

分析試験成績書

第500020089-001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 洗濯用洗剤 スピカココ

付記事項 * * * * *

財団法人

日本食品分析センター

東京本部 〒163-0052 東京都渋谷区元代々木町52番1号
大阪支所 〒564-0051 大阪府大阪市豊津町3番1号
名古屋支所 〒460-0047 名古屋市中区大須4丁目5番13号
九州支所 〒812-0034 福岡市博多区下呉服町1番12号
多摩研究所 〒206-0025 東京都多摩市永山6丁目11番10号

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	210,000mg/kg		1	
COD _{Mn}	33,000mg/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

DOC法による生分解度試験

要 約

検体について、OECD化学品テストガイドライン 301A DOC Die-Away試験(1992)に準拠して生分解度試験を14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、振とう培養法で培養し、溶存有機体炭素(DOC)を測定した。

その結果、14日後の検体の生分解度は90 %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

洗濯用洗剤 スピカココ

試験実施期間

平成12年2月14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

西山 真理子 , 藤野 仁美 , 吉川 淳 , 時松 靖之

1 試験目的

検体の生分解度を測定する。

2 検 体

洗濯用洗剤 スピカココ

形状等：粉末状

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+殺菌剤
- ③ 吸着試験区：検体+微生物源+基礎培養基+殺菌剤
- ④ 基準試験区：アニリン+微生物源+基礎培養基
- ⑤ 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：振とう培養法（振幅10 cm，振とう回数120回/分）
- ② 試験期間：14日間（測定点：7及び14日後）
- ③ 検体濃度：730 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 試験容器：500 ml容坂口フラスコ
- ⑪ 試験温度：22±2℃

3) 試験培養液及び基礎培養基の調製

① 培養試験区，非培養試験区及び吸着試験区

検体の調製液を塩酸溶液でpH7.0±1.0に調整し，DOC値として約50 mgC/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，非培養試験区及び吸着試験区とした。また，非培養試験区及び吸着試験区は殺菌のため，1 W/V%塩化第二水銀溶液を300 mlに対して2 ml添加した。

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液10 mlとB、C及びD液各1 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8.50 g，リン酸水素二ナトリウム2水和物33.40 g及び塩化アンモニウム0.50 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22.50 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)27.50 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2月14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，吸着試験区，基準試験区及び植種ブランクに植種した。

5) 測定方法

① 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」22.有機体炭素(TOC)の項に従って，TOC計で測定した。

② 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) 生分解度の算出方法

DOC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。

$$\text{生分解度 (\%)} = \frac{(T_0 - B_0) - (T_x - B_x)}{(T_0 - B_0)} \times 100$$

T_0 : 各試験区の開始時のDOC (mgC/l)

B_0 : 植種ブランクの開始時のDOC (mgC/l)

T_x : 各試験区のx日後のDOC (mgC/l)

B_x : 植種ブランクのx日後のDOC (mgC/l)

7) 測定機器

TOC計 : TOC-5000 [株式会社 島津製作所]

4 試験結果

1) DOCによる生分解度

検体及び基準物質の生分解度を表-1に示した。

検体の14日後の生分解度は90 %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	平均値*2
検 体			
培養試験区 1	>90 (98.5)	>90 (98.5)	
培養試験区 2	>90 (98.9)	>90 (98.2)	>90 (98.5)
培養試験区 3	>90 (97.6)	>90 (98.9)	
非培養試験区	<10	<10	—
吸着試験区	12.5	11.0	—
アニリン			
基準試験区	>90 (98.3)	>90 (97.2)	—

*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14日後の平均値を示した。

2) DOC値

検体及び基準物質のDOC値を表-2に示した。

なお、非培養試験区以外の結果は植種ブランクを差し引いた値を示した。

表-2 検体及び基準物質のDOC値(単位：mgC/l)

