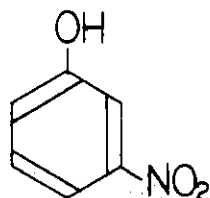


分 解 度 試 験 報 告 書

1. 試 料 名 m-ニトロフェノール (試料No K-493)

分 子 式 $C_6H_5NO_3$ 分子量: 139.1

構 造 式



同 定 赤外分光光度計 (図-III-5参照)

性 状

外 観 ほとんど無色の柱状晶

沸 点 $194^{\circ}/70\text{ mmHg}$

融 点 ($^{\circ}\text{C}$) 97

比 重 1.2797

(化学大辞典による)

純 度 (%) 99 (特級試薬使用)

溶 解 性 対水-可溶

対エタノール, エーテル-きわめて易溶

対石油エーテル-不溶

2. 試験の内容

第1回試験

I-1 試験期間 昭和54年11月13日 ~ 昭和55年3月13日

I-2 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号
 薬 発 第 615 号
 49 基 局 第 392 号

} 微生物等による
 } 化学物質の分解度試験による

I-2-1 試験条件

(a) 生分解試験条件

(1) 微生物源: 標準活性汚泥 (30 ppm)

(2) 供試物質濃度: 100 ppm

(3) 試験期間: (28) 日間

(b) 試験装置

閉鎖系酸素消費量測定装置 標準型

(c) 試料の採取

供試物質は固体のため天秤で30mg精秤し、各培養ビンに添加した。

(d) BCD測定装置へのセット状況

	状 況	pH
仕込時	すぐに溶解し、水系は微黄色、汚泥系は黄色に着色していた。	水 系 5.5 汚泥系 6.9
途 中	水系は微黄色であり、汚泥系は1点のみ無色になって汚泥の増殖がみられた。他の2点には変化は認められなかった。	—
終了時	同 上	水 系 5.2 汚泥系 7.0

I-2-2 直接定量分析

(a) 使用分析機器及び条件

全有機炭素分析計

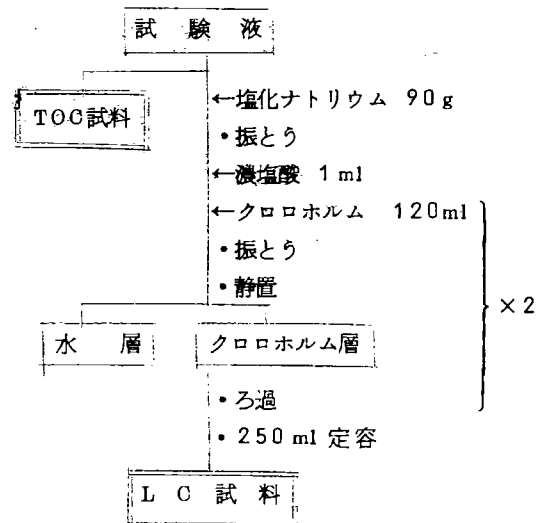
型 式 島津 TOC-10A
T C 炉
温 度 950℃
流 量 200 ml/min

高速液体クロマトグラフ

型 式 CBC組立
固 定 相 Shodex GPC
溶 離 液 クロロホルム
波 長 271 nm
検 出 器 UV

(b) 分析試料の前処理

・操作 ← 添加



I-3 試験結果

	分解度(%)	付 図	付 表
酸素消費量による結果	[4] 11	I-1	—
	[5] 80		
TOC計による結果	[4] 4	I-2	I-1
	[5] 99		
	[6] * 0		
LO による結果	[4] 0	I-3	I-2
	[5] 100		
	[6] 0		

7日目のアニリンの分解度 70 %

* 備考参照

I-4 備 考

[6] (汚泥 + 試料) - 3 については、クーロメーターの機械的なエラーが生じたため、3週目にクーロメーターから取りはずし、その後はオープン系にて1週間培養し、TOC, LO 分析を行った。

