

試 験 報 告 書

ジクミルパーオキサイド（K-596）の分解度試験

昭和59年4月25日

福岡県久留米市中央町19番14号
電話 （0942）34-1500

財団法人 化学品検査協会
化学品安全センター 九州試験所

試験実施機関

名 称 : 財団法人 化学品検査協会 化学品安全センター
所 在 地 : (〒131) 東京都墨田区東向島四丁目1番1号
電話番号 : (03) 614-1106 (直通)
代表者 : 化学品安全センター 所 長 [REDACTED]

(1) 試験施設

名 称 : 財団法人 化学品検査協会 化学品安全センター
九州試験所
所 在 地 : (〒830) 福岡県久留米市中央町19番14号
電話番号 : (0942) 34-1500

(2) 運営管理者など

運 営 管 理 者 九州試験所 所 長 [REDACTED] [REDACTED]

統括試験責任者 九州試験所 分解試験課 課長 [REDACTED] [REDACTED]

試 験 責 任 者 九州試験所 分解試験課 [REDACTED] [REDACTED]

試 験 担 当 者 九州試験所 分解試験課 [REDACTED] [REDACTED]

微生物管理担当者 九州試験所 分解試験課 [REDACTED] [REDACTED]

報 告 書 要 旨

1. 試験の内容 : 微生物による化学物質の分解度試験
2. 被 験 物 質 : ジクミルパーオキサイド
(被験物質No.K-596)
3. 試験方法及び条件

3.1 試験方法

環 保 業 第 5 号
薬 発 第 6 1 5 号 } 〈微生物等による化学物質の分解度試験〉による。
49基局第392号

3.2 培養条件

被 験 物 質 濃 度 : 100 mg/l (ppm)
標準活性汚泥濃度 : 30 mg/l (ppm)
培 養 液 量 : 300 ml
培 養 温 度 : 25±1 °C
培 養 期 間 : 28 日間

3.3 分解度の測定

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
高速液体クロマトグラフ(HLC)による被験物質の分析

4. 試験結果

生物化学的酸素消費量による分解度	0 %
高速液体クロマトグラフによる分解度	0 %

目 次

	頁
1. 試験の目的	1
2. 試験方法	1
3. 試験期間	1
4. 被験物質	1～2
5. 微生物源	2
6. 試験装置	2
7. 培養条件	2
8. 培養液の調製方法	3
9. 直接定量分析	4～5
10. 分解度の算出	6
11. 試験結果	7
12. 培養条件の確認	8
13. 考 察	8～9
付 表	
付 図	

1. 試験の目的

既存化学物質の安全性確認の一環として、ジクミルパーオキシドの微生物等による分解度試験を実施し、分解性の程度について知見を得る。

2. 試験方法

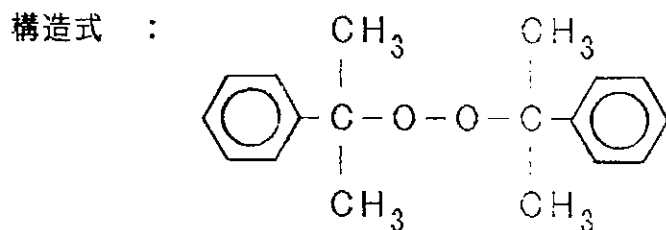
環 保 業 第 5 号
薬 発 第 6 1 5 号 } 〈微生物等による化学物質の分解度試験〉による。
49基局第392号

3. 試験期間 昭和59年1月9日～昭和59年3月28日
(酸素消費量測定期間
昭和59年1月9日～昭和59年2月16日)

4. 被験物質

4.1 名 称 ジクミルパーオキシド
(被験物質No.K-596)
提 供 者 XXXXXXXXXX

4.2 構造式、分子式、分子量



分子式 : $C_{18}H_{22}O_2$
分子量 : 270.4

4.3 純 度^{*1} : 99.98%

赤外線吸収スペクトル (図-4 参照)

質量スペクトル (図-5 参照)

