

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

2. 植物体内運命に関する試験

(1) 水稻における代謝試験

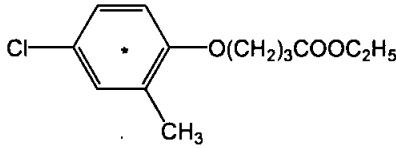
(資料 No. 代-2)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 <p>* = ¹⁴C の標識位置</p>
標識化合物名	[¹⁴ C]MCPBエチル
ロット番号	
放射化学的純度	%
比放射能	

標識位置の選定理由：

供試植物：イネ (*Oryza sativa* L.)、品種：

(財)日本植物調節剤研究協会研究所から育苗箱栽培のイネ幼苗を入手

選定根拠；当該化合物が水稻用除草剤の有効成分として使用されており、供試植物が日本国内で広く栽培されている品種であるため。

栽培土壌：

イネの栽培：

栽培用ポットの調製；処理区用及び非処理対照区用のワグネルポットにそれぞれ厚さ約20 cm及び約15 cmに土壌を詰め、水を加えて水深3 cmとした。

順化； に栽培用ポットにイネ幼苗(約第2.0葉期)を移植後、ファイトトン内で21日間馴化した。

栽培条件；水稻慣行栽培期の東京地方における気象条件を模したファイトトンで栽培した。田面水の水深は約3 cmに維持し、登熟期まで栽培した。収穫の約1ヶ月前に落水した。

施肥； 土壌には市販化成肥料(N:P:K:Mg=10:10:10:1)をポット調製時に約500 kg/haで施肥した。追肥は約1000 kg/haで2回(中間収穫用試験区)又は3回(最終収穫用試験区)行った。

光源； 自然太陽光

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

方 法：

処理量；1.6 mg a. i. /ポット

0.8%粒剤の最大慣行施用量(4 kg/10a)に基づき、320 g a. i. /ha相当量とした。

製剤の調製；施用当日に¹⁴C]MCPBエチル溶液とMCPBエチル溶液の各必要量を混合し、

製剤白試料(MCPB-E用)を加え、溶媒を留去して0.8%粒剤を調製した。

施用；イネ幼苗移植後21日()に田面水に1回施用。

採取時期及び部位；試験設計の概要を下表に示す。

採取時期	試験区	採取試料
中間採取期 (施用35日後)	処理区	茎葉部
最終収穫期 (施用91日後)	処理区	玄米、籾殻、稲わら、根部(水洗)
	非処理対照区	玄米、籾殻、稲わら、根部(水洗)

分析方法；

- 1) 非処理対照区全試料及び処理区の籾殻、根部試料の分析
粉碎試料の一部を燃焼分析し、放射性総残留物(TRR)を測定した。
- 2) 処理区の茎葉部(中間採取期)、玄米及び稲わら(最終収穫期)試料の分析
図1に抽出及び分画法の概要を示す。

① 茎葉部(中間採取期)

② 玄米

③ 稲わら

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図1 $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチル処理イネにおける放射性残留物の抽出及び分画法

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

- 3) 玄米及び稲わらの抽出後固形物中の放射性残留物の特徴付け
 - ① 玄米の抽出後固形物試料の酵素処理

図2 酵素処理による玄米のPES中放射性残留物の特徴付け

②稲わらのソックスレー抽出後固形物試料の化学的抽出

図3 化学的抽出による稲わらのソックスレーPES中放射性残留物の特徴付け

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4) 代謝物の同定及び/または特徴付け

① 代謝物の同定及び/または特徴付け

② SPE-メタノール溶出液中主要代謝物のアグリコンの特徴付け

結 果：

1) MCPBエチルの処理量、試験製剤の有効成分含有率及び放射化学的純度

MCPBエチル処理量；1.585 mg/ポット(目標処理量 1.600 mg/ポット)

製剤中有効成分含有率；0.79%(目標含有率 0.80%)

製剤中放射化学的純度；95.6%

2) 水稻試料の放射性総残留及び放射能の分布

抽出法または燃焼法により測定した^[14C]MCPBエチル処理区試料及び非処理対照区試料のTRRレベルを表1にまとめる。

中間採取期の茎葉部のTRRレベルは0.113 mg eq./kg、最終収穫期の稲わら(水稻の茎葉部)のTRRレベルは0.164 mg eq./kgであった。最終収穫期水稻のTRRレベルは根部分が最も高く(4.471 mg eq./kg)、稲わらと玄米および籾殻は0.119 mg eq./kg~0.164 mg eq./kgと大きな差がなかった。