第2回試験

Ⅱ-1 試験期間 昭和55年5月14日 ~ 昭和55年6月14日

Ⅱ-2 試験方法及び条件

環 保 業 第 5 号 } 微生物等による
 案 発 第 615 号 } 化学物質の分解度試験による
 49 基局第 392 号 }

Ⅱ-2-1 試験条件

(a) 生分解試験条件

- (1) 微生物源：標準活性汚泥 (100 ppm)
- (2) 供試物質濃度：30 ppm
- (3) 試験期間：(28) 日間

(b) 試験装置

閉鎖系酸素消費量測定装置 標準型

(c) 試料の採取

供試物質は固体のため天秤で9 mg精秤し、各培養ビンに添加した。

(d) BOD測定装置へのセット状況

	状 況	pH
仕込時	試料は水に溶解し、その水溶液は淡黄色であった	7.0
途 中	2~3日目で色が消え、汚泥の増殖が見られた。	—
終了時	溶液は無色であり、汚泥の増殖が見られた	7.1

Ⅱ-2-2 直接定量分析

(a) 使用分析機器及び条件

全有機炭素分析計

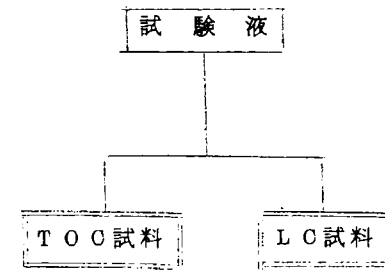
型 式 島津 TOC-10B
 T C 炉
 温 度 950 ℃
 流 量 180 ml/min

高速液体クロマトグラフ

型 式 CBO組立
 固 定 相 μ-Bondapak C₁₈
 溶 離 液 メタノール/水 (70/30)
 波 長 254 nm
 検 出 器 UV

(b) 分析試料の前処理

・ 操作 ← 添加



Ⅱ-3 試験結果

	分解度(%)	付 図	付 表
酸素消費量による結果*	<div>4</div> 0 <div>6</div> 39	Ⅱ-1	—
TOC 計による結果	100	Ⅱ-2	Ⅱ-1
LO による結果	100	Ⅱ-3	Ⅱ-2

7 日目のアニリンの分解度 67 %

* BOD 値に差が生じたため別々に分解度を算出した。

第3回試験

Ⅰ-1 試験期間 昭和55年7月23日～昭和55年8月7日

Ⅰ-2 試験方法及び条件

環保業第 5号 } 微生物等による
 薬 発 第 615号 } 化学物質の分解度試験による
 49 基局第 392号 }

Ⅰ-2-1 試験条件

(a) 生分解試験条件

- (1) 微生物源：標準活性汚泥 (100 ppm)
- (2) 供試物質濃度：30 ppm
- (3) 試験期間：(14) 日間

(b) 試験装置

閉鎖系酸素消費量測定装置 標準型

(c) 試料の採取

供試物質は固体のため天秤で9 mg精秤し、各培養ビンに添加した。

(d) BOD測定装置へのセット状況

		pH
仕込時	試料は水に溶解し、水溶液は淡い黄色を呈していた。	汚泥系 7.0 水系 6.3 (オープン系)
途中	汚泥が増殖し、4, 5日目に溶液の色が消えた。	—
終了時	汚泥の増殖が見られ、水溶液は無色であった。	汚泥系 7.1 水系 5.9 (オープン系)

Ⅰ-2-2 直接定量分析

(a) 使用分析機器及び条件

全有機炭素分析計

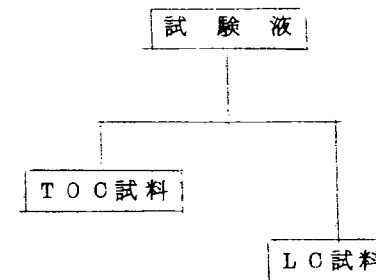
型 式 島津 TOC-10A
 T C 炉
 温 度 980 ℃
 流 量 200 ml/min

