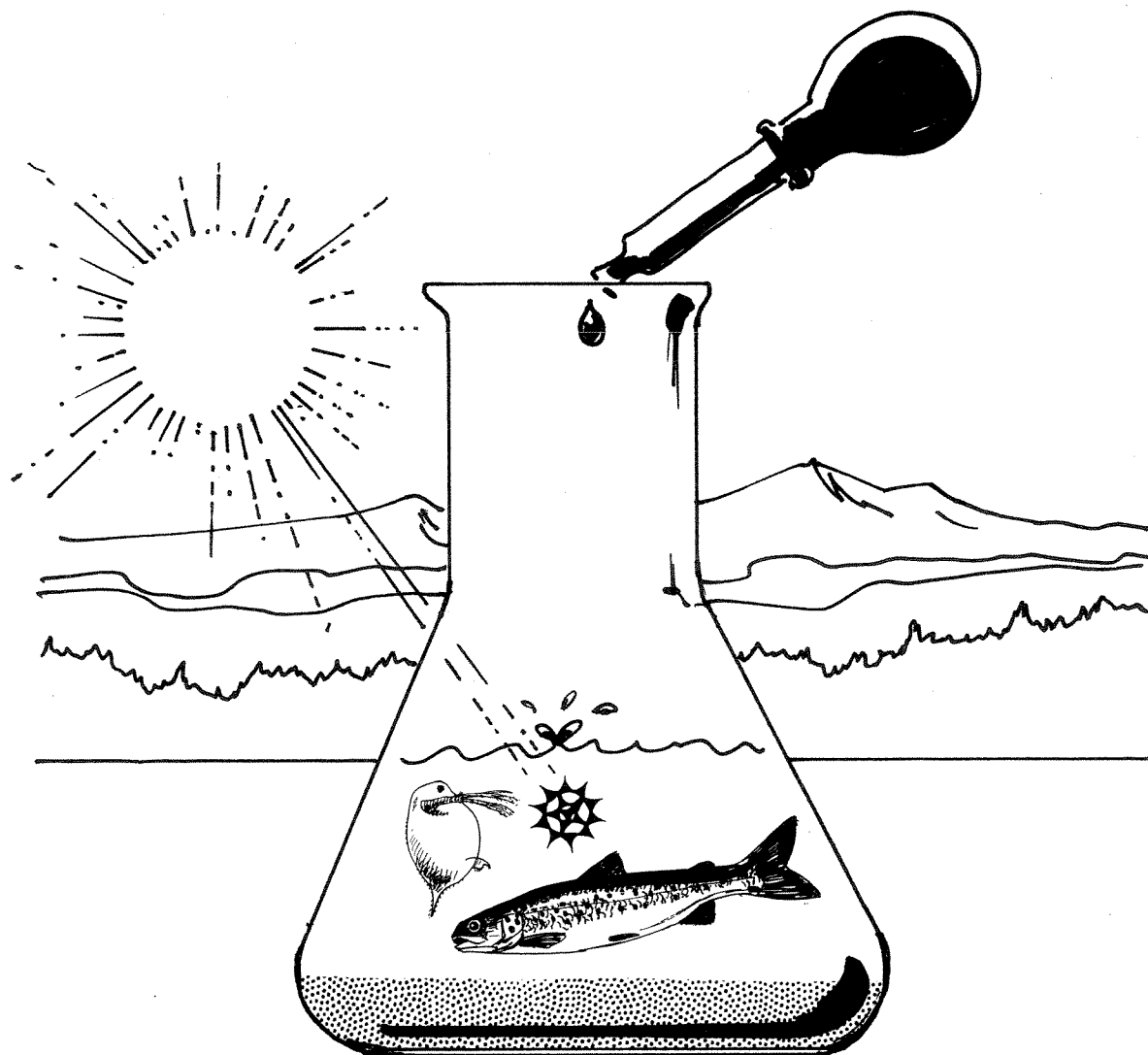



O - 89147

Økotoksikologisk testing av korrosjonsinhibitorer



Norsk institutt for vannforskning  NIVA

NIVA – RAPPORT

Norsk institutt for vannforskning



NIVA

Hovedkontor
Postboks 33, Blindern
0313 Oslo 3
Telefon (02) 23 52 80
Telefax (02) 39 41 29

Sørlandsavdelingen
Grooseveien 36
4890 Grimstad
Telefon (041) 43 033
Telefax (041) 42 709

Østlandsavdelingen
Rute 866
2312 Ottestad
Telefon (065) 76 752

Vestlandsavdelingen
Breiviken 5
5035 Bergen - Sandviken
Telefon (05) 95 17 00
Telefax (05) 25 78 90

Prosjektnr.:
0-89147

Undernummer:

Løpenummer:
2299

Begrenset distribusjon:

Rapportens tittel:

Økotoxikologisk testing av korrosjonsinhibitorer

Dato:
11.10.89

Prosjektnummer:
0-89147

Forfatter (e):

Torsten Källqvist

Faggruppe:
Analyse

Geografisk område:
Generelt

Antall sider (inkl. bilag):
27

Oppdragsgiver:

Norsk Hydro A/S

Oppdragsg. ref. (evt. NTFN-nr.):

Ekstrakt:

Tre korrosjonsinhibitorer for bruk i offshore-industrien er testet med hensyn til toksisitet, biologisk nedbrytbarhet og bioakkumulering for å kunne vurdere potensiale for økologiske effekter. Alle produktene hadde moderat-høy akutt giftvirkning overfor alger, krepsdyr og fisk. En av korrosjonsinhibitorerne viste begrenset biologisk nedbrytbarhet og innholdt en høy andel potensielt bioakkumulerbare forbindelser. For de andre to produktene ventes miljøeffektene hovedsakelig begrenset til akutte gifteffekter i forbindelse med utslipp. Slike effekter er påvist i konsentrasjonsområdet 0.2-0.5 mg/l.

4 emneord, norske:

- 1.
2. **Korrosjonsinhibitorer**
3. **Toksisitet**
4. **Biologisk nedbrytbarhet**
Bioakkumulerbarhet

4 emneord, engelske:

- 1.
2. **Corrosion inhibitors**
3. **Toxicity**
4. **Biodegradability**
Bioaccumulation

Prosjektleder:

Torsten Källqvist

For administrasjonen:

Rainer J. L. ...

ISBN 82-577-1601-4

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

ØKOTOKSIKOLOGISK TESTING AV KORROSJONSHIBITORER

0-89147

Saksbehandler: Torsten Källqvist

Medarbeidere: Harry Efraimsen
Magne Grande
Sigbjørn Andersen
Randi Romstad
Berit Holestøl (SI)

Bakgrunn

Norsk Hydro A/S henvendte seg i juni 1989 til NIVA for å få utført økotoksikologiske tester av tre produkter av kategorien korrosjonsinhibitorer. Et program for testene med sikte på å utfylle den eksisterende informasjonen om produktenes nedbrytbarhet og gifteffekter ble utarbeidet (NIVA Jnr. 2089/89). Programforslaget ble godkjent av Norsk Hydro 7 juli 89 (Bestilling PR9-21698.01).

Program for testing

Karakteriseringen omfattet tre korrosjonsinhibitorer, med betegnelsene Petrolite KG-49, Petrolite KW-100 og Dyno KI-325. Disse ble levert til NIVA fra Norsk Hydro A/S. Testene som omfattet biologisk nedbrytbarhet i marint miljø og toksisitetstester med alger, krepsdyr og fisk samt fysisk/kjemisk screening av potensiell bioakkumulerbarhet (Fordeling oktanol/vann, tynnsjilktkromatografisk metode) ble startet i juli-89. Metodene er beskrevet i vedlegg 1-5.

Resultat

Resultatene av de ulike testene er rapportert i vedlegg 1-5. En oppsummering er gitt i tabellen nedenfor.

