

## 最終報告書

2,5-キシレノール（被験物質番号 K-1227D）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験（HPLC法）

（試験番号：805504）

2006年11月14日

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
2006年11月15日
試験責任者



## 最終報告書

2,5-キシレノール（被験物質番号 K-1227D）の1-オクタノールと  
水との間の分配係数試験（HPLC法）

（試験番号：805504）

2006年11月14日

財団法人化学物質評価研究機構

〒100-8585 東京都千代田区千代田1-10-1

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 2,5-キシレノール (被験物質番号 K-1227D) の1-オクタノールと水との間の分配係数試験 (HPLC法)

試験番号 805504

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17年4月1日 一部改正) 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。

2006年11月14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 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 2,5-キシレノール（被験物質番号 K-1227D）の1-オクタノールと水との間の分配係数試験（HPLC法）

試験番号 805504

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10月31日	2006年10月31日
試験計画書	2006年11月2日	2006年11月2日
試験操作時	2006年11月8日	2006年11月8日
生データ、最終報告書草案	2006年11月13日	2006年11月13日
最終報告書	2006年11月14日	2006年11月14日

2006年11月14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 .....	5
2. 試験の実施 .....	7
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 .....	9
4. 試験結果 .....	10
5. 備 考 .....	11

## Table

Table-1	Calculation table for partition coefficient by HPLC method
---------	--

## Figures

Fig.1	Calibration curve for partition coefficient by HPLC method
Fig.2	Chromatograms of HPLC analysis for partition coefficient by HPLC method
Fig.3	UV spectrum of test item
Fig.4-1	IR spectrum of test item measured before experimental start
Fig.4-2	IR spectrum of test item measured after experimental completion

表 題	2,5-キシレノール (被験物質番号 K-1227D) の1-オクタノールと水との間の分配係数試験 (HPLC法)
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	K-1227D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	本試験は「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17年4月1日 一部改正) (1-オクタノールと水との間の分配係数測定試験) に規定する以下の試験法に従って行った。 「OECD Guidelines for the Testing of Chemicals」に定める "Partition Coefficient (n-octanol/water), High Performance Liquid Chromatography (HPLC) Method (Guideline 117, April 13, 2004)"
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、環保企発第031121004号、平成17年4月1日 一部改正) 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	2006年11月2日
実験開始日	2006年11月8日
実験終了日	2006年11月8日
試験終了日	2006年11月14日

## 試験資料の保管

## (1) 被験物質

供試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 試験第三課

試験担当者

(分配係数試験の実施)

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## 最終報告書の承認

2006年11月14日

試験責任者

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## 要 約

## 試験の表題

2,5-キシレノール (被験物質番号 K-1227D) の1-オクタノールと水との間の分配係数試験 (HPLC法)

## 試験条件

## (1) 試験装置

高速液体クロマトグラフ

溶離液：メタノール/りん酸緩衝液 (pH3.0) \*1 (6/4 V/V)

## (2) 試験温度

25±1℃

\*1 5mmol/Lりん酸二水素カリウム溶液をりん酸でpH3.0に調整した。

## 試験結果

## (1) 測定結果

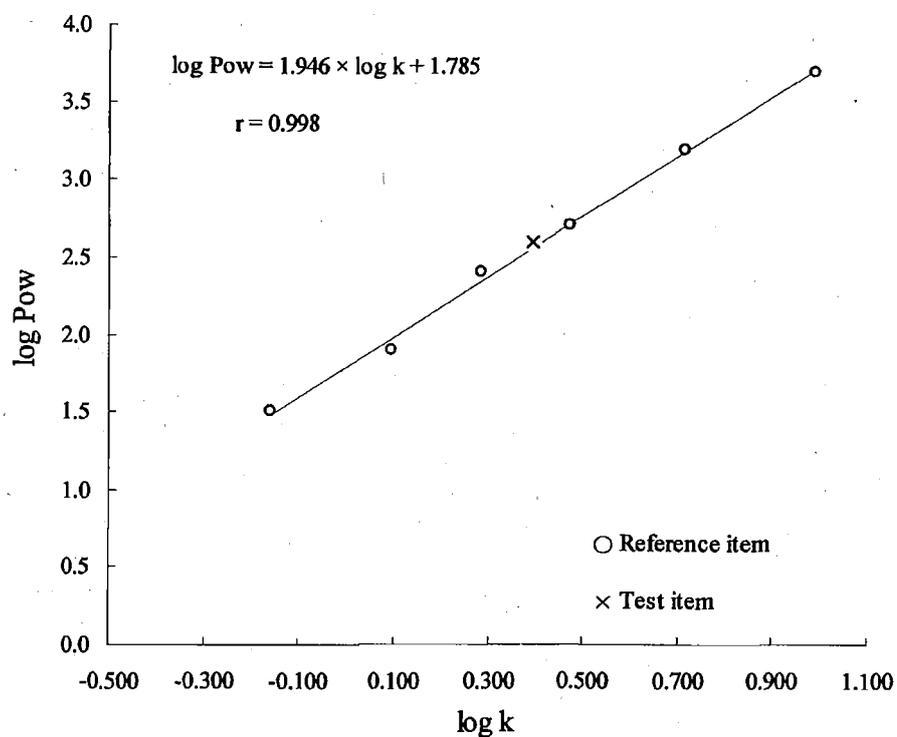
	測定物質名称	tr	k	log k	log Pow
標 準 物 質	(デッドタイム測定用:to)	2.02	Average to =2.02		
	チオ尿素	2.02			
	フェノール	3.42	0.693	-0.159	1.5
		3.42	0.693	-0.159	1.5
	p-クレゾール	4.55	1.252	0.098	1.9
		4.55	1.252	0.098	1.9
	4-クロロフェノール	5.92	1.931	0.286	2.4
		5.92	1.931	0.286	2.4
	1-ナフトール	8.07	2.995	0.476	2.7
		8.07	2.995	0.476	2.7
	4-フェニルフェノール	12.60	5.238	0.719	3.2
		12.60	5.238	0.719	3.2
	2,4,6-トリクロロフェノール	21.73	9.757	0.989	3.7
		21.75	9.767	0.990	3.7
被験物質	2,5-キシレノール	7.03	2.480	0.394	2.6
		7.03	2.480	0.394	2.6