高速液体クロマトグラフ

型 式 OBC組立
 固 定 相 μ Bondapak C₁₈
 溶 離 液 メタノール/水 (70/30)
 波 長 254 nm
 検 出 器 UV-VIS

(b) 分析試料の前処理

• 操作 ← 添加



Ⅱ-3 試験結果

	分解度(%)	付 図	付 表
酸素消費量による結果	48	Ⅱ-1	—
T O O 計による結果	100	Ⅱ-2	Ⅱ-1
L O による結果	100	Ⅱ-3	Ⅱ-2

7 日目のアニリンの分解度 72 %

3. 考 察

本物質の分解性を確認するため試験条件をかえて3回測定を行った。

各々の試験結果を次表に示す。

総 合 試 験 結 果

	第1回試験	第2回試験	第3回試験
試料濃度 (ppm)	100	30	30
汚泥濃度 (ppm)	30	100	100
試験期間 (週)	4	4	2
分解度 (%)			
BODによる	$\begin{Bmatrix} 11 \\ 80 \\ - \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 0 \\ 39 \\ - \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 37 \\ 46 \\ 61 \end{Bmatrix}$
TOCによる	$\begin{Bmatrix} 4 \\ 99 \\ 0 \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 100 \\ 100 \\ 100 \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 100 \\ 100 \\ 96 \end{Bmatrix}$
LOによる	$\begin{Bmatrix} 0 \\ 100 \\ 0 \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 100 \\ 100 \\ 100 \end{Bmatrix}$	$\begin{Bmatrix} 100 \\ 100 \\ 100 \end{Bmatrix}$

以上の結果より、分解度にバラツキはみられるものの本物質は微生物により分解されることが確認された。

なお、第3回試験においてBODによる分解度が直接定量結果に比べて低い値となったが、これはTOD算出時に

$N \rightarrow NO_2$ として計算しているためであり、実際の系中での反応

$N \rightarrow NH_3$ を考慮すると、BOD分解度は 64 % となる。

(備考参照)

備 考

BOD分解度について

本試験終了後の汚泥系について、アンモニウムイオンの検出^{*}を試みた結果、次の値を得た。

	汚 - 1	汚 - 2	汚 - 3
NH_4^+ 生成量 (mg)	1.2	0.9	1.2

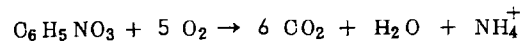
注) いずれも基礎呼吸の NH_4^+ 生成量 1.2 mgを補正した値である。

本試料の9 mgの NH_4^+ の理論生成量は、1.2 mgであり、この結果Nは NH_4^+ として系中にはほぼ100%残留しているものと思われる。

上記の結果により、 $\text{N} \rightarrow \text{NH}_3$ としてTODを算出すると

BOD分解度は64%となる。

計算式



$$\frac{5 \text{O}_2}{\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3} = \frac{160.00}{139.11} = 1.15$$

$$\text{TOD} = 1.15 \times 9 \text{ mg} = 10.4 \text{ mg}$$

よって

$$\text{分解度} = \frac{\text{BOD}-\text{B}}{\text{TOD}} \times 100 = \frac{6.7}{10.4} \times 100 = 64\%$$

* インドフェノール法による

以 上

参 考 資 料

芳香族ニトロ化合物の分解性について

置換位置 置換基	o	m	p
$-\text{CH}_3$	×	×	×
$-\text{OCH}_3$	×	×	×
$-\text{C}_2\text{H}_5$	×	—	—
$-\text{COOH}$	○	×	○
$-\text{OH}$	×	○	×

注) ○良分解性

×難分解性

図-I-1

No.