Test	Benevning	KG-49	KW-100	Dyno KI-325
Alger, vekst 48 t. ¹	EC ₅₀ mg/l	3.9	1.1	0.65
Daphnia, letalitet 48 t.	LC ₅₀ mg/l		0.4	1.9
Laks, letalitet 96 t.	LC ₅₀ mg/l			7.5
Nedbrytbarhet 28 d.	% av KOF	36		>100
Andel bioakkumulerbart	%	8.7	0.23	0.07

¹ De resultater som er oppgitt for alger gjelder effekt på algenes veksthastighet. Metoden foreskriver også beregning av effekt på areal under vekstkurve. Disse verdiene er oppgitt i vedlegg 1. Areal under vekstkurve vil som følge av beregningsmåten alltid være en mer følsom parameter enn veksthastighet og således gi lavere EC₅₀-verdier. Vi velger å legge mest vekt på veksthastigheten fordi vi anser den for å være en mer relevant parameter.

har

Kommentarer

I tillegg til de testdata som er fremkommet i denne undersøkelse foreligger følgende data fra produsentene:

Test	Benevning	KG-49	KW-100
Daphnia letalitet 96t.	LC ₅₀ mg/l	0.92	
Fathead minnow let. 96 t.	LC ₅₀ mg/l	4.5	12
Nedbrytbarhet, 20 d ferskv.	% av KOF	69	96
Nedbrytbarhet, 10 d sjøv.	% av KOF		100

De foreliggende resultatene sammen med testdata fra produsentene tyder på at de tre produktenes akutte giftighet er moderat-høy. Stoffspesifikke variasjoner i følsomhet mellom de ulike organismene gjør at den generelle giftvirkningen av de tre produktene kan sies å være ganske lik. Det er også liten forskjell mellom de laveste EC₅₀ og LC₅₀ verdiene (KG-49: 0.9 mg/l, KW-100: 0.4 mg/l, KI-325: 0.65 mg/l).

Nedbrytbarhetstestene viser at hovedkomponentene i produktene (KW-100 og KI-325) er lett nedbrytbare. Det må imidlertid presiseres at siden det gjelder sammensatte produkter kan det ikke utelukkes at de inneholder små mengder av persistente stoffer. Produktet KG-49 inneholder en vesentlig andel tungt nedbrytbart organisk stoff.

Mengden potensielt bioakkumulerbart stoff er lavest i produktet KI-325 og noe høyere i KW-100. KG-49 har en høy andel bioakkumulerbare stoffer.

Ved en vurdering av miljøeffekter på grunnlag av de tilgjengelige data fremstår KG-49 som mest betenkelig på grunn av lav nedbrytbarhet og høyt innhold av potensielt bioakkumulerbare forbindelser.

KW-100 og KI-325 er begge lett nedbrytbare og har lavt innhold av bioakkumulerbare stoffer. Miljøeffektene av disse stoffene kan derfor ventes å være hovedsakelig akutte gifteffekter i forbindelse med utslipp. Slike effekter er påvist ned til konsentrasjonsområdet 0.2-0.5 mg/l. Det foreliggende materialet gir ikke noe sikkert grunnlag for å skille mellom KW-100 og KI-325 i en rangering av miljøeffekter.

Vedlegg:

1. Resultat av toksisitetstest med algen *Skeletonema costatum*
2. Resultat av toksisitetstest med *Daphnia magna*
3. Resultat av toksisitetstest med laks
4. Resultat av nedbrytbarhetstester
5. Resultat av screeningstest av bioakkumuleringspotensiale

VEDLEGG 1

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

Testmetode: ISO/DP 10253: Water quality - Marine algae growth inhibition test with *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*

Teststoff: Korrosjonsinhibitor Petrolite KG-49

Test organisme: *Skeletonema costatum*, isolert fra Oslofjorden. Klon nr. BAC-1 i NIVAs kultursamling. Kulturen blir vedlikeholdt i semikontinuerlig kultur i naturlig sjøvann tilsatt 10% Z8 (Staub 1961).

Testdata:

Tidsrom for test: 3-5.7.89

Testkonsentrasjoner: 0.18, 0.32, 0.56, 1, 1.8, 3.2, 5.6 mg/l. Stoffet ble dosert fra en stamopløsning i aceton (maks. tilsetning 0.5 ml aceton/l).

Testmedium: Naturlig sjøvann (ytre Oslofjord 40 m)+ ISO vekstmedium

Testoppsett: 50 ml kulturer i 100 ml ståkolber inkubert på gyngebord. 3 parallelle kulturer for hver konsentrasjon og 6 kontrollkulturer.

Lys: 80 $\mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$ fra Osram "hvit" lysstoffrør

Temperatur: 20 °C

pH i vekstmedium ved start: 8.0, ved slutt: 8.4

Biomassebestemming: Telling av celletall med Coulter Multisizer

Resultat:

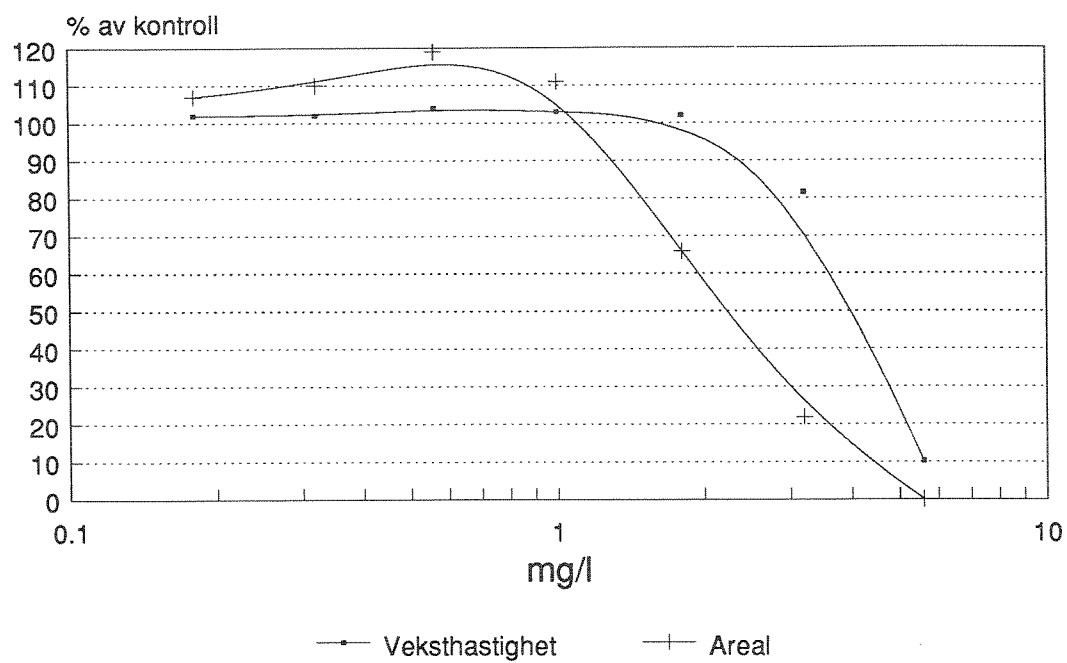
Effekten på algenes vekst er beregnet etter to fremgangsmåter; dels som veksthastighet fra start til slutt (72 timer), dels som areal under vekstkurvene (et integrert mål på biomasseproduksjonen i løpet av 72 timer). Resultatene er plottet i konsentrasjons/responsdiagram. Ur dette kan EC_{50} -verdiene for veksthastighet og areal under vekstkurve beregnes.

"No effect concentration (NOEC)" er beregnet som den høyeste testede konsentrasjon hvor det ikke ble funnet signifikant avvik fra kontrollkulturene.

	EC_{50} (mg/l)	NOEC (mg/l)
Veksthastighet	3.9	3.2
Areal under vekstkurve	2.1	1.8

KG-49

Effekt på *Skeletonema costatum*



NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

Testmetode: ISO/DP 10253: Water quality - Marine algae growth inhibition test with *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*

Teststoff: Korrosjonsinhibitor Petrolite KW-100

Test organisme: *Skeletonema costatum*, isolert fra Oslofjorden. Klon nr. BAC-1 i NIVAs kultursamling. Kulturen blir vedlikeholdt i semikontinuerlig kultur i naturlig sjøvann tilsatt 10% Z8 (Staub 1961).

Testdata:

Tidsrom for test: 3-5.7.89

Testkonsentrasjoner: 0.1, 0.18, 0.32, 0.56, 1, 1.8, 3.2 mg/l

Testmedium: Naturlig sjøvann (ytre Oslofjord 40 m)+ ISO vekstmedium

Testoppsett: 50 ml kulturer i 100 ml ståkolber inkubert på gyngebord. 3 parallelle kulturer for hver konsentrasjon og 6 kontrollkulturer.