中間採取期の茎葉部中の放射性残留物の有機溶媒による抽出率(表1中のA+B+)は、TRRの約55.7%であり、最終収穫期の稲わら中の抽出率はTRRの約46.9%であった。また玄米中の放射性残留物の抽出率は、TRRの7.1%と非常に低かった。

茎葉部、玄米及び稲わらの の には、それぞれTRRの9.37、4.58及び7.94%が、また には、それぞれTRRの28.81、1.23及び24.18%が認められた。

非処理区の玄米及び籾殻からそれぞれ0.034 mg eq./kg及び0.037 mg eq./kgの放射能が検出され、処理区の両組織中のTRRレベルの約30%の放射エネルギーに相当した。このことから、処理区土壌から生成した放射性二酸化炭素が非処理区水稻の玄米や籾殻にも取り込まれたことが示唆される。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表 1 $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチル処理区試料及び非処理対照区試料のTRRレベル

		茎葉部	玄米	籾殻	稲わら	根部
		%TRR*				
処理区	総放射能残留	100.00	100.00	—	100.00	—
		7.93	4.35	—	7.92	—
		44.21	2.73	—	34.94	—
		52.14	7.08	—	42.86	—
	抽出後固形物	—	92.92	—	—	—
		3.63	—	—	4.04	—
		44.23	—	—	53.10	—
		10.77	1.29	—	6.58	—
		6.43	—	—	—	—
		2.50	—	—	—	—
		8.93	—	—	—	—
		9.37	4.58	—	7.94	—
		28.81	1.23	—	24.18	—
	総回収	48.95	7.09	—	38.69	—
		mg eq./kg				
処理区	総放射能残留	0.1133	0.1246	0.1189	0.1635	4.4709
		0.0090	0.0054	—	0.0130	—
		0.0501	0.0034	—	0.0571	—
		0.0591	0.0088	—	0.0701	—
	抽出後固形物	—	0.1158	—	—	—
		0.0041	—	—	0.0066	—
		0.0501	—	—	0.0868	—
		0.0122	0.0016	—	0.0108	—
		0.0073	—	—	—	—
		0.0028	—	—	—	—
		0.0101	—	—	—	—
		0.0106	0.0057	—	0.0130	—
		0.0327	0.0015	—	0.0395	—
	総回収	0.0555	0.0088	—	0.0633	—
非処理区	総放射能残留**	na	0.0336	0.0373	0.0145	0.0051

データは2反復の平均値、na:適用なし、—:確認実施せず、*:抽出法、**:燃焼法

3) C_{18} 固相抽出液中の放射能の分布

の 溶出(低極性)画分及び 溶出(高極性)画分をHPLC分析した結果をそれぞれ表2及び3に示す。

中間採取期の茎葉部では、抽出液の低極性画分 / 溶出液)に主要な放射性成分としてMCPA(0.0030 mg eq./kg、TRRの2.6%)および (0.0048 mg eq./kg、TRRの4.3%)が検出された。また、高極性画分では (0.0098 mg eq./kg、8.6%TRR)及び (0.0091 mg eq./kg、8.0%TRR)が主要放射性成分であった。

玄米抽出液中の低極性画分(0.0057 mg eq./kg、TRRの4.6%)および極性画分(0.0015 mg eq./kg、TRRの1.2%)のHPLC分析の結果、参照化合物と一致する代謝物は存在しなかった。

最終収穫期稲わらでは、抽出液の低極性画分に中間採取期の茎葉部抽出液と同様のMCPA(0.0048 mg eq./kg、TRRの3.0%)および (0.0038 mg eq./kg、TRRの2.3%)が検出された。また、高極性画分では (0.0115 mg eq./kg、7.1%TRR)及び (0.0117 mg eq./kg、7.2%TRR)が主要放射性成分であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表 2 溶出画分中の放射能の分布

