

最 終 報 告 書

3, 5-ジメチルアニリン（被験物質番号 K-1026）の
1-オクタノールと水との間の分配係数試験

財団法人 化学品検査協会
化学品安全センター久留米研究所

陳 述 書

財団法人 化学品検査協会
化学品安全センター久留米研究所

試験委託者 通商産業省

試験の表題 3, 5 - ジメチルアニリン (被験物質番号 K-1026) の
1-オクタノールと水との間の分配係数試験

試験番号 81026K

上記試験は、昭和63年11月18日付、環企研第233号、衛生第38号及び63基局第823号による「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める命令第4条に規定する試験施設について」に定める「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める命令第4条に規定する試験施設に関する基準」に従って実施したものです。

平成元年11月24日

運営管理者



信頼性保証書

財団法人 化学品検査協会
化学品安全センター久留米研究所

試験委託者 通商産業省

試験の表題 3, 5-ジメチルアニリン (被験物質番号 K-1026) の
1-オクタノールと水との間の分配係数試験

試験番号 81026K

上記試験は財団法人化学品検査協会化学品安全センター久留米研究所の
信頼性保証部門が監査及び査察を実施しており、監査又は査察を行った日付
並びに運営管理者及び試験責任者に報告を行った日付は以下の通りです。

監査又は査察日	報告日 (運営管理者)	報告日 (試験責任者)
平成 元年10月14日	平成 元年10月14日	平成 元年10月14日
平成 元年10月16日	平成 元年10月17日	平成 元年10月17日
平成 元年11月21日	平成 元年11月21日	平成 元年11月21日

本最終報告書は、試験の方法が正確に記載されており、内容が試験計画及び
標準操作手順に従い、かつ、生データを正確に反映していることを保証します。

平成 元年 11 月 2 / 日
信頼性保証業務担当者

平成 元年 11 月 2 / 日
信頼性保証部門責任者

目 次

	頁
要 約	1
1. 表 題	2
2. 試験委託者	2
3. 試験施設	2
4. 試験目的	2
5. 試験方法	2
6. 試験期間	2
7. 試験関係者	3
8. 最終報告書作成日	3
9. 最終報告書の承認	3
10. 被 験 物 質	4
11. 分配係数試験の実施	5
12. 試験結果	10
13. 試資料の保管	11
14. 備 考	11
15. 表及び図の内容	12

要 約

1. 試験の表題 3, 5-ジメチルアニリン（被験物質番号 K-1026）の
1-オクタノールと水との間の分配係数試験

2. 分配係数試験

2.1 条 件

(1) 被験物質添加量 5. 20 mg

(2) 測 定 条 件

(ml)

	測定条件-1	測定条件-2	測定条件-3
水飽和1-オクタノール	5	10	20
1-オクタノール飽和水	45	40	30

(3) 試 験 温 度 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$

(4) 回転数及び時間 20回/分, 5分間

(5) 連 数 $n = 2$

2.2 定量分析

高速液体クロマトグラフィー（HPLC）による被験物質の分析

3. 試験結果（対数値で示した。）

	測 定 値		全 平 均
	a	b	
測定条件-1	2.00 (6.3)	2.09 (6.3)	1.83
測定条件-2	1.72 (6.3)	1.80 (6.3)	
測定条件-3	1.69 (6.3)	1.66 (6.4)	

() 内に水層のpHを示した。

最 終 報 告 書

試験番号 81026K

1. 表 題 3, 5-ジメチルアニリン（被験物質番号 K-1026）の
1-オクタノールと水との間の分配係数試験
2. 試験委託者 名 称 通商産業省

住 所 (〒100) 東京都千代田区霞ヶ関一丁目3番1号
3. 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久留米研究所
住 所 (〒830) 福岡県久留米市中央町19-14
 TEL (0942) 34-1500
4. 試験目的 被験物質K-1026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。
5. 試験方法 「化学物質の審査及び製造等の規則に関する法律の運用について」
 (昭和62年3月24日, 薬発第291号・62基局第171号に
 よる〈OECD Test Guideline (OECD理事会決定 [C(81)30 最終
 別添 1]) 107 において規定されている化学物質の分配係数 (1-
 オクタノール/水) 測定方法の解説〉及びその補足による。
6. 試験期間