Date 2/13 ~ 3/13 1980

Test Temp. 25 °C

Model Coulometer No. 210

Range 250 ppm × 1

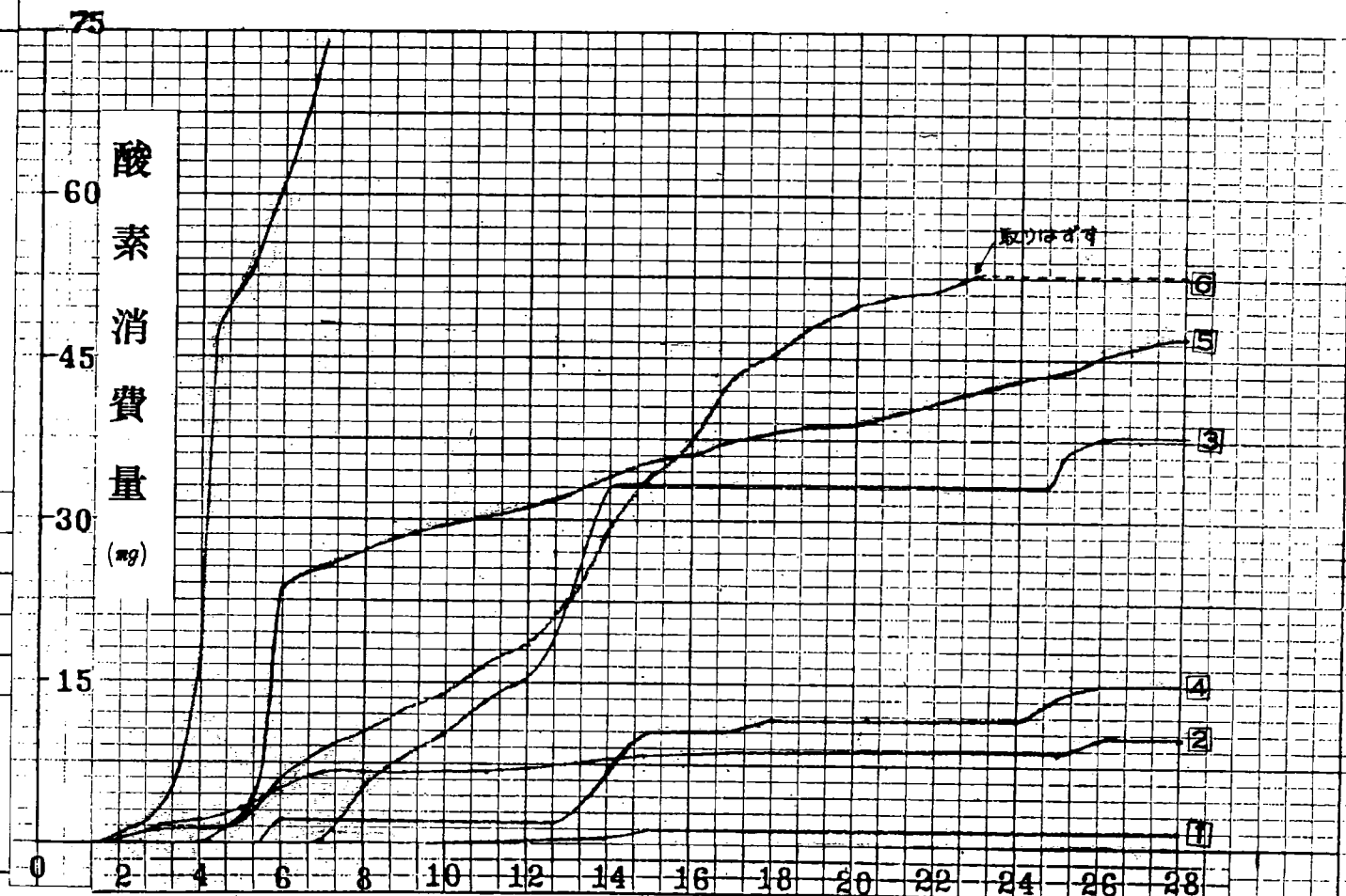
Chart Speed 2 mm/h

Sample	Sludge (ppm)
1 水 + 試料 (100 ppm)	-
2 基礎呼吸 (- ppm)	30
3 アニリン (100 ppm)	30
4 汚泥 + 試料 (100 ppm)	30
5 汚泥 + 試料 (100 ppm)	30
6 汚泥 + 試料 (100 ppm)	30