Lys: 80 $\mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$ fra Osram "hvit" lysstoffrør

Temperatur: 20 °C

pH i vekstmedium ved start: 8.0, ved slutt: 8.4

Biomassebestemming: Telling av celletall med Coulter Multisizer

Resultat:

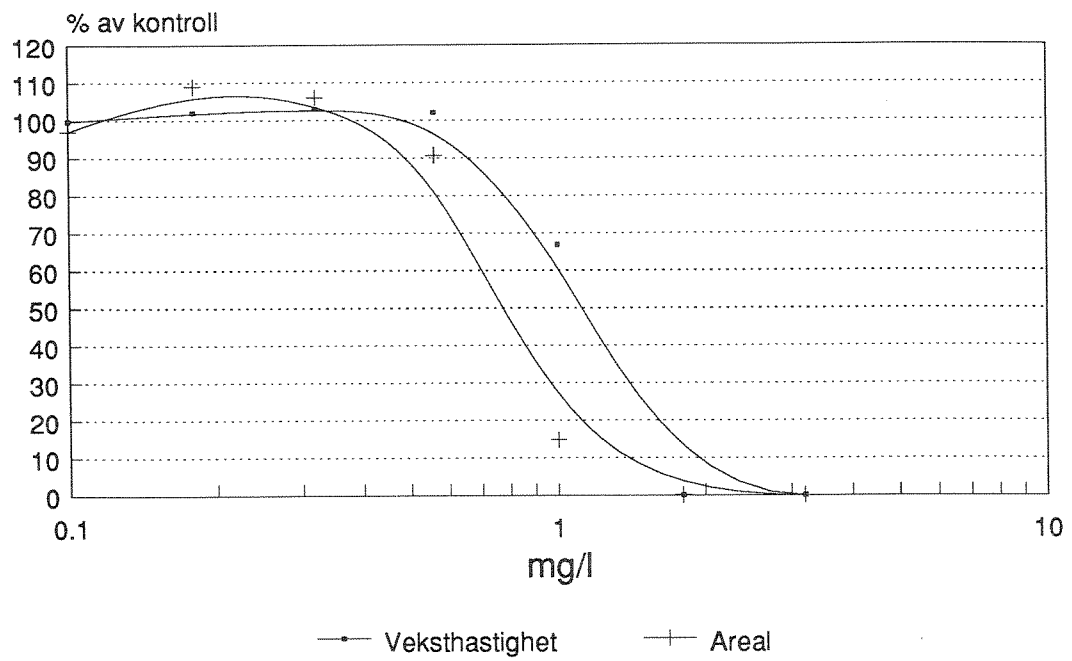
Effekten på algenes vekst er beregnet etter to fremgangsmåter; dels som veksthastighet fra start til slutt (72 timer), dels som areal under vekstkurvene (et integrert mål på biomasseproduksjonen i løpet av 72 timer). Resultatene er plottet i konsentrasjons/responsdiagram. Ur dette kan EC_{50} -verdiene for veksthastighet og areal under vekstkurve beregnes.

"No effect concentration (NOEC)" er beregnet som den høyeste testede konsentrasjon hvor det ikke ble funnet signifikant avvik fra kontrollkulturene.

	EC_{50} (mg/l)	NOEC (mg/l)
Veksthastighet	1.1	1.0
Areal under vekstkurve	0.75	1.0

KW-100

Effekt på *Skeletonema costatum*



NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

Testmetode: ISO/DP 10253: Water quality - Marine algae growth inhibition test with *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*

Teststoff: Korrosjonsinhibitor Dyno KI-325

Test organisme: *Skeletonema costatum*, isolert fra Oslofjorden. Klon nr. BAC-1 i NIVAs kultursamling. Kulturen blir vedlikeholdt i semikontinuerlig kultur i naturlig sjøvann tilsatt 10% Z8 (Staub 1961).

Testdata:

Tidsrom for test: 3-5.7.89

Testkonsentrasjoner: 0.1, 0.18, 0.32, 0.56, 1, 1.8, 3.2 mg/l

Testmedium: Naturlig sjøvann (ytre Oslofjord 40 m)+ ISO vekstmedium

Testoppsett: 50 ml kulturer i 100 ml ståkolber inkubert på gyngbord. 3 parallelle kulturer for hver konsentrasjon og 6 kontrollkulturer.

Lys: 80 $\mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$ fra Osram "hvit" lysstoffrør

Temperatur: 20 °C

pH i vekstmedium ved start: 8.0, ved slutt: 8.4

Biomassebestemming: Telling av celledtall med Coulter Multisizer

Resultat:

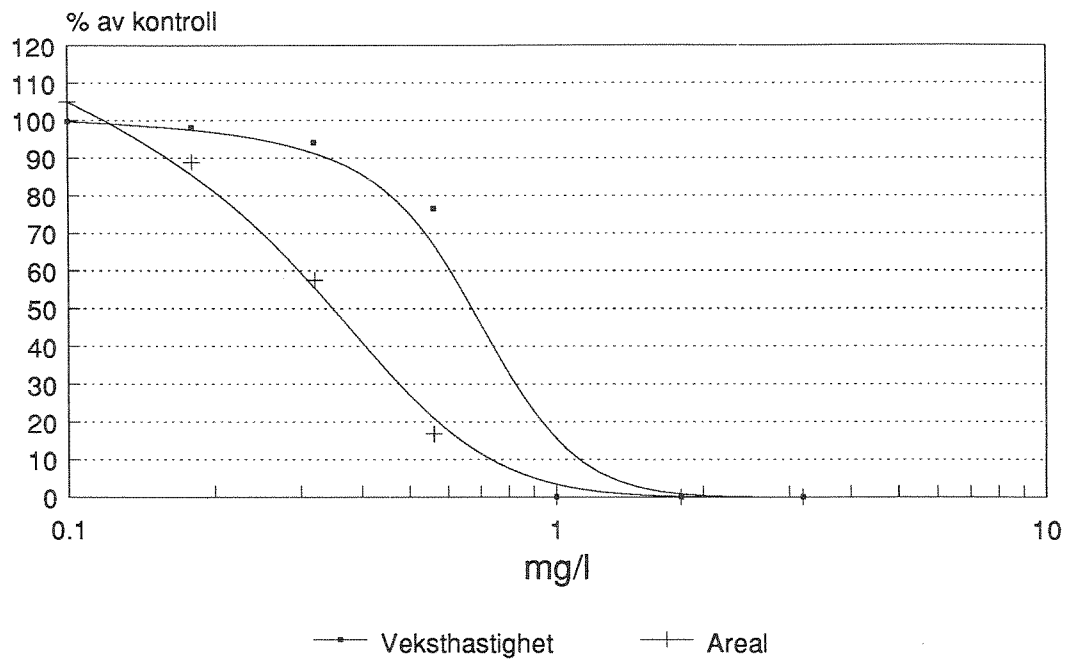
Effekten på algenes vekst er beregnet etter to fremgangsmåter; dels som veksthastighet fra start til slutt (72 timer), dels som areal under vekstkurvene (et integrert mål på biomasseproduksjonen i løpet av 72 timer). Resultatene er plottet i konsentrasjons/responsdiagram. Ur dette kan EC_{50} -verdiene for veksthastighet og areal under vekstkurve beregnes.

"No effect concentration (NOEC)" er beregnet som den høyeste testede konsentrasjon hvor det ikke ble funnet signifikant avvik fra kontrollkulturene.

	EC_{50} (mg/l)	NOEC (mg/l)
Veksthastighet	0.65	0.32
Areal under vekstkurve	0.33	0.32

Dyno KI-325

Effekt på *Skeletonema costatum*



VEDLEGG 2

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED DAFNIER

Testmetode: ISO 6341 Water Quality - Determination of the Inhibition of the Mobility of Daphnia magna

Teststoff: Korrosjonsinhibitor KW 100.

Testorganisme: Daphnia magna. Opprinnelse: Gøteborg Universitet
 Kultivering: Vedlikeholdt i 5 µm filt. naturlig overfl. vann, tilsatt 20 % ISO 6341 salter, og føret kontinuerlig med Selenastrum capricornutum dyrket på 1/10 Z 8 nærings saltløsning, supplert med EWOS T50 yngelfor.

Lysforhold: 700 lux

Testdata:

Testperiode: 7-9.09.1989

Testmedium: Naturlig overfl.vann tilsatt 100 % ISO 6341 salter.