4.4 物理化学性状

外 観	白色微結晶
比 重 ^{*1}	1.084 (20/4℃)
溶解性	水 : 10mg/l 以下 (TOCによる)
	クロロホルム : 1000mg/l 以上
	アセトニトリル : 1000mg/l 以上

*1 試料提供者提示資料による

5. 微生物源

昭和58年12月に伏古川処理場(北海道札幌市)、深芝処理場(茨城県鹿島郡)、中浜処理場(大阪府大阪市)、落合処理場(東京都新宿区)、北上川(宮城県石巻市)、信濃川(新潟県西蒲原郡)、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)及び洞海湾(福岡県北九州市)の全国10ヶ所から採取したものを混合した後、pH等の調整をし、培養した標準活性汚泥

6. 試験装置

大倉電気製 閉鎖系酸素消費量測定装置(クーロメーター)

7. 培養条件

被 験 物 質 濃 度	:	100	mg/l	
標準活性汚泥濃度	:	30	mg/l	(懸濁物質として)
培 養 液 量	:	300	ml	
培 養 温 度	:	25±1	℃	
培 養 期 間	:	28	日間	

8. 培養液の調製方法

1) (汚泥+被験物質)系

基礎培養液^{*2} 300mlに被験物質30.0mg及び懸濁物質として 9mg^{*3}となるように標準活性汚泥を 1.5ml添加する。 (n=3)

2) (水+被験物質)系

脱塩水 300mlに被験物質30.0mgを添加する。 (n=1)

3) (水+アニリン)系

基礎培養液 300mlに対照物質としてアニリン29.5 μ l (30.0mgに相当)及び標準活性汚泥 1.5mlを添加する。 (n=1)

4) 対照ブランク系

標準活性汚泥 1.5mlを基礎培養液 300mlに添加する。 (n=1)

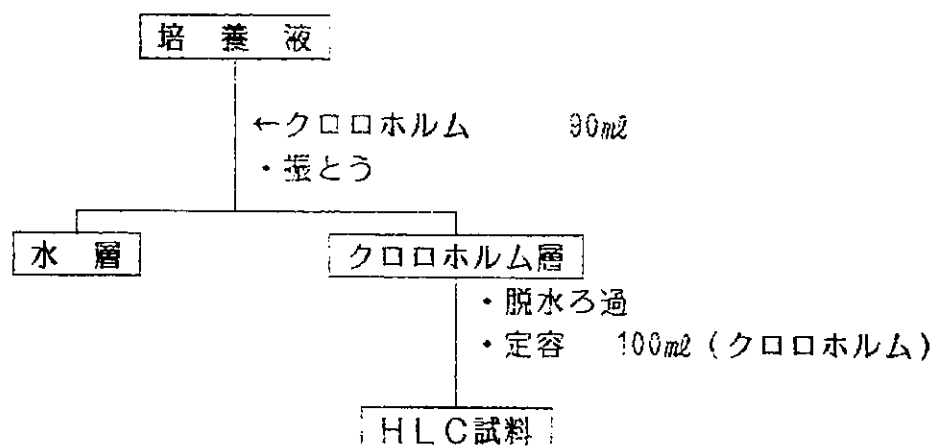
*2 JIS K 0102の21で定められたA液、B液、C液及びD液それぞれ3 mlに水を加えて1 lとし、pH 7.0に調整したもの。

*3 標準活性汚泥中の懸濁物質は 6000 mg/l (ppm) であった。

9. 直接定量方法

9.1 培養液の前処理

培養終了後、下記のフローシートに従って培養液の前処理操作を行ない、HLC試料とした。



9.2 高速液体クロマトグラフによる定量分析

9.1の前処理を行なって得られたHLC試料について下記条件により直接定量分析を行なった。被験物質の濃度は 300mg/l (ppm) の標準液のピーク高さとの比より求めた (表-2、図-2参照)。

(1) 測定条件

装 置 : CBC組立
検 出 器 : UV-VIS
検出波長 : 259 nm (図-3参照)
カ ラ ム : 0.3m × 8mmφ, ステンレス製
固 定 相 : GPC Shodex A-801
溶 離 液 : クロロホルム
検出限界 : 2mg/ℓ