試験区分	開始時	7日後	14日後
検 体			
培養試験区 1	46.2	<1	<1
培養試験区 2	45.6	<1	<1
培養試験区 3	45.0	1.1	<1
非培養試験区	42.8	43.1	43.1
吸着試験区	40.9	35.8	36.4
アニリン			
基準試験区	77.5	1.3	2.2

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1.8）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 LC_{50} 値（Median lethal concentration：半数致死濃度）は83 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

洗濯用洗剤 スピカココ

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

洗濯用洗剤 スピカココ

形状等：粉末状

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1.8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 (CaCO₃として)

アルカリ度 : 35 mg/l (CaCO₃として)

4) 測定

各試験区のヒ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「D0」と略す。)を隔膜電極法で測定した。

5) LC₅₀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 D0計 : D0-14P [東亜電波工業株式会社]

4 試験結果

1) LC₅₀値

検体の24, 48及び96時間LC₅₀値を表-1に示した。

表-1 検体の24, 48及び96時間LC₅₀

(単位 : mg/l)

24時間LC ₅₀	48時間LC ₅₀	96時間LC ₅₀
83	83	83

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180 mg/l, 0 %死亡率最高濃度は56 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	—	—	—	10.2	8.3	10.2	8.3
180	100	—	—	—	10.1	8.3	9.8	7.8
100	80	80	80	80	9.7	8.3	7.9	5.7
56	0	0	0	0	9.4	8.3	7.7	5.7
対照区	0	0	0	0	7.9	8.3	7.4	6.8

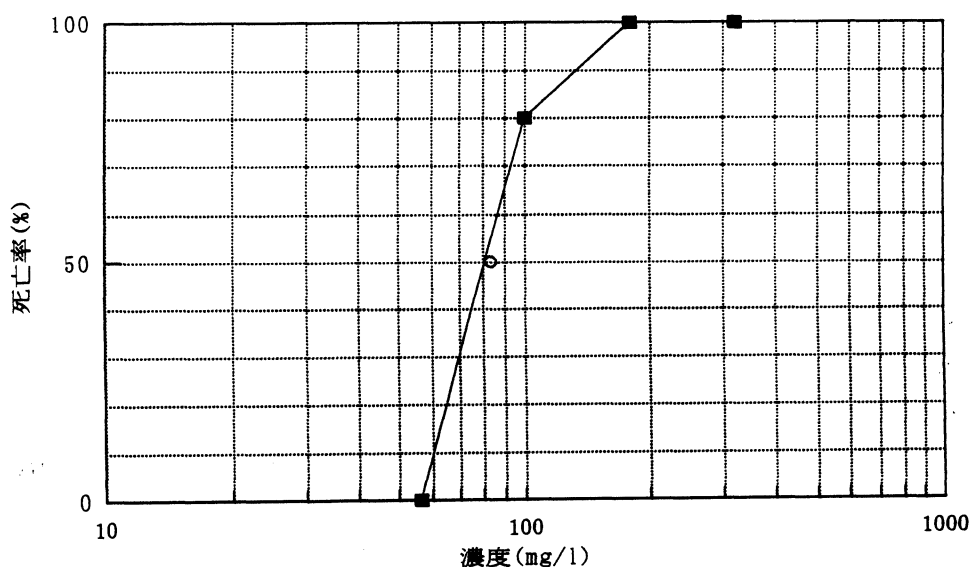


図-1 濃度－死亡率曲線

● 24時間 ▲ 48時間 ■ 72時間 ▼ 96時間 ○ LC50値

以 上



No. 1 ()

試験鑑定証明書

12 日 染 東 試 証 第 5196 号

依 頼 者 (株)スピカコーポレーション

殿

平成 12 年 4 月 28 日

品名(品番)