Testbetingelser: Antall enheter: 4 pr. testkonsentrasjon

Antall individ pr. enhet: 5-7

Testtemperatur: 20 +- 0,5° C

Lysforhold: 700 lux Oksygen metn. %: >90

Start Slutt

pH: Høyest testkonsentrasjon: 7,8 7,8

Kontroll: 7,8 7,8

Testkonsentrasjoner: 0,1, 0,18, 0,32, 0,56, 1,0 og 1,8 mg/l

Resultater:

% dødlighet (immobilitet) i kontrollene: 24t = 0 48t = 9

Referansestoff: Kaliumdikromat, 24t-EC₅₀ = 1,6 mg/L 48t-EC₅₀ = 0,4 mg/L

Probit beregning av analysedata:

24 timers eksponering: EC-verdier med 95 % konfidensintervall

EC ₅₀	95 % konfidensintervall	EC ₂₀ - EC ₈₀
0,6 mg/l	0,44 - 0,87	0,38 - 0,98

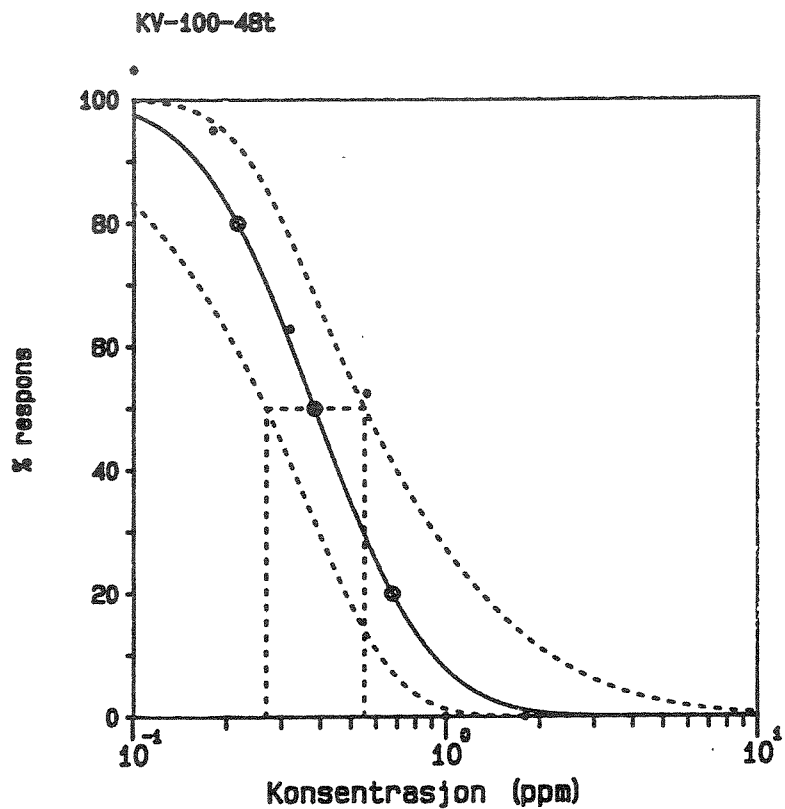
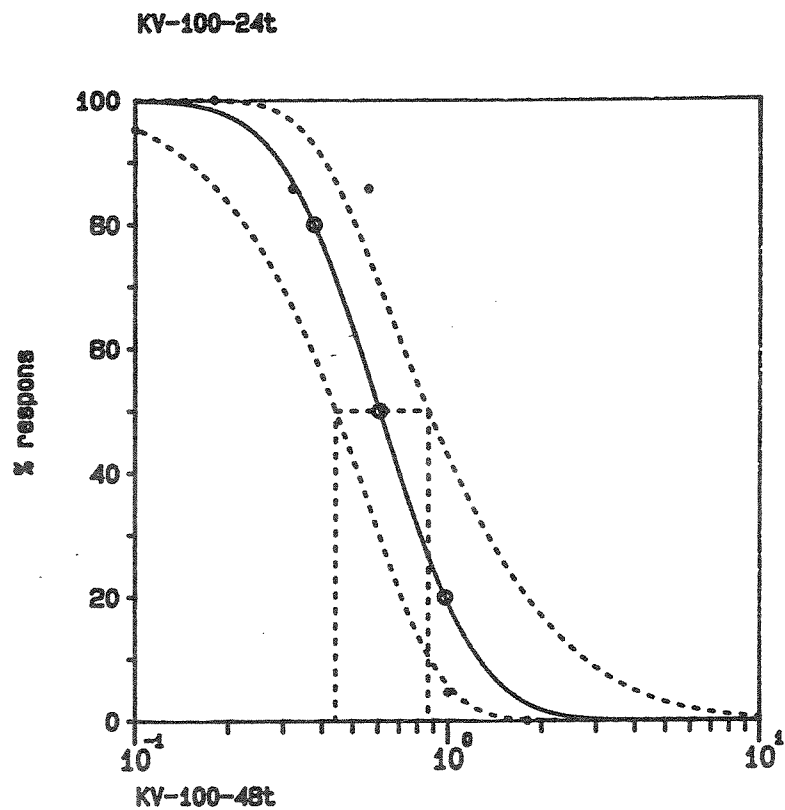
48 timers eksponering: EC-verdier med 95 % konfidensintervall

EC ₅₀	95 % konfidensintervall	EC ₂₀ - EC ₈₀
0,4 mg/l	0,27 - 0,55	0,22 - 0,68

Teststoff: Korrosjonsinhibitor KW 100.

DOSE-RESPONSDIAGRAM

PROBIT



NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED DAFNIER

Testmetode: ISO 6341 Water Quality - Determination of the Inhibition of the Mobility of Daphnia magna

Teststoff: Korrosjonsinhibitor DYNO KI 325.

Testorganisme: Daphnia magna. Opprinnelse: Gøteborg Universitet
 Kultivering: Vedlikeholdt i 5 µm filt. naturlig overfl. vann, tilsatt 20 % ISO 6341 salter, og føret kontinuerlig med Selenastrum capricornutum dyrket på 1/10 Z 8 næringsssaltløsning, supplert med EWOS T50 yngelfor.

Lysforhold: 700 lux

Testdata:

Testperiode: 7-9.09.1989

Testmedium: Naturlig overfl.vann tilsatt 100 % ISO 6341 salter.

Testbetingelser: Antall enheter: 4 pr. testkonsentrasjon

Antall individ pr. enhet: 5-8

Testtemperatur: 20 ± 0,5° C

Lysforhold: 700 lux Oksygen metn. %: >90

Start Slutt

pH: Høyest testkonsentrasjon: 7,8 7,7

Kontroll: 7,6 7,6

Testkonsentrasjoner: 1 3,2, 5, 7,5 og 10 mg/l

Resultater:

% dødlighet (immobilitet) i kontrollene: 24t = 5 48t = 5

Referankestoff: Kaliumdikromat, 24t-EC₅₀ = 1,6 mg/L 48t-EC₅₀ = 0,4 mg/L

Probit beregning av analysedata:

