

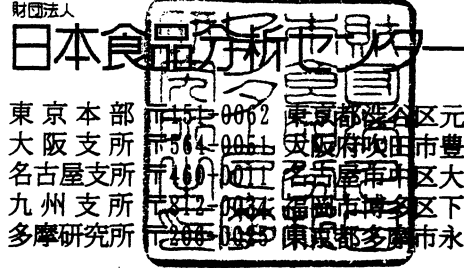
# 分析試験成績書

第 500020089-003 号  
平成 12 年 02 月 21 日

依頼者 株式会社 スピカコーポレーション

検体名 ホテイアブ スピカコ全身シャンプー-EX

付記事項 \* \* \* \* \*



平成 12 年 02 月 07 日当センターに提出された上記検体について分析試験した結果は次のとおりです。

## 分析試験結果

分 析 試 験 項 目	結 果	検 出 限 界	注	分 析 方 法
BOD	280,000mg/kg		1	
COD <sub>Mn</sub>	57,000mg/kg		1	

注1. JIS K 0102 : 1998 「工場排水試験方法」に準じて試験した。

以 上

## BOD法による生分解度試験

### 要 約

検体について、OECD Guidelines for the Testing of Chemicals 301C (1992)に準拠し、BOD法による生分解度試験を28日間実施した。

試験は、微生物源として下水処理場の活性汚泥を用い、検体の生物化学的酸素消費量(BOD)を閉鎖系酸素消費量自動測定装置で連続測定し、生分解度を算出した。

その結果、28日後の検体の生分解度は95 %以上であった。

### 依 頼 者

株式会社 スピカコーポレーション

### 検 体

ボディソープ スピカココ全身シャンプーEX

### 試験実施期間

平成12年3月21日～平成12年4月28日

### 試験実施場所

財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所  
東京都多摩市永山6丁目11番10号

### 試験担当責任者

財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所  
環境科学部 環境生物安全課  
時松 靖之

### 試験実施者

熊澤 依里子 , 佐藤 清亨 , 吉安 友二

## 1 試験目的

検体の生分解度を測定する。

## 2 検 体

ボディソープ スピカココ全身シャンプーEX

形状等：液状

## 3 試験方法

### 1) 試験区分

- ① 培養試験区：検体+微生物源+基礎培養基(試行数：3)
- ② 非培養試験区：検体+イオン交換水
- ③ 基準試験区：アニリン+微生物源+基礎培養基
- ④ 植種ブランク：微生物源+基礎培養基

### 2) 試験条件

- ① 試験方式：閉鎖系酸素消費量自動測定装置(以下「BOD測定装置」と略す。)による遮光下でのかくはん培養法
- ② 試験期間：28日間
- ③ 検体濃度：750 mg/l(固形分濃度：100 mg/l)
- ④ 基準物質：アニリン[関東化学株式会社，特級，純度99.0 %以上]
- ⑤ 基準物質濃度：100 mg/l(アニリン)
- ⑥ 微生物源：活性汚泥
- ⑦ 活性汚泥浮遊物質濃度：30 mg/l
- ⑧ 基礎培養基：無機培養基
- ⑨ 培養液量：300 ml
- ⑩ 試験温度：25±1℃

### 3) 試験培養液及び基礎培養基の調製

#### ① 培養試験区及び非培養試験区

検体の調製液を塩酸溶液でpH7.0±1.0に調整し，固形分として100 mg/lとなるように培養基及びイオン交換水に添加して培養試験区及び非培養試験区とした。

なお，検体の固形分は13.3 %であった。

#### ② 基準試験区

基準物質(アニリン)を100 mg/lとなるように培養基に添加し，基準試験区とした。

### ③ 基礎培養基

A, B, C及びD液各3 mlをイオン交換水に添加して1 lに調製した。

- a) A液：リン酸水素二カリウム21.75 g, リン酸二水素カリウム8.5 g, リン酸水素二ナトリウム12水和物44.6 g及び塩化アンモニウム1.7 gを水に溶解し1 lに調製した。
- b) B液：硫酸マグネシウム7水和物22.5 gを水に溶解し1 lに調製した。
- c) C液：塩化カルシウム(無水物)27.5 gを水に溶解し1 lに調製した。
- d) D液：塩化鉄(Ⅲ)6水和物0.25 gを水に溶解し1 lに調製した。

### 4) 微生物源

#### ① 活性汚泥の採取場所

東京都下水道局南多摩下水処理場(東京都稲城市)の返送汚泥  
採取日：平成12年3月21日

#### ② 活性汚泥懸濁液

試験開始当日に採取した活性汚泥を遠心分離して上澄み液を捨てた後、残留物をイオン交換水に懸濁させて遠心分離し、洗浄を行った。この洗浄操作を3回繰り返して得られた残留物をイオン交換水に活性汚泥浮遊物質(MLSS)として約900 mg/lになるように懸濁させ活性汚泥懸濁液を調製した。