Note: K-493 m-ニトロフェノール ④

Operator

(財) 化学品検査協会 化学安全センター



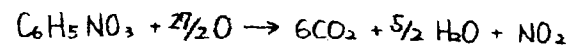
$$\text{④ 分解度} = \frac{\text{BOD} - \text{B}}{\text{TOD}} \times 100 = \frac{5.0}{46.6} \times 100 = 11\%$$

$$\text{BOD} - \text{B} = \text{④} - \text{②} = 15.0 \text{ mg} - 10.0 \text{ mg} = 5.0 \text{ mg}$$

$$\text{BOD} - \text{B} = \text{⑤} - \text{②} = 47.5 \text{ mg} - 10.0 \text{ mg} = 37.5 \text{ mg}$$

$$\text{TOD} = 30 \times 1.55 = 46.6 \text{ mg}$$

$$\text{⑤ 分解度} = \frac{37.5}{46.6} \times 100 \text{ にお、} \\ = 80\%$$



$$\frac{\frac{27}{2}\text{O}}{\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3} = \frac{216.0}{139.11} = 1.55$$

7日目のアニリンの分解度 69.5 %

* ⑥は、3週間目で7日より
取りはずした為、分解度の計
算より除外した

図- II -1

No.

Date 5/4 ~ 6/2 1980

Test Temp. 25 °C

Model Coulometer No 201

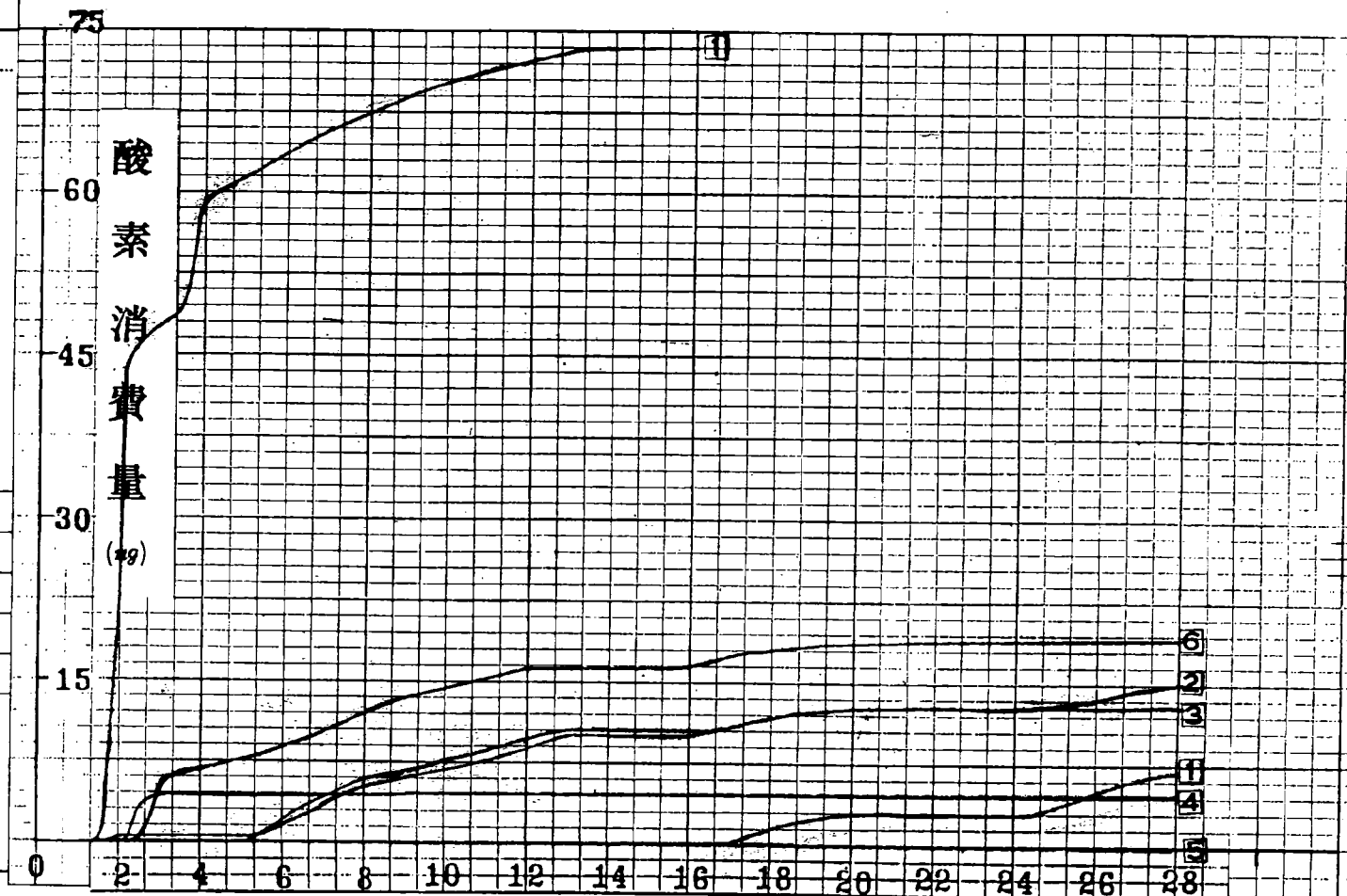
Range 250 ppm × 1

Chart Speed 2 mm/h

Sample	Sludge (ppm)
1 アニリン (100ppm)	30