財団法人日本染色検査協会

数 量

6

東 京 検 査 所

3 月 13 日提出された試料について試験の結果、下記のとおりであることを証明します。

洗浄率測定試験方法

1. 試験手順

- (1) ランダムータを用い、綿及びナイロン、アセート添付白布（各 6 枚）を汚染させ標準汚染布を作製する。

<汚染条件>

液 温	40℃
汚 染 液	150ml（弱アルカリ性合成洗剤使用）
ステンレス鋼球	10個
処 理 時 間	20分
すすぎ	2分
乾 燥	トリップドライ

- (2) 標準汚染布（6 枚）について各洗浄処理を行う。

<洗浄方法>

水洗い：JIS L 0844 A-2法

洗 液	0.5g/l（提出された洗剤を使用）
液 量	100ml
ステンレス鋼球	10個
処 理 温 度	15℃
処 理 時 間	30分間
乾 燥 方 法	トリップドライ

- (3) 光電反射計を用い、主波長534nmのフィルターを使用してそれぞれの反射率を6枚重ねた状態で3回測定する。
(4) 上記で求めた反射率より次の式を用いて洗浄率を求め、3回の平均で表す。（小数点以下2桁まで）

$$\text{洗浄率 (\%)} = \frac{(100 - R_s) - (100 - R_{ss})}{(100 - R_s)} \times 100$$

ここに R_s : 標準再汚布の反射率 (%)
 R_{ss} : 洗浄後の反射率 (%)

無断複写転用はお断りいたします。



試験成績

2. 試験結果

項 目	区 分	① スピカコ		
		綿	ナイロン	アセテート
反射率 (%)	洗浄前	49.00	30.10	51.50
	洗浄後	54.08	59.83	64.51
洗浄効率 (%)		9.96	42.53	26.82

項 目	区 分	② セフター E		
		綿	ナイロン	アセテート
反射率 (%)	洗浄前	49.00	30.10	51.50
	洗浄後	53.73	51.98	64.91
洗浄効率 (%)		9.27	31.30	27.65

項 目	区 分	③ シャボン玉スノール		
		綿	ナイロン	アセテート
反射率 (%)	洗浄前	49.00	30.10	51.50
	洗浄後	60.97	64.36	64.97
洗浄効率 (%)		23.47	49.01	27.77

測定機種：島津製作所製 UV3100-PC 使用

無断複写転用はお断りいたします。

財団法人

日本染色検査協会

東京検査所

試 験 成 績

汚染液の調整

弱アルカリ性合成洗剤と次に示す汚染剤を重量比が7:3になるよう秤量し、洗剤を乳鉢ですりつぶし、それに汚染剤をぬり合わせた後、少量の水を数回に分けて加え、さらにねり合わせながら水を加えて、汚染剤が0.075%になるよう希釈する。

汚染剤は、A油性汚染剤とB乾性汚染剤を3:1の割合で十分混合した物を用いる。

A油性汚染剤

薬 品 名	成分（重量％	規 格
ステアリン酸	12.5	JIS K8585
オレイン酸	12.5	JIS K8212
硬化油	12.5	JIS K3331（普通品）
オリーブ油	12.5	試薬C P 級
セチルアルコール	8.5	JIS K8596
固形パラフィン	21.5	JIS K2235(No.140)
コレステロール	5.0	JIS K8350
カーボンブラック	15.0	玉川カーボンブラック

B乾性汚染剤

薬 品 名	成分（重量％	規 格
粘 土	55.0	所定のもの
ポルトランドセメント	17.0	JIS R5210
シリカゲル	17.0	JIS K8885
酸化第2鉄	0.50	試薬C P 級
n-デカン	8.75	試薬E P 級
カーボンブラック	1.75	玉川カーボンブラック