(2) 検量線の作成

被験物質30mgを精秤し、クロロホルムに溶解し 100mlに定容して 300mg/ℓ (ppm) の標準溶液を調製した。これをクロロホルムで順次希釈して、 150mg/ℓ (ppm) , 75mg/ℓ (ppm) の標準液とした。この標準液を 9.2(1) の定量条件に従ってHLCで測定し、それぞれのピーク高さ濃度とにより検量線を作成した。検量線は原点を通る直線であり、定量性が良いことを確認した(図-2参照)。

(3) 分析方法の確認

8. に従って被験物質を添加した(水+被験物質)系及び(汚泥+被験物質)系の培養液を 9.1の操作で前処理し、 9.2に準じて抽出回収試験を行なった。回収率は下記のとおりであった。

(水+被験物質)系	平均値	100 %
(汚泥+被験物質)系	平均値	100 %

(表-3, 図-2参照)

10. 分解度の算出

分解度は次式により算出した。

10.1 酸素要求量による分解度

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

BOD : 被験物質の生物化学的酸素要求量 (測定値) (mg)

B : 基礎培養液に活性汚泥を接種したものの酸素要求量 (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要求量 (計算値) (mg)

10.2 直接定量による分解度

$$\text{分解度 (\%)} = \frac{\text{SB} - \text{SA}}{\text{SB}} \times 100$$

SA : 分解度試験終了後の被験物質の残留量 (測定値) (mg)

SB : 水に被験物質のみを添加した空試験における被験物質の残留量 (測定値) (mg)

11. 試験結果

11.1 酸素要求量による結果

平均分解度（％）			付 表	付 図
7 日	14 日	28 日		
0	1	0	表－1	図－1

11.2 直接定量分析による結果

	28日後の 平均分解度（％）	付 表	付 図
LCによる結果	0	表－2	図－2

11.3 培養液の状況

	状 況
仕込時	被験物質は微粒子状で分散していた。
途 中	変化なし。
終了時	変化なし。

12. 培養条件の確認

酸素要求量から求めたアニリンの7日後、14日後の分解度はそれぞれ69%、79%であった。
よってこの試験は有効である。

13. 考 察

難水溶性の被験物質を水に分散させ、一般に結合力が弱いとされている
—O—O—結合の水中安定性を調べた。

試験は次の試験条件で暗所にて回転子攪拌とした。

- ①試 験 水 : 脱塩水 300ml
- ②分 散 方 法 : HCO-40 (ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体)
及びジメチルスルホキシド (DMSO) をそれぞれ被験
物質の20倍量加え分散させた
- ③試 験 濃 度 : 100 mg/l (ppm)
- ④試 験 期 間 : 14日間
- ⑤試 験 温 度 : 25±1 °C

