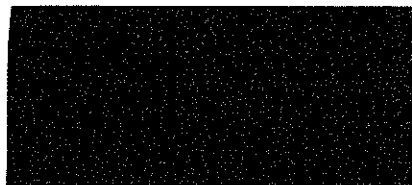
本最終報告書は、試験の方法、手順が正確に記載され、試験結果は生データを正確に反映していることを保証します。

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 1 月 16 日	2006 年 1 月 16 日
試験計画書	2006 年 1 月 16 日	2006 年 1 月 16 日
試験計画書の変更	2006 年 3 月 16 日	2006 年 3 月 16 日
培養開始時	2006 年 1 月 17 日	2006 年 1 月 17 日
中間時	2006 年 1 月 31 日	2006 年 1 月 31 日
培養終了時	2006 年 2 月 14 日	2006 年 2 月 15 日
	2006 年 2 月 15 日	2006 年 2 月 15 日
生データ、最終報告書草案	2006 年 3 月 22 日	2006 年 3 月 23 日
最終報告書	2006 年 3 月 29 日	2006 年 3 月 29 日

2006 年 3 月 29 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. 分解度試験の実施	6
3. 試験条件の確認	13
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	13
5. 試験結果	13
6. 備 考	15

表 題	ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）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	クローズドボトル法により、K-1429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。 「OECD Guidelines for Testing of Chemicals」に定める"Ready Biodegradability: Closed Bottle Test (Guideline 301D, 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1月16日
実験開始日	2006年1月17日
実験終了日	2006年2月14日
試験終了日	2006年3月29日

試験資料の保管

(1) 被験物質

入手試料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


 所属 試験第一課

 試験担当者
 (分解度試験の実施)



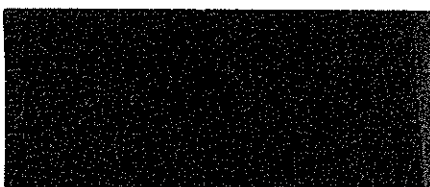





最終報告書の承認

2006年3月29日

試験責任者



要 約

試験の表題

ペルフルオロヘプタン（被験物質番号 K-1429）の微生物による分解度試験

試験条件

(1) 有機物質濃度	10.5mg/L（被験物質濃度として9.58mg/L）
(2) 植 種 源 濃 度	1滴/L
(3) 試 験 液 量	100mL
(4) 試験液培養温度	20±1℃
(5) 試験液培養方法	密栓状態で連続攪拌
(6) 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) 溶存酸素（DO）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

(1) BOD分解度	3%,	8%	平均	6%
(2) 被験物質分解度（GC）	-3%,	2%	平均	0% (-1%) *1

*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。

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。

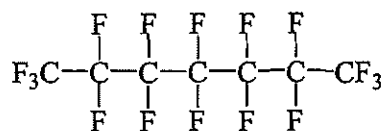
1. 被 験 物 質

本報告書においてK-1429は、次の名称等を有するものとする。

1.1 名 称 ペルフルオロヘプタン

1.2 構造式等

構造式



分子式	C ₇ F ₁₆
分子量	388.05
CAS番号	335-57-9

1.3 入手先、商品名及びロット番号^{*2}

- (1) 入 手 先
(2) 商 品 名
(3) ロット番号



^{*2} 入手先添付資料による。

1.4 純 度^{*3}

(1) 被 験 物 質	91.4% (GC及びGC-MSによる)
(2) 不 純 物	テトラデカフルオロヘキサン 3.1% (GC及びGC-MSによる)
	不明成分 (有機物質) 5.5%

被験物質は純度で補正して取り扱った。

*3 入手試料はGCクロマトグラム上に多数のピークが検出され、ピーク比が1%以上の6本のピークについてGC-MSで同定した。このうち、3本のピークが被験物質の質量数と一致した。これらのピークは被験物質の異性体を含むと考えられるが、いずれのピークが被験物質であるか特定できないため、被験物質の質量数と一致する3本のピークを被験物質とし、GCクロマトグラムにおけるこれらのピーク面積より、純度を91.4%とした。