24 timers eksponering: EC-verdier med 95 % konfidensintervall

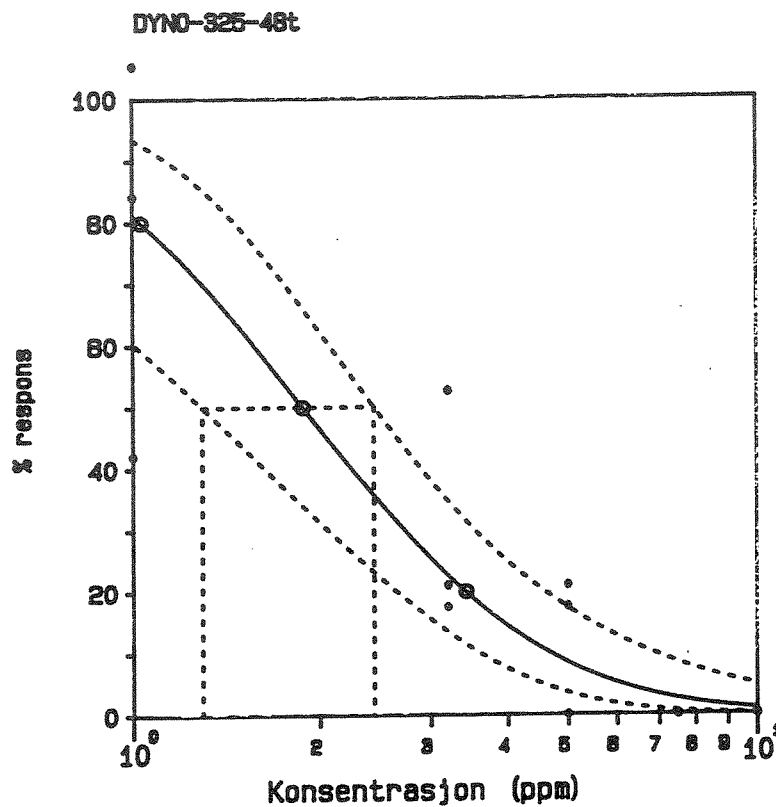
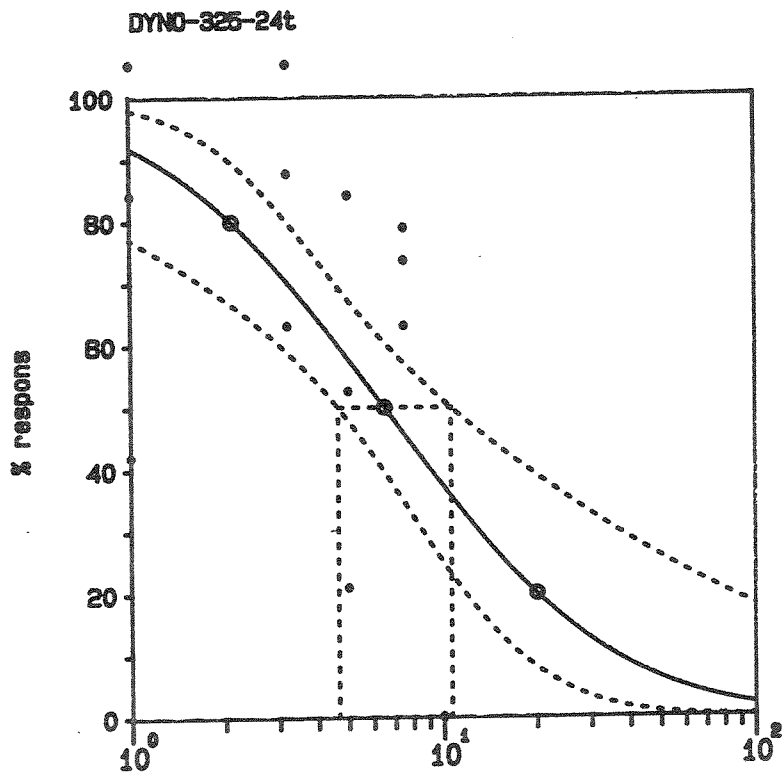
EC ₅₀	95 % konfidensintervall	EC ₂₀ - EC ₈₀
6,5 mg/l	4,6 - 10,1	2,1 - 10,1

48 timers eksponering: EC-verdier med 95 % konfidensintervall

EC ₅₀	95 % konfidensintervall	EC ₂₀ - EC ₈₀
1,9 mg/l	1,3 - 2,4	1,0 - 3,4

Teststoff: Korrosjonsinhibitor DYNO KI 325

DOSE-RESPONSDIAGRAM



VEDLEGG 3

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED FISK

Testmetode: Forsøkene er utført i overensstemmelse med "OECD Guidelines for Testing of Chemicals" (No 203 - Fish, acute toxicity test) og en noe modifisert Norsk standard (NS 4757; "Kjemiske produkters akutte toksisitet for ferskvannsfisk - semistatisk metode".

Teststoff: Korrosjonsinhibitor Dyno KI-325

Testorganisme: Som forsøksfisk ble det benyttet laks (0+) med middelvekt 0.8 gram.

Utførelse: Forsøkene ble utført i glassakvarier med 10 l vann og 7 fisk i hver konsentrasjon av kjemikaliet som ble testet. Av testsubstansen ble laget en stamløsning i destillert vann (1000 mg/l) og doseringen foregikk fra denne. Vannet i akvariene ble skiftet hvert døgn (semistatisk metode) og forsøket pågikk i 4 døgn. Fisaken ble observert minimum to ganger pr døgn og døde fisk ble notert og fjernet fra karene. Vannkvaliteten av det benyttede testvannet (Maridalsvatn) fremgår av tabell 1. Vannet er et typisk norsk overflatevann, bløtt, svakt surt og med relativt lite innhold av løste organiske stoffer. Middelsestemperaturen i vannet målt to ganger daglig var 12.9 °C, med høyeste målte verdi 14.9 (1 observasjon) og laveste 12.1 (4 observasjoner).

Tabell 1. Noen kjemiske data for vann benyttet i test. (Maridalsvatn)

pH		6.3
Konduktivitet	mS/m 25°C	3.2
Farge	mg Pt/l	21
Perm. tall	mg O/l	4.0
Hardhet	mg CaCO ₃ /l	11

Resultater: I tabell 2 er dødeligheten oppført i hver av de benyttede konsentrasjonene.

Tabell 2. Antall (%) døde fisker ved forskjellig eksponeringstid. * = parallell).

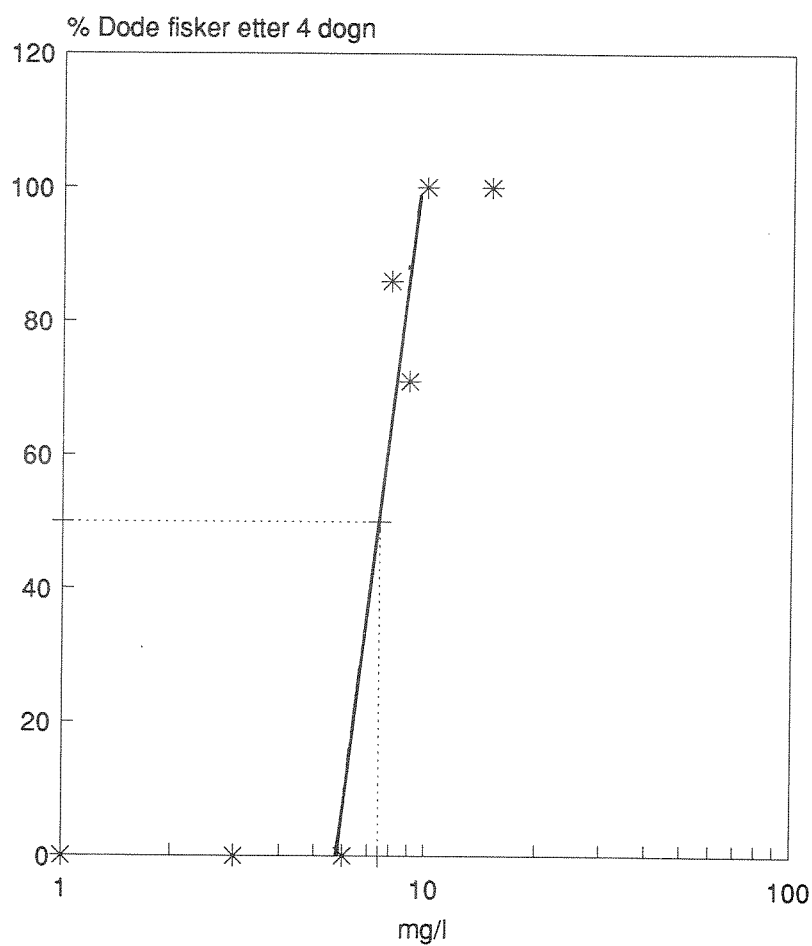
Timer mg/l	24	48	72	96
0				
1				
3				
6				
6*				
8		2 (29)	3 (43)	6 (86)
9		3 (43)	4 (57)	5 (71)
10	7 (100)			
15	7 (100)			

Alle fiskene døde i løpet av 24 timer i 10 mg/l eller høyere, mens ingen døde i 6 mg/l eller lavere. I de mellomliggende konsentrasjoner

8 og 9 mg/l døde endel av fiskene etter 48-96 timers eksponeringstid.

Resultatene er også fremstilt i fig. 1 hvor 4d-LC₅₀ verdien (konsentrasjonen som dreper 50% av forsøksdyrene i løpet av 4 døgn) er avsatt. Denne kan fastsettes til 7.5 mg/l. Fisken i 6 mg/l og lavere konsentrasjoner var tilsynelatende upåvirket og spiste normalt av fôr som ble gitt dem etter endt eksponering.