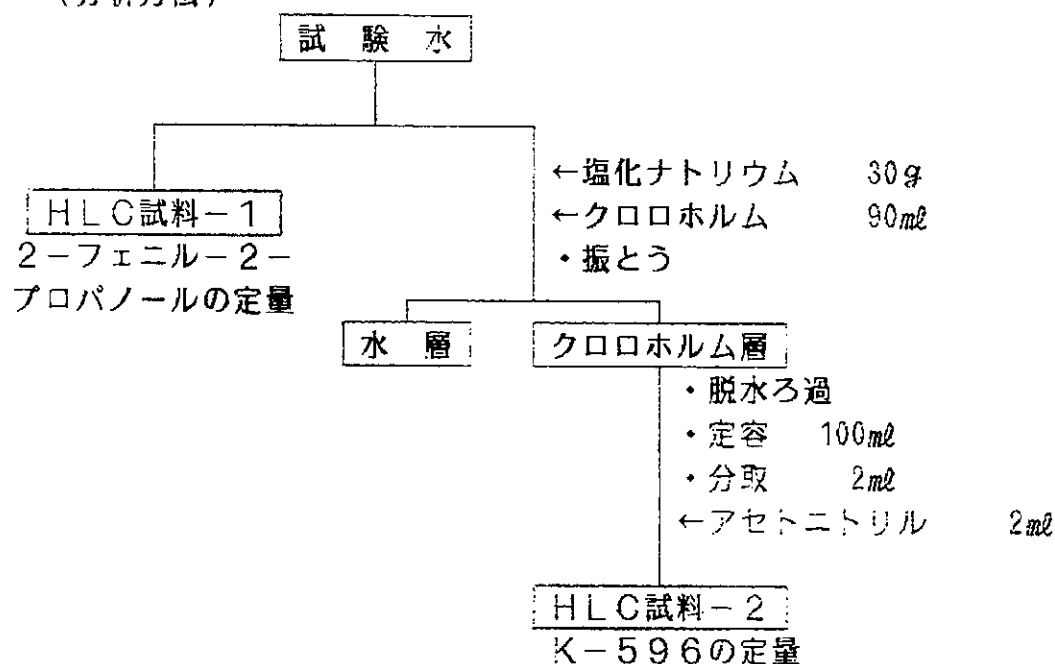
結果は次のとおりである。

被験物質の水中安定性

	14日後の残留率 (%)	付 表
水+被験物質-1	96	表-4
水+被験物質-2	98	

被験物質は分散状態においても水中で安定であった。また、分解生成物と
考えられる2-フェニル-2-プロパノールの生成も全く認められなかった
(図-7)。

(分析方法)



(分析条件)

装置	高速液体クロマトグラフ	型-CBC組立て
カラム	0.05m × 6mmφ、ステンレス製	
固定相	ERC ODS 1151	
溶離液	K-596 75% アセトニトリル/水 2-フェニル-2-プロパノール 50% アセトニトリル/水	
検出器	UV-VIS	
波長	K-596	259 nm (図-3参照)
	2-フェニル-2-プロパノール	257 nm (図-8参照)