1.5 被験物質の確認

赤外吸収スペクトル (Fig.4参照) により構造を確認した。また、質量スペクトルはNIST Chemistry Web Bookに記載のスペクトルを参考にして確認した (Fig.5参照)。

1.6 保管条件及び保管条件下での安定性確認

- | | |
|-------------|---------------------------------------------------------------------------|
| (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入手試料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.4参照)。 |

2. 分解度試験の実施

2.1 試験の準備

(1) 植種源の採取

採取植種源	都市下水処理場二次放流水
採取場所	福岡県久留米市中央浄化センター
採取日	2006年 1月17日

(2) 植種源の準備

上記で採取した植種源をNo2ろ紙でろ過し、ろ液を植種源とした。植種源は使用するまで好気状態に保った。

(3) 無機培地の調製

クローズドボトル法で定められたA、B、C及びD液各1mLに精製水（高杉製薬製 日本薬局方）を加えて1Lとする割合で混合した。

A液：りん酸二水素カリウム 8.50g、りん酸水素二カリウム 21.75g、りん酸水素二ナトリウム・2水和物 33.40g及び塩化アンモニウム 0.50gを精製水に溶解し、1Lとする割合で調製した。

B液：塩化カルシウム無水物 27.50gを精製水に溶解し、1Lとする割合で調製した。

C液：硫酸マグネシウム・7水和物 22.50gを精製水に溶解し、1Lとする割合で調製した。

D液：塩化鉄(Ⅲ)・6水和物 0.25gを精製水に溶解し、1Lとする割合で調製した。

(4) 植種源の添加

無機培地1Lに対し、(2)で調製した植種源を先の尖ったピペットで1滴の割合で添加した。

(5) 対照物質

安息香酸ナトリウム（Aldrich製 ロット番号 03514AB）を用いた。

2.2 試験液の調製

試験容器を35個用意し、試験液を下記の方法で調製し、これらの試験液について、2.3の条件で培養を行った。

なお、入手試料中に含まれる不純物がBODに寄与する可能性が考えられたため、有機物質濃度が10.5mg/Lになるように入手試料を添加した。

(1) (水+被験物質) 系 (2個)

試験容器に精製水を満たし、有機物質濃度が10.5mg/Lになるように入手試料をマイクロシリンジで0.60μL [添加量1.05mg=0.60μL×1.7465g/cm³ (密度)] 分取して添加した。

(2) (植種源+被験物質) 系 (12個)

試験容器に植種源を含む無機培地を満たし、有機物質濃度が10.5mg/Lになるように入手試料をマイクロシリンジで0.60μL [添加量1.05mg=0.60μL×1.7465g/cm³ (密度)] 分取して添加した。

(3) (植種源+安息香酸ナトリウム) 系 (10個)

植種源を含む無機培地で安息香酸ナトリウム3.00mg/L溶液を調製し、これを試験容器に満たした。

(4) 植種源ブランク系 (11個)

試験容器に植種源を含む無機培地を満たした。

2.3 試験液培養装置及び環境条件

- (1) 試験液培養装置 インキュベーター（三洋電機製 MIR-552）
- (2) 試験容器 100mL容培養瓶
- (3) 試験液培養温度 $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$
- (4) 試験液培養方法及びその選択理由
- 培養方法：密栓状態で連続攪拌した。
- 攪拌はマグネチックスターラーにて行った。
- 選択理由：被験物質は試験液に溶解しないため。
- (5) 試験液培養期間 28日間（遮光下）
- (6) 実施場所 クーロ室A

2.4 溶存酸素（DO）の測定

（水＋被験物質）系を除く、各試験液について「ウインクラー・アジ化ナトリウム変法」（JIS K 0102-1998の32.1）によりDOを測定し、生物化学的酸素消費量（BOD）を算出した。