#### ③ 植種

活性汚泥懸濁液をMLSSとして約30 mg/lになるように培養試験区、基準試験区及び植種ブランクに植種した。

### 5) 測定方法

#### ① BOD

BOD測定装置によりBODを連続測定した。

#### ② 溶存有機体炭素(DOC)

試験終了時に各試験区の培養液を遠心分離(4,000 g, 15分間)し、その上澄み液についてJIS K 0102:1998「工場排水試験方法」(以下「JIS法」と略す。)22.有機体炭素(TOC)の項に従って、TOC計で測定した。

#### ③ 水素イオン濃度(pH)

試験終了時に各試験区の培養液のpHをpH計で測定した。

#### ④ ニクロム酸カリウムによる酸素消費量(COD<sub>Cr</sub>)

検体のCOD<sub>Cr</sub>値をJIS法 20.ニクロム酸カリウムによる酸素消費量(COD<sub>Cr</sub>)の項に従って測定した。

⑤ MLSS

活性汚泥懸濁液のMLSSを日本下水道協会「下水試験方法」(1997), 第2編, 第3章, 第6節 活性汚泥浮遊物質 (MLSS) 1. 遠心分離法に準拠して測定した。

⑥ 固形分

検体の固形分を常圧加熱乾燥法(105℃, 2時間)により測定した。

6) 生分解度の算出方法

① BODによる生分解度

BODによる生分解度を次式により算出した。ただし, 非培養試験区は植種ブランクを差し引かないで算出した。なお, 検体のBODは固形分当たりに換算して算出した。

$$\text{生分解度 (\%)} = \frac{T_{\text{BOD}} - B_{\text{BOD}}}{\text{ThOD}} \times 100$$

$T_{\text{BOD}}$ : 各試験区のBOD (mgO/mg)

$B_{\text{BOD}}$ : 植種ブランクのBOD (mgO/mg)

$\text{ThOD}^*$ : 各試験区の理論酸素要求量 (mgO/mg)

\* 検体の $\text{ThOD}$ 値は $\text{COD}_{\text{Cr}}$ 値から固形分当たりで算出した。

②  $\text{ThOD}$ 値

a) 検体

$\text{COD}_{\text{Cr}}$ 値: 2.07 mgO/mg (固形分当たり)

b) アニリン

b)-1 化学式:  $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$

b)-2 分子量: 93.1

b)-3 酸化物の形態:  $\text{C} \rightarrow \text{CO}_2$ ,  $\text{H} \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N} \rightarrow \text{NO}_2$

b)-4  $\text{ThOD}$ 値:  $280.0/93.1=3.01$  mgO/mg

7) 測定機器

- ① BOD測定装置：Dユニット[セントラル科学株式会社]
- ② TOC計：TOC-5000[株式会社 島津製作所]
- ③ pH計：HM-14P[東亜電波工業株式会社]

4 試験結果

1) BODによる生分解度

検体の生分解度を表-1, 分解度曲線を図-1に示した。

検体の28日後の生分解度は95 %以上であった。また, 基準物質の生分解度が7日後に40 %以上となり, 本試験の成立が確認された。

表-1 生分解度測定結果\*1(単位：%)

試験区分	7日後	14日後	21日後	28日後	平均値*2
<b>検体</b>					
培養試験区 1	85.0	>95 (101)	>95 (100)	>95 (101)	
培養試験区 2	87.0	>95 (106)	>95 (105)	>95 (105)	>95 (101)
培養試験区 3	82.6	>95 (96.6)	>95 (96.1)	>95 (96.6)	
非培養試験区	<5	5.8	10.1	13.0	—
<b>アニリン</b>					
基準試験区	57.1	66.1	72.8	76.7	—