 (1) 試験開始日 平成元年10月14日

 (2) 試験終了日 平成元年10月23日

7. 試験関係者

試験責任者

試験担当者

試験資料管理部門責任者

8. 最終報告書作成日

平成元年10月23日

作成者

9. 最終報告書の承認

試験責任者

平成元年10月23日

氏名

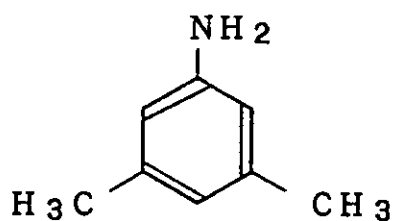
10. 被 験 物 質

本報告書において被験物質K-1026は、次の名称及び構造式等を有するものとする。

10.1 名 称 3, 5 - ジメチルアニリン

10.2 構造式等

構造式



分子式 $C_8H_{11}N$

分子量 121. 18

10.3 純 度^{*1} 98. 5%

*1 [REDACTED] 添付資料による。

10.4 入手先、商品名及びロット番号

- (1) 入 手 先 [REDACTED]
- (2) 商 品 名 [REDACTED]
- (3) ロット番号 DU01

10.5 同 定

赤外吸収スペクトル（図－6参照）を測定し、被験物質であることを確認した。

10.6 溶媒への溶解度

対 1－オクタノール : 100g/ℓ以上
対 水 : 4.6g/ℓ

10.7 保管条件

冷暗所

11. 分配係数試験の実施

11.1 試験装置、溶媒及び環境条件

(1) 試験装置

回 転 振 とう 機	池本理化工業製 型LA-100
回 転 数 及 び 時 間	回転数 20回/分, 時間 5分間
平 衡 容 器	50ml容共栓付ガラス製遠心管
遠 心 分 離 機	佐久間製作所製 型RSL-05

(2) 溶 媒

1－オクタノール 化学物質の分配係数測定用（通商産業大臣認証試薬）
精製水（イオン交換水を蒸留したもの） 高杉製薬製

(3) 環境条件

実 施 場 所	恒温室
試 験 温 度	25±1℃

11.2 溶媒の調製

1-オクタノールと精製水とをガラス製容器で24時間以上振とうした後、分離し、それぞれの飽和溶媒として使用した。また、水飽和1-オクタノール中の水分濃度をカールフィッシャー水分計を用いて確認し、1-オクタノール飽和水中の1-オクタノール濃度をガスクロマトグラフィーを用いて確認した。

11.3 被験物質溶液の調製

被験物質を電子天秤で510mg秤量し、水飽和1-オクタノールに溶解後、100 mlに定容して被験物質溶液を調製した。この溶液の被験物質濃度は5200mg/l (0.0429mol/l) であった。

11.4 測定条件及び被験物質添加量

測定条件は以下のように設定した。また、被験物質は5.20mg添加した。

測定条件

(単位 ml)