to : Dead time (デッドタイム) (min)

tr : Retention time (保持時間) (min)

k (保持係数) = (tr - to) / to

## (2) 相関図及び回帰式 (相関係数を含む)



## (3) 被験物質の分配係数

log Pow		
測定値		平均値
2.6	2.6	2.6

## 1. 被験物質

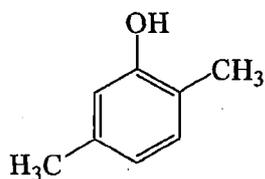
本報告書においてK-1227Dは、次の名称等を有するものとする。

## 1.1 名 称

2,5-キシレノール

## 1.2 構造式等

構造式



分子式  $C_8H_{10}O$

分子量 122.16

CAS番号 95-87-4

## 1.3 供給者、商品名、等級及びロット番号\*2

供給者	████████████████████
商品名	2,5-キシレノール (2,5-ジメチルフェノール)
等級	████████████████
ロット番号	████████████████

## 1.4 純 度\*2

被験物質	99.5% (毛管カラムGC)
不純物	残り0.5%は不明

被験物質は純度100%として取り扱う。

\*2 供給者添付資料による。

### 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スペクトルが一致することを確認した (Fig.4参照)。

### 1.6 保管条件及び保管条件下での安定性確認

保管条件	冷暗所保存
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.4参照)。

## 2. 試験の実施

被験物質は解離性物質 ( $pK_a=10.41$ )<sup>\*3</sup>と考えられることから、非解離型 (遊離酸) として測定するために、解離定数より1以上小さいpH3.0の緩衝液を溶離液に用いて試験を行った。

\*3 The Physical Properties Database (Syracuse Research Corporation) による。

### 2.1 測定条件

#### (1) 試験装置

機 器	高速液体クロマトグラフ 島津製作所製 LC-2010A
カ ラ ム	L-column ODS (化学物質評価研究機構製) 15cm×2.1mmI.D.
カ ラ ム 温 度	25℃
溶 離 液	メタノール/りん酸緩衝液 (pH3.0) <sup>*1</sup> (6/4 V/V)
流 量	0.2mL/min
測 定 波 長	標準物質 210nm 被験物質 210nm (Fig.3参照)
注 入 量	2μL
検 出 器 出 力	1V/AU

\*1 5mmol/Lりん酸二水素カリウム溶液をりん酸でpH3.0に調整した。

#### (2) 試験温度

25±1℃

## 2.2 試験操作

## (1) 標準物質溶液の調製

標準物質としてフェノール、*p*-クレゾール、4-クロロフェノール、1-ナフトール、4-フェニルフェノール及び2,4,6-トリクロロフェノールを使用した。デッドタイムの測定用物質としてチオ尿素を使用した。これら6種の標準物質及びデッドタイム測定用のチオ尿素それぞれ約100mgをはかりとり、メタノールに溶解してそれぞれ約1000mg/Lの溶液を調製した。これらの溶液を混合し、メタノール/りん酸緩衝液 (pH3.0)<sup>\*1</sup> (6/4 V/V) で希釈して分配係数測定のための標準物質溶液を調製した。各標準物質溶液濃度は以下のとおりとした。