\*1 括弧内の値は算出結果をそのまま示した。

\*2 培養試験区1～3の28日後の平均値を示した。

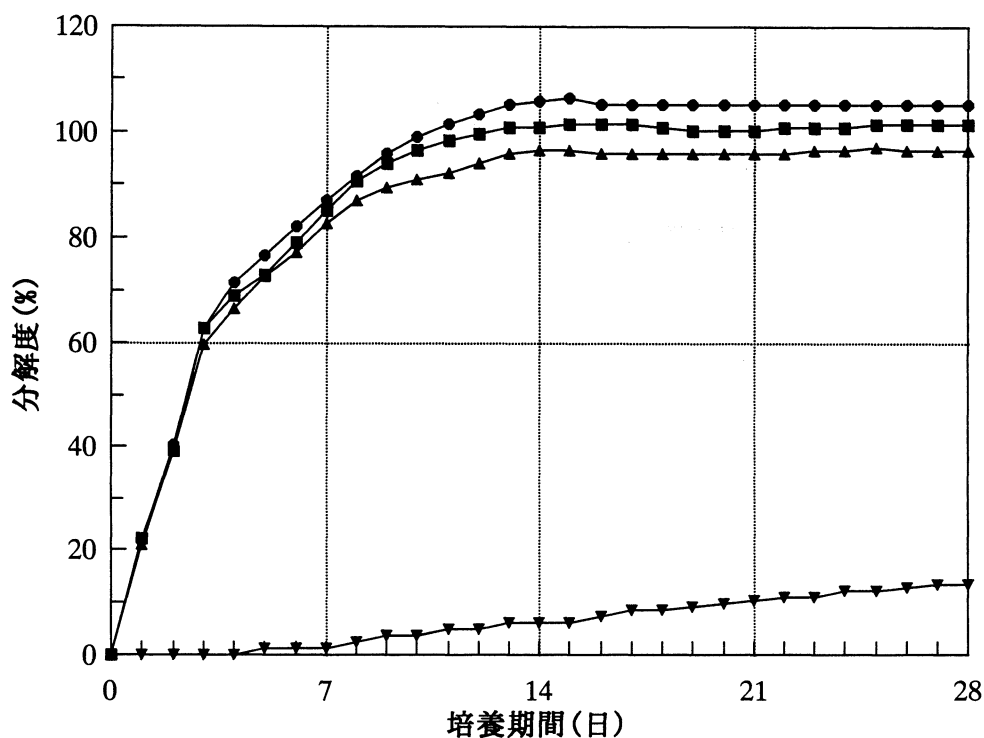


図-1 分解度曲線

■ 培養試験区 1 ◆ 培養試験区 2 ▲ 培養試験区 3 ▼ 非培養試験区

2) BOD値及びThOD値

検体及び基準物質のBOD値及びThOD値を表-2に示した。ただし、非培養試験区以外は植種ブランクを差し引いた値を示した。

なお、検体のBOD値及びThOD値は固形分当たりの換算値を示した。

表-2 検体及び基準物質のBOD値及びThOD値(単位: mgO/mg)

試験区分	7日後	14日後	21日後	28日後	ThOD値
検体					
培養試験区 1	1.76	2.09	2.07	2.10	2.07
培養試験区 2	1.80	2.19	2.17	2.17	2.07
培養試験区 3	1.71	2.00	1.99	2.00	2.07
非培養試験区	<0.1	0.12	0.21	0.27	2.07
アニリン					
基準試験区	1.72	1.99	2.19	2.31	3.01

3) DOC値及び生分解度

28日後の試験培養液のDOC値及びDOC値から算出した生分解度を表-3に示した。ただし、培養試験区のDOC値は植種ブランクを差し引いた値を示した。

表-3 28日後の試験培養液のDOC値及び生分解度

試験区分	DOC値 (mgC/l)	生分解度* (%)	生分解度平均値 (%)
培養試験区 1	1.0	>90	
培養試験区 2	<1	>90	>90
培養試験区 3	<1	>90	
非培養試験区	44.7	—	—

\* 生分解度は下記の式により算出した。

$$\text{生分解度}(\%) = \frac{C_a - C_b}{C_a} \times 100$$

$C_a$  : 非培養試験区のDOC値 (mgC/l)

$C_b$  : 植種ブランクを差し引いた各培養試験区のDOC値 (mgC/l)

4) pH

28日後の試験培養液のpHを表-4に示した。

表-4 28日後の試験培養液のpH

試験区分	pH
培養試験区 1	6.9
培養試験区 2	6.7
培養試験区 3	6.7
非培養試験区	7.3
植種ブランク	7.0

以 上



## ヒメダカによる急性毒性試験

### 要 約

検体について、JIS K 0102:1998「工場排水試験方法」の魚類による急性毒性試験の項に準拠し、ヒメダカによる96時間急性毒性試験を実施した。

試験は、試験区(公比1.5)及び対照区について1区当たり10尾のヒメダカを用い、水温 $24 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 、止水式で行った。

その結果、検体の96時間 $\text{LC}_{50}$ 値(Median lethal concentration: 半数致死濃度)は130 mg/lであった。

### 依 頼 者

株式会社 スピカコーポレーション

### 検 体

ボディソープ スピカココ全身シャンプーEX

### 試験実施期間

平成12年2月15日～平成12年3月7日

### 試験実施場所

財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所  
東京都多摩市永山6丁目11番10号

### 試験担当責任者

財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所  
環境科学部 水生生物課  
藤井 雄二

### 試験実施者

吉安 友二 , 小野 智康 , 吉川 淳 , 時松 靖之 , 木村 関男

1 試験目的

検体の魚類に対する急性毒性を調べる。

2 検 体

ボディソープ スピカココ全身シャンプーEX

形状等：液状

3 試験方法

1) 試験魚

① 試験魚名：ヒメダカ (*Oryzias latipes*)