なお、K-596を定量する際、本試験と同一方法を用いるとブランク成分が妨害して定量ができなかったため、上記方法に代えた。

以上

図-1

No. _____

Date 1/19 ~ 2/16 1984

Test Temp. 25 °C

Model Coulometer No. 205

Range 250 ppm × 1

Chart Speed 2 mm/h

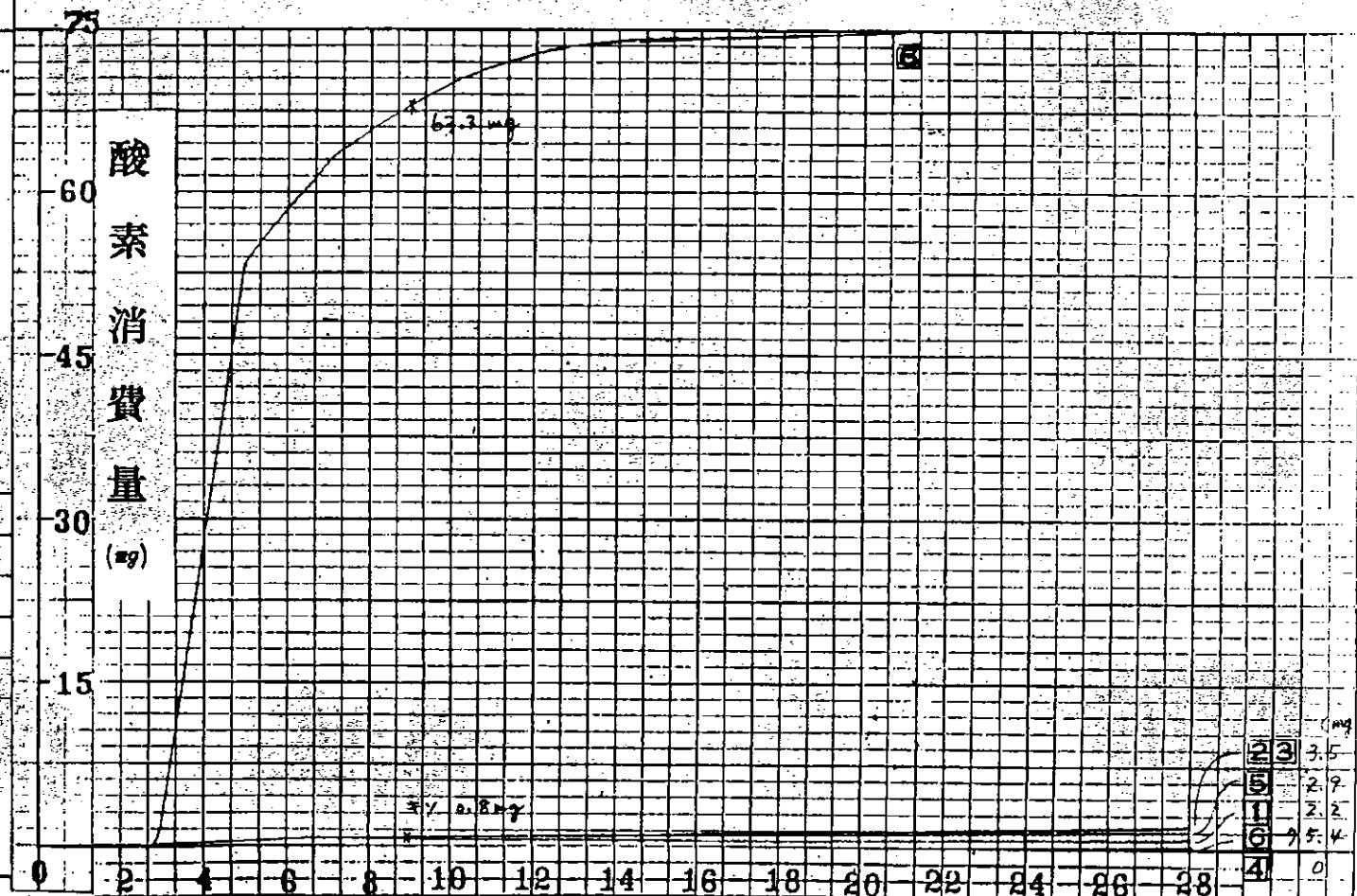
Sample Sludge (ppm)

1. 汚泥+被験物質 (100 ppm)	30
2. 汚泥+被験物質 (100 ppm)	30
3. 汚泥+被験物質 (100 ppm)	30
4. 水+被験物質 (100 ppm)	—
5. 基礎呼吸 (— ppm)	30
6. 汚泥+アニリン (100 ppm)	30

Note: k-596

Operator _____

酸素消費量 (mg)



(財) 化学品検査協会 化学品安全センター

$$\text{分解度} = \frac{\text{BOD} - \text{B}}{\text{TOD}} \times 100 = \frac{0.2}{79.8} \times 100 = 0 (\%)$$

ただし

$$\text{BOD} - \text{B} = \frac{1 + 2 + 3}{3} - 5 = \frac{2.2 \text{ mg} + 3.5 \text{ mg} + 3.5 \text{ mg}}{3} - 2.9 \text{ mg}$$

$$\text{TOD} = 30.0 \times 2.66 = 79.8$$

1) 試料 の TOD: $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_2 + 22.5 \text{ O}_2 \rightarrow 18 \text{ CO}_2 + 11 \text{ H}_2\text{O}$
 $22.5 \text{ O}_2 / \text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_2 = 720.0 / 270.4 = 2.66$
 $\therefore \text{TOD} = \text{添加量} \times 2.66 = 79.8 (\text{mg})$

2) アニリンの TOD: $\text{C}_6\text{H}_7\text{N} + 8.75 \text{ O}_2 \rightarrow 6 \text{ CO}_2 + 3.5 \text{ H}_2\text{O} + \text{NO}_2$
 $8.75 \text{ O}_2 / \text{C}_6\text{H}_7\text{N} = 280.0 / 93.1 = 3.01$
 $\therefore \text{TOD} = 30.0 (\text{mg}) \times 3.01 = 90.3 (\text{mg})$

7 日目のアニリンの分解度 69 %