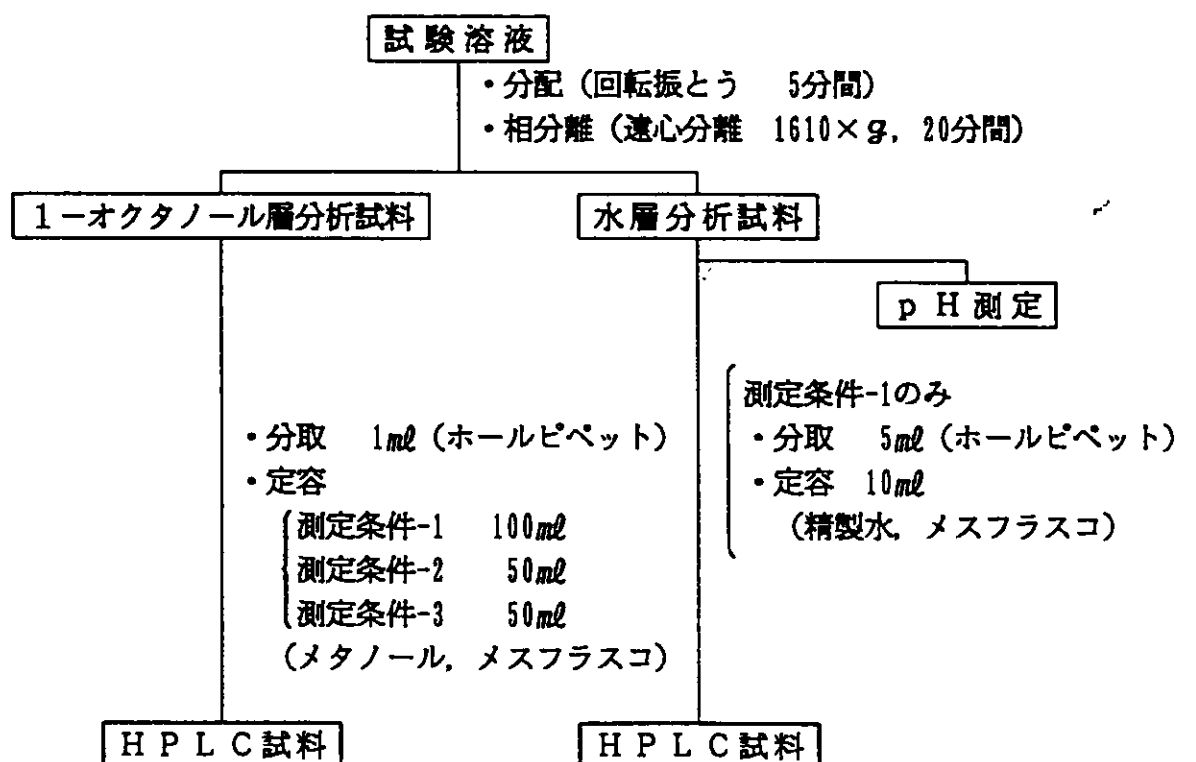
	測定条件-1	測定条件-2	測定条件-3
水飽和1-オクタノール	5	10	20
1-オクタノール飽和水	45	40	30

各測定条件とも、連数：n=2で試験を行った。

11.5 試験操作

11.4の測定条件になるように、平衡容器に水飽和1-オクタノール、1-オクタノール飽和水及び11.3で調製した被験物質溶液1 mlを添加し、試験溶液とした。この試験溶液を下記のフロースキームに従って分配、相分離し、前処理を行った後、被験物質を高速液体クロマトグラフィー（HPLC）で定量分析を行った。また、水層のpHを測定した。

〈フロースキーム〉



11.6 定量分析

11.5の前処理を行って得られたHPLC試料は、以下の条件に基づき被験物質を分析した。HPLC試料中の被験物質濃度はクロマトグラム上の被験物質のピーク高さを濃度既知の標準溶液のピーク高さと比較し、比例計算して求めた（表-1, 2、図-3, 4参照）。

被験物質の定量下限は、クロマトグラムのノイズレベルを2mm（ピーク高さ）とし、検量線より、1-オクタノール層 0.2mg/l、水層 0.2mg/lとした（図-1, 2参照）。

(1) 分析機器の定量条件

機 器	高速液体クロマトグラフ
カ ラ ム	Inertsil ODS-2 15cm×4.6mmφ ステンレス製
溶 離 液	メタノール/りん酸緩衝液 ^{*2} (pH 7.0) (6/4 V/V)
流 量	1.0ml/min
測定波長	234nm
注 入 量	20μl
感 度	
検 出 器	0.01ABU/FS
記 録 計	レンジ 10mV

*2 5mmol/lりん酸水素二ナトリウム溶液をりん酸(1+99)でpH 7.0に調整。

(2) 標準溶液の調製

被験物質 100mgを電子天秤で精秤し、メタノールに溶解して100mlに定容し、1000mg/lの標準原液を調製する。さらに1-オクタノール層分析用としてメタノールで希釈して5.00mg/l、水層分析用として精製水で希釈して5.00mg/lの標準溶液を調製した。