Dyno KI-325 Effekt på laks



VEDLEGG 4

TESTRAPPORT**BIOOKSIDASJON AV ORGANISK STOFF I SJØVANN**

TESTSTOFF: KG-49

TESTBETINGELSER

TESTAPPARATUR: Manometrisk respirometer, WTW

NÆRINGSLØSNING: ISO/DP 9408 i sjøvannsmedium (49,5 mS/cm 25⁰ C).
 Testløsn. A, 1 ml/L (11,6 mg P/L, og 1,3 mg N/L)

INOKULUM: Biologisk aktivslam dyrket på OECD syntetisk kloakkvann,
 sentrifugert og resuspendert (2 ganger) i saltløsning.
 Til slutt susp. i luftet i kom. kloakkvann (36 timer).
 Slamkonsentrasjon i 1. testserie: 20 mg/L S-TS.
 2. testserie: 29 mg/L S-TS.

INCUBASJON: Temperatur; 20± 0.5⁰ C . Varighet: 28 dager.

REFERANSE-STOFF: Anilin, 20 mgC/L Lag-fase: 5,0 døgn
 $\frac{BOD_n \times 100}{ThOD} =$ % nedbrytning etter 7 døgn= 62 (krav >40)
 % nedbrytning etter 14 døgn= 75 (krav >60)

Preparering av prøven:

Stamløsning for preparering av testprøvene: 100 mg/ 100 ml.

Konsentrasjon av teststoff i testløsning: 20 mg/L.

Kjemisk oksygenforbruk, COD: 1,5 mg/mg.

Testprøvene ble testet som duplikater, og middelveidier er presentert
 i oksidasjons-kurvene.

RESULTATER1.testserie2.testserie

Nedbrytbarhet:	BOD ₇ /COD = 20 %	BOD ₇ /COD = 25 %
	BOD ₁₄ /COD = 32 %	BOD ₁₄ /COD = 30 %
	BOD ₂₁ /COD = 36 %	BOD ₂₁ /COD = 35 %
	BOD ₂₈ /COD = 36 %	

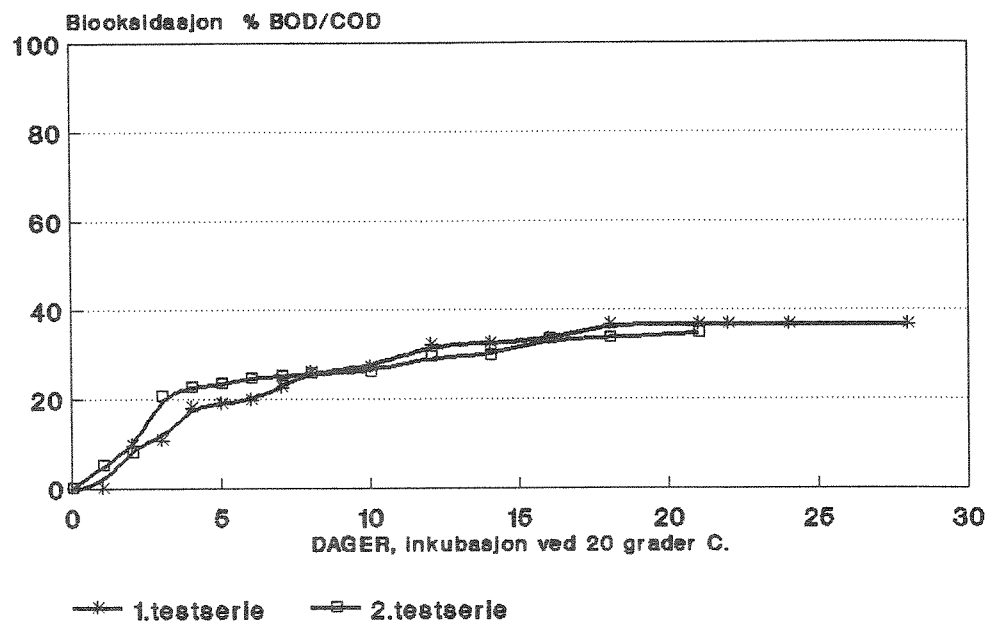
Kommentarer:

Biooksidasjonskurvene for de 2 testseriene viser god overensstemmelse.
 En fraksjonen i produktet nedbrytes forholdsvis raskt, mens resten
 synes å være vanskeligere tilgjengelig for biooksidasjon. Produktet
 dannet emulsjon i vann, og det festet seg lett til glassveggene i
 testflaskene. Dette kan redusere produktets biotilgjengelighet og føre
 til lavere nedbrytningsgrad.

Test-ansvarlig:
 Harry Efraimsen

REFERANSE: ISO/DIS 9408 Water Quality- Evaluation in a aqueous medium
 of the "ultimate" biodegradability of organic compounds.
 Method by determining the oxygen demand in closed
 respirometer.

BIOOKSIDASJON Korrosjonsinhibitor KG-49



ISO 9408 Duplicates in Seawater

TESTRAPPORT: BIOOKSIDASJON AV ORGANISK STOFF I SJØVANN

TESTSTOFF: Korrosjonsinhibitor DYNO KI 325

TESTBETINGELSER

TESTAPPARATUR: Manometrisk respirometer, WTW

NÆRINGSLØSNING: ISO/DP 9408 i sjøvannsmedium (49,5 mS/cm 25⁰ C).
Testløsn. A, 1 ml/L (11,6 mg P/L, og 1,3 mg N/L)INOKULUM: Bioloisk aktivslam dyrket på OECD syntetisk kloakkvann,
sentrifugert og resuspendert (2 ganger) i saltløsning.
Til slutt resusp. luftet kom. kloakkvann (36 timer).
Slamkonsentrasjon i testløsning: 20 mg/L S-TS.INCUBASJON: Temperatur; 20± 0.5⁰ C . Varighet: 28 dager.REFERANSE-STOFF: Anilin, 20 mg C/L Lag-fase: 5,0 døgn
 $\frac{BOD_n \times 100}{ThOD} =$ % nedbrytning etter 7 døgn= 62 (krav >40)
% nedbrytning etter 14 døgn= 75 (krav >60)

Preparering av prøven:

Stamløsning for preparering av testprøver: 100 mg/ 100 ml.

Konsentrasjon av teststoff i testløsningen: 20 mg/L.

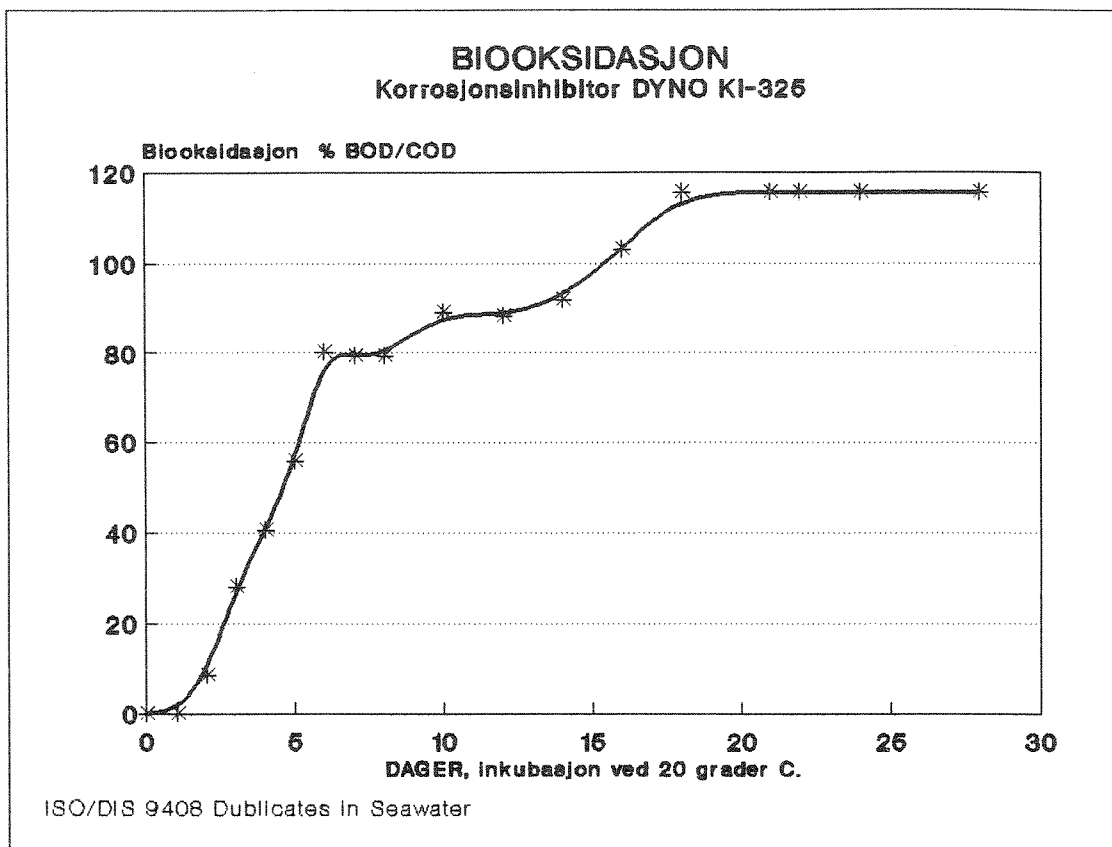
Kjemisk oksygenforbruk, COD: 0,65 mg/mg.