② 体長及び体重：平均体長 2.0 cm, 平均体重 0.13 g (測定数10尾)

③ 入手先：自家生産

④ 順化：

試験魚は試験開始前7日間、試験条件と同じ水質、温度及び照明に順化させた。

なお、順化期間中の試験魚の死亡率は5 %以下であった。

2) 試験水の調製

検体を希釈水に添加して公比1.5の濃度間隔の試験水を調製し、試験区とした。

対照区は希釈水のみとした。

3) 試験条件

① 試験方式：止水式

② 試験魚数：1試験水当たり10尾

③ 試験水量：4 l

④ 試験水温：24±1℃

⑤ 照 明：16時間照明/日

⑥ 試験水槽：丸形スチロール製水槽 (内径 23 cm, 高さ 12 cm)

⑦ 希釈水：活性炭処理により残留塩素を除去した水道水

pH : 7.8

硬度：75 mg/l (CaCO<sub>3</sub>として)

アルカリ度：35 mg/l (CaCO<sub>3</sub>として)

4) 測定

各試験区のアメダカの挙動を観察し、24、48、72及び96時間後の死亡数を記録した。また、試験開始時及び終了時の各区の試験水のpHをガラス電極法で、溶存酸素濃度(以下「DO」と略す。)を隔膜電極法で測定した。

5) LC<sub>50</sub>値の算出方法

Binominal法

6) 測定機器

① pH計：HM-11P [東亜電波工業株式会社]

② DO計：DO-14P [東亜電波工業株式会社]

4 試験結果

1) LC<sub>50</sub>値

検体の24、48及び96時間LC<sub>50</sub>値を表-1に示した。

表-1 検体の24、48及び96時間LC<sub>50</sub>

(単位：mg/l)

24時間LC <sub>50</sub>	48時間LC <sub>50</sub>	96時間LC <sub>50</sub>
130	130	130

2) 濃度と死亡率

検体の96時間における100 %死亡率最低濃度は220 mg/l, 0 %死亡率最高濃度は100 mg/lであった。各濃度の試験区における時間ごとの死亡率と、開始時及び終了時のpH並びにD0を表-2に示した。また、図-1に濃度と死亡率のグラフを示した。

表-2 死亡率とpH及びD0

試験濃度 (mg/l)	死亡率(%)				開始時		終了時	
	24時間	48時間	72時間	96時間	pH	D0(mg/l)	pH	D0(mg/l)
320	100	—	—	—	8.0	8.3	8.0	8.2
220	100	—	—	—	8.0	8.3	7.2	4.0
150	80	90	90	90	7.9	8.3	7.2	4.3
100	0	0	0	0	7.9	8.3	7.2	4.6
対照区	0	0	0	0	7.9	8.3	7.4	6.8

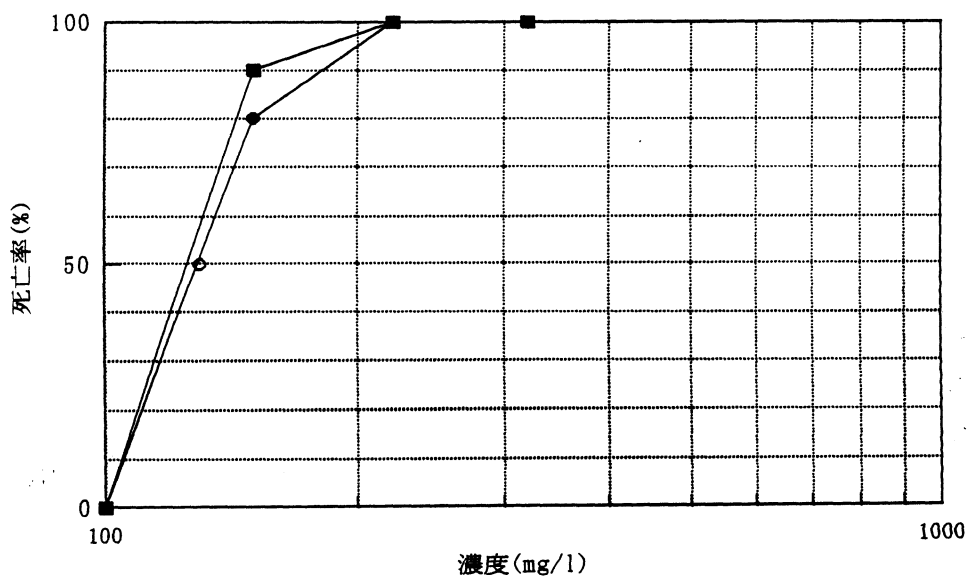


図-1 濃度-死亡率曲線

● 24時間 ▲ 48時間 ■ 72時間 ▼ 96時間 ○ LC50値

以 上