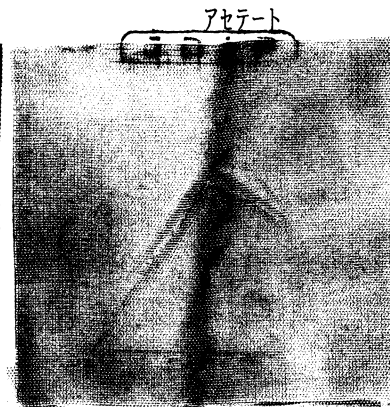
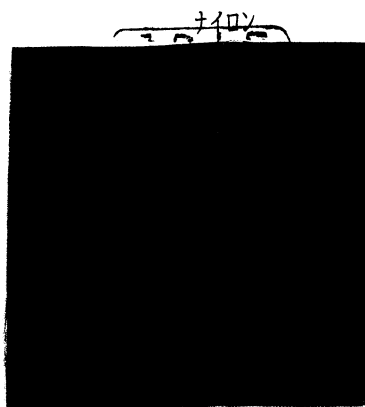
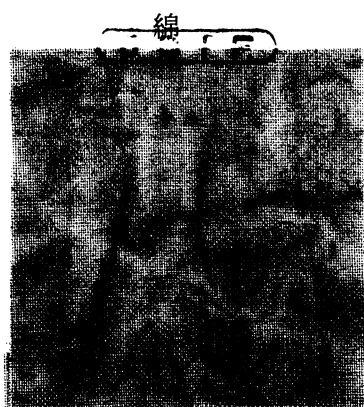
無断複写転用はお断りいたします。

財団法人 日本染色検査協会

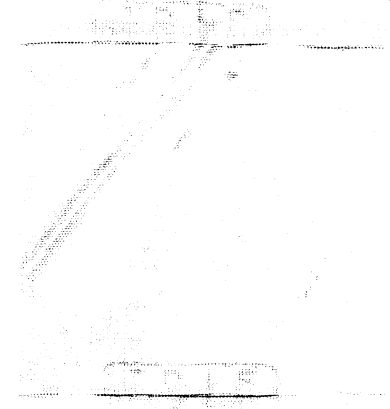
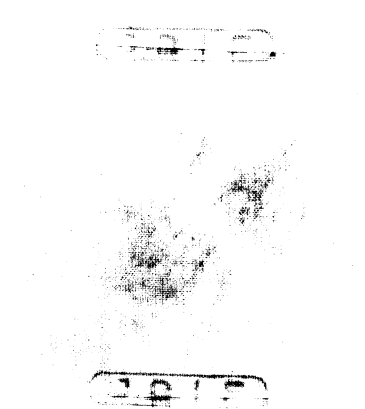
試験成績

標準汚染布

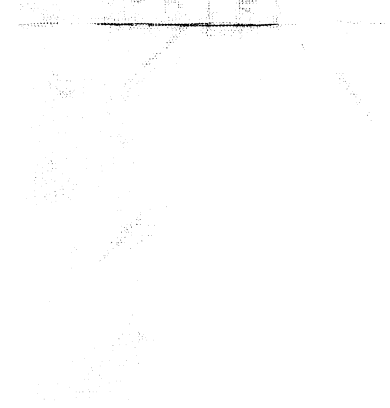
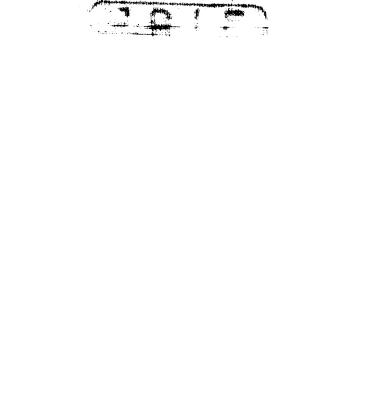
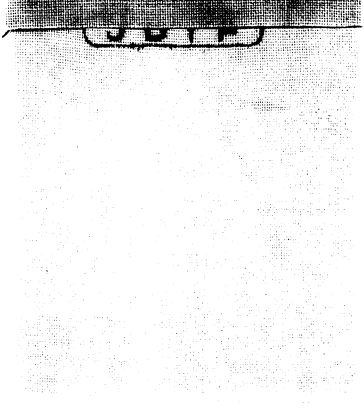
① スピカコ



② セフター E



③ シャボン玉ス



無断複写転用はお断りいたします。

財団法人 日本染色検査協会