Testprøven ble testet som duplikater, og middelverdier er
presentert i oksidasjons-kurven.RESULTATER:Nedbrytbarhet: $BOD_7/COD = 79 \%$
 $BOD_{14}/COD = 92 \%$
 $BOD_{21}/COD = 115 \%$

Kommentarer:

Biooksidasjon etter 14 døgn kan skyldes nitrifikasjon. Dette vil bli
nærmere undersøkt når testen avsluttes etter 28 døgn.Test-ansvarlig:
Harry Efraimsen

- REFERANSE: 1. ISO/DP 9408 Water Quality- Evaluation in a aqueous medium
of the "ultimate" biodegradability of organic compounds-
Method by determining the oxygen demand in closed respirometer.
2. H.A. Painter, E.F. King Assessment of Biodegradability
of Chemicals in Water by Manometric Respirometry.
Ringtest programme 1983-84. EUR 9962 EN



VEDLEGG 5

NIVA
v/T. Källqvist
Postboks 69 Korsvoll
0808 Oslo 8

R A P P O R T

Deres ref	Deres henv av	SIs saksbehandler B. Holestøl/ras	Dato 5. okt. 1989
Oppdragets tittel BESTEMMELSE AV BIOAKKUMULERBARHET I 3 KORROSJONSINHIBITORER			Oppdrag nr 440-2108 890627-2

Den 27.6.89 ble det mottatt 3 korrosjonsinhibitorer for bestemmelse av bioakkumulerbarhet ved tynnsjikt og GC-analyse.

Prøvene var merket: Dyno KI-325
Petrolite KW 100
Petrolite KG 49

ANALYSE

Prøveløsninger å 30 µl ble fraksjonert på tynnsjikt (TLC) i en fraksjon Pow > 1000 (se vedlegg). TLC-gel-fraksjonen ble utskrapt og ekstrahert med cyclohexan/isopropanol 1:1. Bioakkumulerbare substanser ble karakterisert gaskromatografisk med flammeionisasjonsdetektor (GC/FID).

RESULTAT

Resultatene er presentert i nedenstående tabell.

Prøve	% bioakkumulerbart materiale beregnet på avsatt prøvemengde på TLC-platen
Dyno KI-325	< 0.07%
Petrolite KW 100	0.23%
Petrolite KG 49	8.7%

Deteksjonsgrensen for analysen er ca 0.07%

KOMMENTARER

Med bioakkumulerbare substanser menes her organiske substanser med molekylvekt opptil 500 som er kromatograferbare. Arealene av disse er beregnet ut fra en ytre standard C₁₈-alkan. Ved beregning antas at de bioakkumulerbare forbindelsene har lik respons med den utvalgte standarden C₁₈-alkan.

Med vennlig hilsen
SENTER FOR INDUSTRIFORSKNING


Georg E. Carlberg


Berit Holestøl

- Vedlegg :
- 1) Bestemmelse av bioakkumulerbare substanser
 - 2) GC-kromatogram av prøve Dyno KI-325 etter TLC
 - 3) " " " Petrolite KW 100 etter TLC
 - 4) " " " Petrolite KG 49 etter TLC
 - 5) " " ytre standard C₁₈-alkan
 - 6) " " blindprøve

VEDLEGG 1

BESTEMMELSE AV BIOAKKUMULERBARE SUBSTANSER

Prøven (30 µl) ble avsatt på TLC platen og fraksjonert i en fraksjon $Pow > 10^3$.

Lipofile eller bioakkumulerbare organiske forbindelser bestemmes ved tynnsjiktkromatografi. Metoden som er anvendt, er en tillempning av en metode utarbeidet av Lars Renberg, Statens Naturvårdsverk, Stockholm. Substanser med en fordelingskonstant oktanol/vann $Pow > 10^3$ blir regnet som bioakkumulerbare. Fraksjonen blir utskrapet og ekstrahert med cyclohexan/isopropanol (1:1) tre ganger i alt. De samlede cyclohexan/isopropanol-ekstrakter ristes med vann, og vann/isopropanol-fasen skilles fra. Cyclohexanekstraktet vaskes to ganger med vann og tørkes med Na_2SO_4 .

Den bioakkumulerbare mengden bestemmes ved gasskromatografisk analyse hvor den generelle flammeionisasjonsdetektoren (FID) benyttes. Arealet av de enkelte toppene relatert til en ytre standard C_{18} -alkan gir et mål for mengden organiske kromatograferbare forbindelser. Med kromatograferbare forbindelser menes i dette tilfellet organiske substanser med en molekylvekt opptil ca 500, som kan analyseres gasskromatografisk. Ved beregningen antas at de bioakkumulerbare forbindelsene har lik respons med den utvalgte ytre standarden. Vår erfaring er at responsen med FID-detektor for ulike organiske forbindelser kan variere endel, opptil 50%.

Testbetingelser ved GC-analysen: Kapillærkolonne, fused silica, DB5,
l. 30 m indre diam. = 0.24 mm

program: Starttemp. $60^{\circ}C$, henstand 2 min
oppv. hast $5^{\circ}C/min$
sluttemp. $280^{\circ}C$, henstand 8 min, attn. 2^3