分析日及び連数

- (1) （植種源＋被験物質）系
- 分析日 試験液培養開始時、7、14、21及び28日後
- 連 数 $n=2$
- (2) （植種源＋安息香酸ナトリウム）系
- 分析日 試験液培養開始時、7、14、21及び28日後
- 連 数 $n=2$
- (3) 植種源ブランク系
- 分析日 試験液培養開始時、7、14、21及び28日後
- 連 数 $n=2$

2.5 試験液の分析

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。

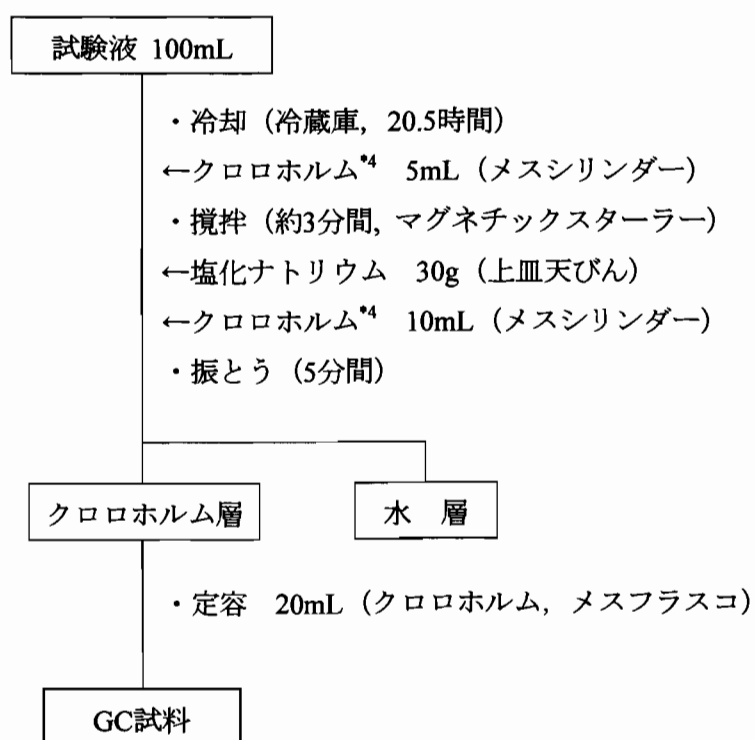
分析連数

- | | |
|-------------------------------|-----|
| (1) (水+被験物質) 系及び (植種源+被験物質) 系 | n=2 |
| (2) 植種源ブランク系 | n=1 |

2.5.1 試験液の前処理

(水+被験物質) 系、(植種源+被験物質) 系及び植種源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



*4 予め冷却したものを使用した。

2.5.2 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45.2mg/Lの3本のピークの総面積とGC試料の3本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.3参照）。

ピーク面積の定量下限は、ノイズレベルを考慮して $100\mu\text{V} \cdot \text{sec}$ （被験物質濃度0.27mg/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
	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	NEUTRABOND-1 膜厚 $1.5\mu\text{m}$ （ジーエルサイエン 製）
	60m \times 0.25mmI.D. フューズドシリカ製
カ ラ ム 温 度	40 $^{\circ}\text{C}$ （6min） \rightarrow 100 $^{\circ}\text{C}$ （5min）
昇 温 速 度	15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
試料導入部温度	150 $^{\circ}\text{C}$
キャリアガス	ヘリウム
線 速 度	30cm/s
水 素	40mL/min
空 気	400mL/min
注 入 量	2.0 μL
導 入 モ ー ド	スプリット
スプリット比	5 : 1
検 出 器	
温 度	150 $^{\circ}\text{C}$
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。

入手試料17.0 μ L [被験物質27.1mg=17.0 μ L \times 1.7465g/cm³ (密度) \times 0.914 (含有率)] をマイクロシリンジで分取し、クロロホルムに溶解して905mg/Lの被験物質溶液を調製した。クロロホルムで希釈して45.2mg/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11.3、22.6及び45.2mg/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3本のピークの総面積と濃度により検量線を作成した (Fig.1参照)。