標準物質			濃度 (mg/L)
名称	純度 (%)	log Pow値	
チオ尿素	98.0以上	デッドタイム測定用	約10
フェノール	99.0以上	1.5	約10
<i>p</i> -クレゾール	99.0以上	1.9	約10
4-クロロフェノール	>98.0	2.4	約10
1-ナフトール	99.0以上	2.7	約5
4-フェニルフェノール	99.0以上	3.2	約10
2,4,6-トリクロロフェノール	97.0以上	3.7	約10

## (2) 被験物質溶液の調製

供試試料約100mgをはかりとり、メタノールに溶解して約1000mg/Lの被験物質原液を調製した。これをメタノール/りん酸緩衝液 (pH3.0)<sup>\*1</sup> (6/4 V/V) で希釈して約10mg/Lの被験物質溶液とした。

### (3) 回帰直線の作成

2.1の測定条件に従って標準物質溶液を2回測定してデッドタイム測定用物質及び標準物質の保持時間を求め、標準物質の保持係数(k)を以下の式に従って算出した。

標準物質の分配係数及び保持係数の対数値から、最小二乗法により回帰直線を作成した (Table-1、Fig.1, 2参照)。

$$k = \frac{t_r - t_0}{t_0}$$

$t_r$  : 標準物質の保持時間 (分)

$t_0$  : デッドタイム (分) (2回の平均値)

$$\log \text{Pow} = a \times \log k + b$$

### (4) 被験物質の測定

2.2(2)で調製した被験物質溶液を2.1(1)の試験装置に注入し、被験物質ピークの保持時間を2回測定した。

### 2.3 分配係数の算出

被験物質ピークの保持時間から保持係数を求め、2.2(3)に従って作成した直線回帰式を用いて算出し、平均値を被験物質の分配係数とした。

分配係数は対数表示とした。

### 2.4 数値の取扱い

数値の丸め方はJIS Z 8401 : 1999 規則Bの方法に従い、小数点以下1ケタで表示した。

### 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

## 4.1 測定結果

	測定物質名称	tr	k	log k	log Pow
標準物質	(デッドタイム測定用:to)	2.02	Average to =2.02		
	チオ尿素	2.02			
	フェノール	3.42	0.693	-0.159	1.5
		3.42	0.693	-0.159	1.5
	p-クレゾール	4.55	1.252	0.098	1.9
		4.55	1.252	0.098	1.9
	4-クロロフェノール	5.92	1.931	0.286	2.4
		5.92	1.931	0.286	2.4
	1-ナフトール	8.07	2.995	0.476	2.7
		8.07	2.995	0.476	2.7
	4-フェニルフェノール	12.60	5.238	0.719	3.2
		12.60	5.238	0.719	3.2
	2,4,6-トリクロロフェノール	21.73	9.757	0.989	3.7
		21.75	9.767	0.990	3.7
被験物質	2,5-キシレノール	7.03	2.480	0.394	2.6
		7.03	2.480	0.394	2.6

to : Dead time (デッドタイム) (min)

tr : Retention time (保持時間) (min)

k (保持係数) = (tr - to) / to

## 4.2 測定条件における回帰直線の回帰式

$$\log \text{Pow} = 1.946 \times \log k + 1.785$$

## 4.3 被験物質の分配係数

log Pow		
測定値		平均値
2.6	2.6	2.6

分配係数計算ソフト (Kowwin<sup>\*4</sup>) による予備推定値は、log Pow=2.61であった。

\*4 Kowwin v1.67 (U.S. Environmental Protection Agency)

## 5. 備 考

## 試験に使用した主要な装置・機器及び試薬

## 装置・機器

高速液体クロマトグラフ	:	7頁参照	
フーリエ変換赤外分光光度計	:	島津製作所製	IRPrestige-21
pHメーター	:	東亜電波工業製	HM-60S
紫外可視分光光度計	:	島津製作所製	UV-2200A
天びん	:	メトラー製	AE200

## 試 薬

メタノール	:	和光純薬工業製	HPLC用
精製水	:	高杉製薬製	日本薬局方
りん酸二水素カリウム	:	和光純薬工業製	試薬特級
りん酸	:	和光純薬工業製	試薬特級

## (標準物質)

チオ尿素	:	和光純薬工業製	試薬特級
フェノール	:	和光純薬工業製	試薬特級
p-クレゾール	:	和光純薬工業製	試薬特級
4-クロロフェノール	:	東京化成工業製	試薬特級
1-ナフトール	:	和光純薬工業製	試薬特級
4-フェニルフェノール	:	和光純薬工業製	試薬特級
2,4,6-トリクロロフェノール	:	和光純薬工業製	試薬一級