ytre standard: $n-C_{18}H_{38}$ = 106,9 µg/ml

0.00

23

1.00
2.13

RT: SLIDES 0.00RT: INTG + ON

4.22

4.00

7.56

48.34

RT: INTG + OFF

145

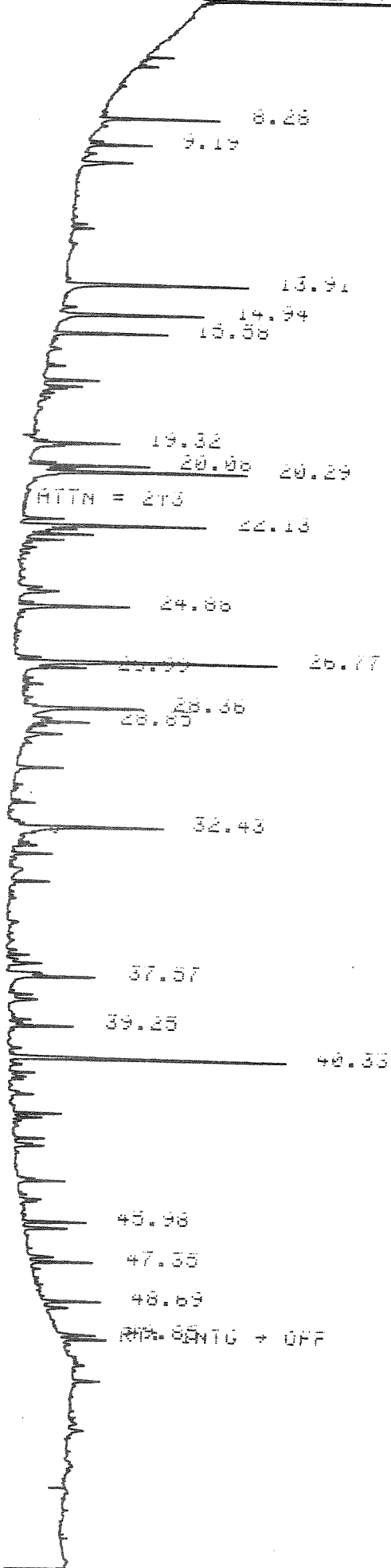
Etter T/C
Dyno KI-325
890627-201

0.04

24

Print
Scan
P. 000001
4
P. 01
01

KT: SLICED 0.00RT: INTG + ON



RTN: 00INTG + OFF

Etter TLC
890627-202
Petrolite KW100

147

RT: SLICES 2.00RT: INTG + ON

7.4420

8.80

9.80

10.44

10:40
10:40
40

11.81 11.89

13.74

15.87

17.15

18.50

19.87

19.90

19.98

20.59

20.98

21.11

23.31

23.31

24.00

24.49

25.20

25.20

26.82

27.58

27.82

28.89

28.89

33.72

35.85

36.38

40.32

41.88

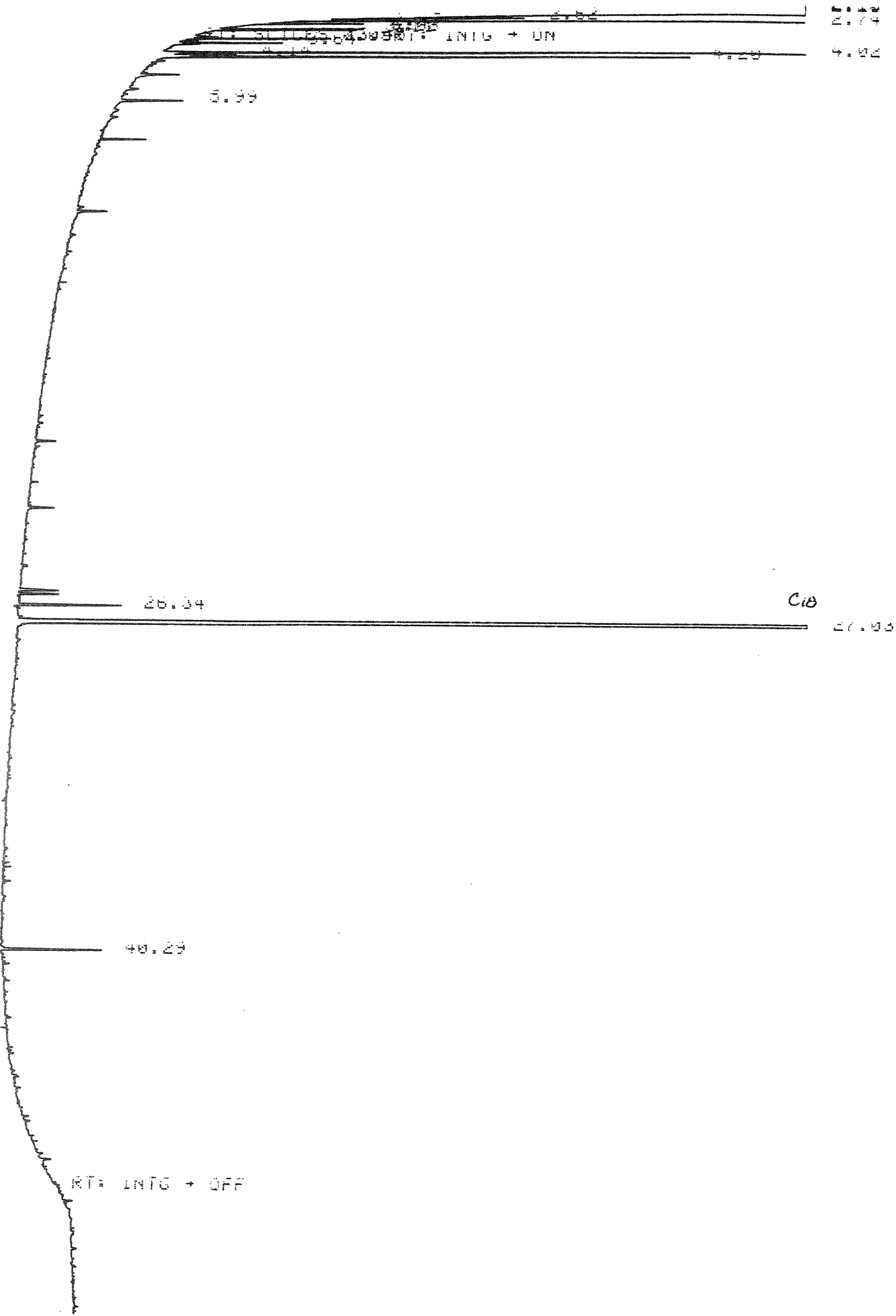
48.80

RT: INTG + OFF

Reference 26.67

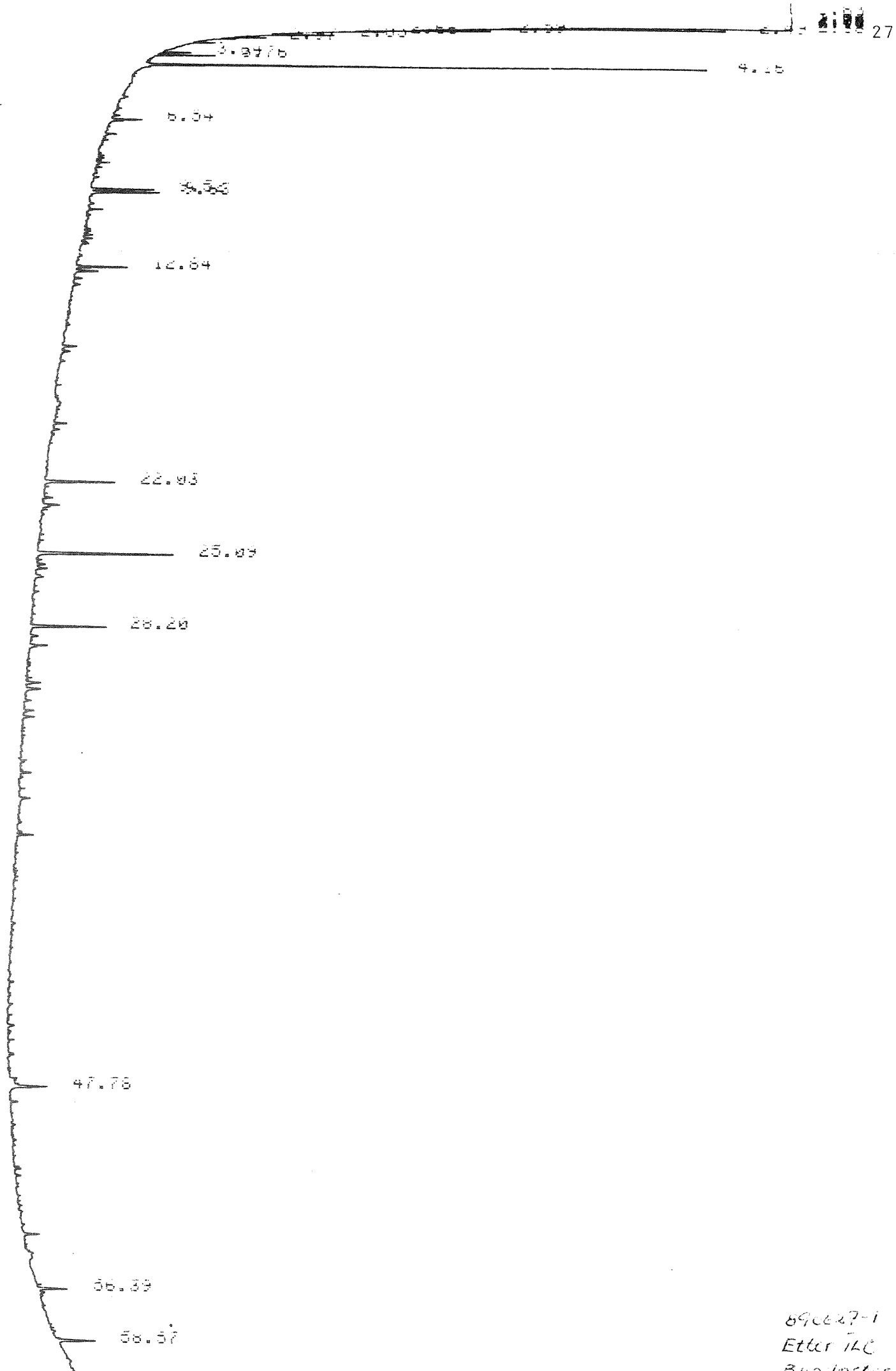
Etter TLC
840627-203
Fort 1:1

188



INP 3388A SAMPLER INJECTION @ 10:23 SEP 25, 1989
 SAMPLE # : 10 CODE :

AREA %



890627-1
Etter ILC
Bioscience