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(植種源+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に準じて調製した植種源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.2参照)。

(水 +被験物質) 系回収率	72.8%,	70.8%	平均	71.8%
(植種源+被験物質) 系回収率	74.5%,	71.8%	平均	73.2%

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

$$\text{分解度 (\%)} = \frac{\text{BOD}_x^{*5}}{\text{TOD}^{*6}} \times 100$$

BOD_x^{*5} : x日後の（植種源＋被験物質）系の生物化学的酸素消費量
（測定値）（mgO₂/L）

TOD^{*6} : 有機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）（mgO₂/L）

*5 植種源ブランク系の生物化学的酸素消費量を差し引いた値。

*6 有機物質中の被験物質純度を100%として計算した。

(2) 被験物質分解度

$$\text{分解度 (\%)} = \frac{S_w - S_s}{S_w} \times 100$$

S_s : （植種源＋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の平均値
（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ていることから、本試験は有効であった（Table-1参照）。

	本試験における値	基準値	参照
BODから求めた安息香酸ナトリウムの14日後の分解度	62%, 69%	60%以上	Table-1-2
28日後の植種源ブランクの酸素消費量 ^{*7}	0.33mgO ₂ /L	1.5mgO ₂ /L以下	Table-1-1
容器中の残留酸素濃度	4.53mgO ₂ /L以上	0.5mgO ₂ /L以上	Table-1-1

*7 算出法：（0日後の平均溶存酸素濃度）－（28日後の溶存酸素濃度の低い方）

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、（植種源＋被験物質）系共に被験物質はほぼ理論量残留し、GCクロマトグラム上に被験物質及び不純物以外のピークは認められなかった。よって、変化物は生成しなかったと判断されたため分析対象としなかった。

		（水＋被験物質）系		（植種源＋被験物質）系		理論量	Table	Fig.
		[1]	[2]	[1]	[2]			
BOD ^{*5}	mgO ₂ /L	-	-	0.19	0.50	6.06	1	-
被験物質残留量及び残留率（GC） ^{*8}	mg	0.930	0.941	0.964	0.920	0.958 ^{*9}	3	3
	%	97	98	101	96	-		

*8 クロマトグラム上の3本のピークの総面積を用いて算出した。

*9 0.958mg＝入手試料0.60μL×1.7465g/cm³（入手試料の密度）×0.914（被験物質含有率）

5.2 分 解 度

分解度は下記のとおりであった。

		(植種源+被験物質) 系 () 内は平均値				Table
		7日後	14日後	21日後	28日後	
BOD分解度	%	4 0 (2)	6 5 (6)	3 5 (4)	3 8 (6)	1
被験物質分解度 (GC)	%	- -	- -	- -	-3 2 (0(-1)* ¹)	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。

5.3 考 察

入手試料はGCクロマトグラム上に多数のピークが検出され、ピーク比が1%以上の6本のピークについてGC-MSで同定した。このうち、3本のピークが被験物質の質量数と一致した。これらのピークは被験物質の異性体を含むと考えられるが、いずれのピークが被験物質であるか特定できないため、被験物質の質量数と一致する3本のピークを被験物質とし、本試験を実施した。

被験物質とした各ピーク成分についての分解度は下表のとおりであった。本試験条件下においていずれの成分も微生物により分解されなかった。なお、ピーク3の分解度が-6%及び-21%とばらついたが、これはピーク3が総面積に対して約3%と含有率が低いためであると考えられる。

被験物質のピーク毎の分解度

		(汚泥+被験物質) 系			Reference
		[1]	[2]	平 均	
ピーク1	%	-2	1	0 (-1)* ¹	1
ピーク2	%	-4	4	0	2
ピーク3	%	-6	-21	0 (-13)* ¹	3

5.4 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。