2 基礎呼吸 (- ppm)	100
3 基礎呼吸 (- ppm)	100
4 汚泥+試料 (30 ppm)	100
5 汚泥+試料 (30 ppm)	100
6 汚泥+試料 (30 ppm)	100

Note: K-493 m-ニトロフェノール ②

Operator



(財) 化学品検査協会 化学品安全センター

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

ただし

$$\text{④ BOD} - \text{B} = \text{④} - \frac{\text{②} + \text{③}}{2} = 4.5 \text{ mg} - \frac{15.0 \text{ mg} + 13.0 \text{ mg}}{2} = -9.5 \text{ mg}$$

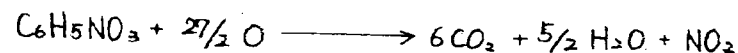
$$\text{⑥ BOD} - \text{B} = \text{⑥} - \frac{\text{②} + \text{③}}{2} = 19.5 \text{ mg} - \frac{15.0 \text{ mg} + 13.0 \text{ mg}}{2} = 5.5 \text{ mg}$$

$$\text{TOD} = 1.55 \times 9 = 14.0 \text{ mg}$$

$$\text{④} \frac{-9.5 \text{ mg}}{14.0 \text{ mg}} \times 100 = -68\% \Rightarrow 0\%$$

$$\text{⑥} \frac{5.5 \text{ mg}}{14.0 \text{ mg}} \times 100 = 39\%$$

なお、



$$\frac{27/2 \text{O}}{\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3} = \frac{216.0}{139.1} = 1.55$$

7日目のアニリンの分解度 67 %

図- III-1

No.