(3) 検量線の作成

(2)の標準溶液調製法と同様にして、1-オクタノール層分析用として2.50、5.00及び10.00mg/l、水層分析用として2.50、5.00及び10.00mg/lの標準溶液を調製し、これらを(1)の定量条件に従って分析し、得られたそれらのクロマトグラム上のピーク高さと濃度より検量線を作成した（図-1, 2参照）。

11.7 ブランク試験

(1) 方 法

11.5及び11.6の操作に準じて、被験物質を加えないブランク試験を行った。

(2) 結 果

クロマトグラム上で水層及び1-オクタノール層ともに被験物質ピーク位置にブランクピークは検出されなかった(図-5参照)。

11.8 分配係数の算出

水層及び1-オクタノール層中の被験物質濃度より、以下の式に従って被験物質の分配係数を算出した。

$$P_{ow} = \frac{C_o}{C_w}$$

$$P = \log P_{ow}$$

C_o : 1-オクタノール層中の被験物質濃度 (mg/l)

C_w : 水層中の被験物質濃度 (mg/l)

P : 分配係数 (対数值)

計算結果は対数表示とし、JIS Z 8401-1961の方法に準じて有効数字3ケタに丸めて表示した。

12. 試験結果

1-オクタノール層及び水層分析のHPLCチャートを図-3、4に示した。
分配係数及び水層のpHは次のとおりであった（表-4参照）。

分配係数測定結果（対数値で示した。）

	測 定 値		全 平 均
	a	b	
測定条件-1	2.00	2.09	1.83
測定条件-2	1.72	1.80	
測定条件-3	1.69	1.66	
標準偏差			0.18

水層のpH測定結果

	測 定 値	
	a	b
測定条件-1	6.3	6.3
測定条件-2	6.3	6.3
測定条件-3	6.3	6.4

13. 試資料の保管

13.1 被験物質

保管用被験物質約5gを保管用容器に入れ密栓後、「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める命令第4条に規定する試験施設について」に定める「新規化学物質に係る試験及び指定化学物質に係る有害性の調査の項目等を定める命令第4条に規定する試験施設に関する基準」（以下「GLP基準」という。）第32条に定める期間、当研究所試料保管室に保管する。

13.2 生データ、資料等

試験により得られた分析結果、測定結果、観察結果、その他試験ノート等最終報告書の作成に用いた生データ、試験計画書、依頼書、調査表、資料等は最終報告書と共に、「GLP基準」第32条に定める期間、当研究所資料保管室に保管する。

14. 備考

14.1 試験に使用した機器、装置、試薬

機器

高速液体クロマトグラフ

ポンプ	:	島津製作所製	型 LC-3A
検出器	:	島津製作所製	型 SPD-2A

ガスクロマトグラフ	:	島津製作所製	型 GC-9A
-----------	---	--------	---------

カールフィッシャー水分計	:	京都電子工業製	型 MKA-3P
--------------	---	---------	----------

電子天秤	:	メトラー社製	型 AE-200E
------	---	--------	-----------

pHメーター	:	東亜電波製	型 HM-60S
--------	---	-------	----------

装置

回転振とう機	:	5頁参照
--------	---	------

高速冷却遠心機	:	5頁参照
---------	---	------

試薬

1-オクタノール	:	ナカライテスク製	化学物質の分配係数測定用 (通商産業大臣認証試薬)
精製水	:	高杉製薬製	日本薬局方
アセトニトリル	:	和光純薬工業製	HPLC用
りん酸水素二ナトリウム	:	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

15. 表及び図の内容

表-1 1-オクタノール層中の被験物質濃度計算表

表-2 水層中の被験物質濃度計算表

表-3 物質収支計算表

表-4 分配係数計算表

図-1 1-オクタノール層分析のための検量線用HPLCチャート及び検量線

図-2 水層分析のための検量線用HPLCチャート及び検量線

図-3 1-オクタノール層分析HPLCチャート

図-4 水層分析HPLCチャート

図-5 ブランク試験のHPLCチャート

図-6 被験物質の赤外吸収スペクトル