Date 7/23 ~ 8/7 1980

Test Temp. 25 °C

Model Coulometer No. 206

Range 250 ppm × 1

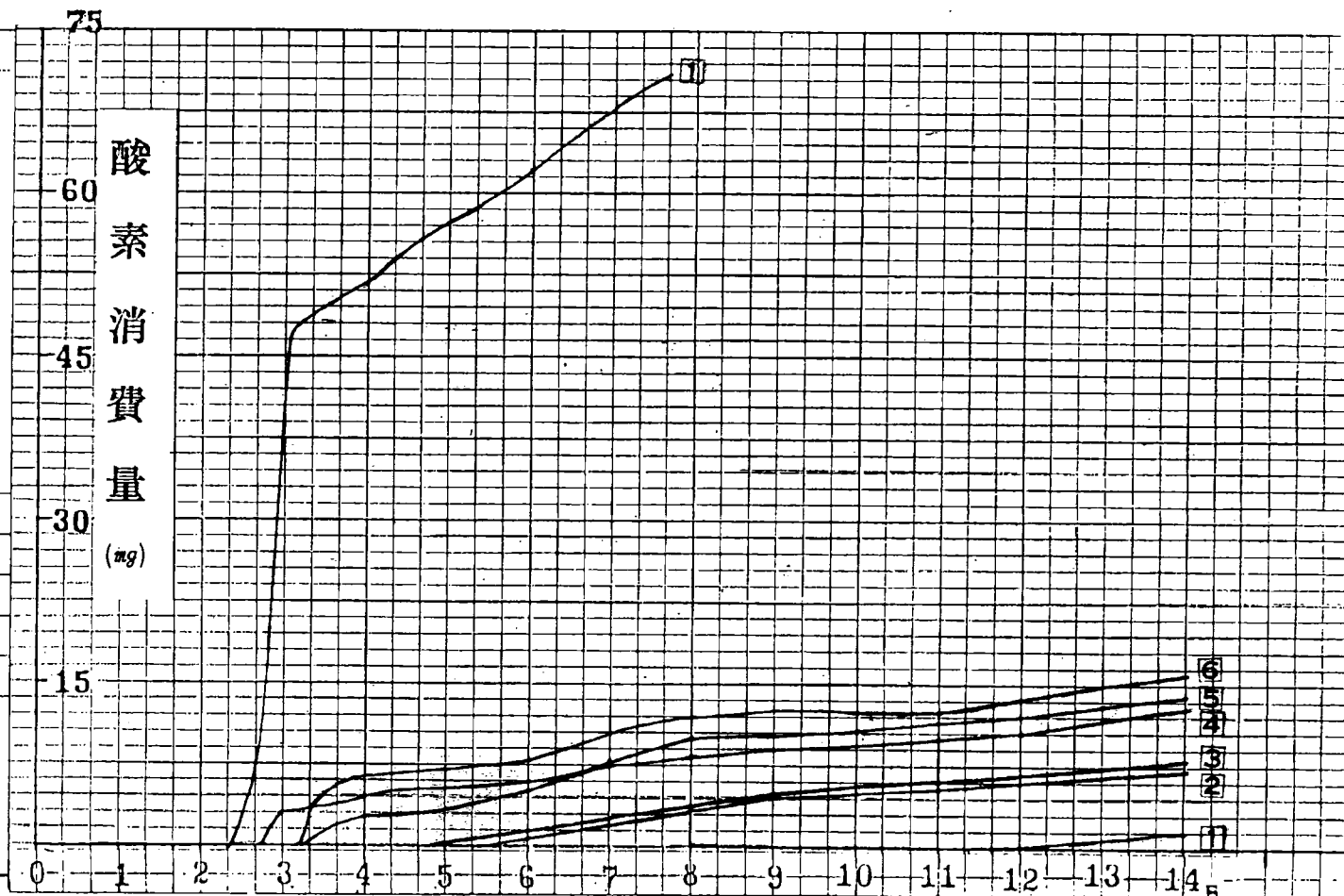
Chart Speed 2 mm/h

Sample	Sludge (ppm)
1 アニリン (100ppm)	30
2 基礎呼吸 (- ppm)	100
3 基礎呼吸 (- ppm)	100
4 汚泥+試料 (30 ppm)	100
5 汚泥+試料 (30 ppm)	100
6 汚泥+試料 (30 ppm)	100

Note: m-ニトロフェノール : K-493 ③

Operator XXXXXXXXXX

(財) 化学品検査協会化学品安全センター



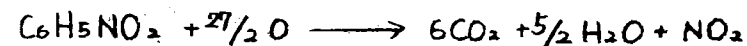
$$\text{分解度} = \frac{\text{BOD}-\text{B}}{\text{TOD}} \times 100 = \frac{6.7}{14.0} \times 100 = 48\%$$

ただし

$$\text{BOD}-\text{B} = \frac{4+5+6}{3} - \frac{2+3}{2} = \frac{13.0 \text{ mg} + 14.3 \text{ mg} + 16.3 \text{ mg}}{3} - \frac{7.3 \text{ mg} + 8.3 \text{ mg}}{2}$$

$$\text{TOD} = 1.55 \times 9 \text{ mg} = 14.0 \text{ mg}$$

なお、



$$\frac{\frac{21}{2} \text{O}}{\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2} = \frac{216.0}{139.11} = 1.55$$

7日目のアニリンの分解度 72 %