画分	茎葉部		稲わら	
	mg eq. /kg	%TRR	mg eq. /kg	%TRR
Fr. 1 (FH1)	<0.0001	<0.12	<0.0002	<0.09
Fr. 2 (FH2)	0.0003	0.27	0.0008	0.46
Fr. 3 (FH3)	<0.0001	<0.12	<0.0002	<0.09
Fr. 4 (FH4)	<0.0001	<0.12	0.0001	0.04
Fr. 5 (FH5)	<0.0001	<0.12	0.0001	0.04
Fr. 6 (FH6)	<0.0001	<0.12	0.0001	0.04
Fr. 7 (FH7)	0.0003	0.27	0.0003	0.16
Fr. 8 (FH8)	0.0008	0.74	0.0012	0.76
Fr. 9 (FH9)	0.0006	0.49	0.0008	0.49
Fr. 10 (FH10)	0.0003	0.25	0.0003	0.20
Fr. 11 (FH11)	0.0001	0.07	0.0003	0.16
Fr. 12 (FH12、MCPA)	0.0030	2.63	0.0048	2.95
Fr. 13 (FH13、)	0.0048	4.24	0.0038	2.33
Fr. 14 (FH14)	<0.0001	<0.12	0.0001	0.03
Fr. 15 (FH15)	<0.0001	<0.12	<0.0002	<0.09
Fr. 16 (FH16)	0.0003	0.23	0.0003	0.17
Fr. 17 (FH17、MCPBエチル)	0.0002	0.18	0.0002	0.11
総計	0.0106	9.37	0.0130	7.94

データは2反復の平均値

表 3 溶出画分中の放射能の分布

画分	茎葉部		玄米		稲わら	
	mg eq. /kg	%TRR	mg eq. /kg	%TRR	mg eq. /kg	%TRR
Fr. 1 (FM1)	0.0002	0.17	0.0001	0.11	0.0004	0.24
Fr. 2 (FM2)	0.0003	0.26	0.0001	0.10	0.0011	0.67
Fr. 3 (FM3)	0.0002	0.15	0.0000	0.04	0.0010	0.62
Fr. 4 (FM4)	0.0018	1.55	0.0002	0.12	0.0023	1.39
Fr. 5 (FM5)	0.0015	1.36	0.0002	0.16	0.0030	1.83
Fr. 6 (FM6)	0.0042	3.74	0.0004	0.30	0.0040	2.45
Fr. 7 (FM7)	0.0098	8.61	0.0004	0.30	0.0115	7.05
Fr. 8 (FM8)	0.0091	8.01	0.0001	0.07	0.0117	7.15
Fr. 9 (FM9)	0.0032	2.79	<0.0000	<0.02	0.0030	1.85
Fr. 10 (FM10)	0.0015	1.29	<0.0000	<0.02	0.0012	0.71
Fr. 11 (FM11)	0.0001	0.12	<0.0000	<0.02	<0.0003	<0.21
Fr. 12 (FM12)	0.0001	0.13	<0.0000	<0.02	<0.0003	<0.21
Fr. 13 (FM13)	0.0001	0.09	<0.0000	<0.02	<0.0003	<0.21
Fr. 14 (FM14)	0.0001	0.08	<0.0000	<0.02	<0.0003	<0.21
Fr. 15 (FM15)	<0.0002	<0.20	<0.0000	<0.02	<0.0003	<0.21
Fr. 16 (FM16)	0.0006	0.49	<0.0000	<0.02	0.0004	0.21
Fr. 17 (FM17)	<0.0002	<0.20	0.0000	0.02	<0.0003	<0.21
総計	0.0327	28.81	0.0015	1.23	0.0395	24.18

データは2反復の平均値

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4) 稲わら抽出液の 溶出液中の放射性成分の特徴付け

① 酸加水分解

出液を酸加水分解後、固相抽出し、有機溶媒溶出液画分をHPLCで分析した。固相抽出の結果を表4に、HPLC分析の結果を表5に示す。

表4 稲わら試料- 溶出画分-酸加水分解物の固相抽出

画分	mg eq. /kg	%TRR
	0.0355	21.66
	0.0033	2.04
	0.0322	19.62

データは1試験の結果

表5 稲わら試料- の固相抽出-有機溶媒溶出液中の放射能の分布

画分	mg eq. /kg	%TRR
Fr. 1	<0.0013	<0.77
Fr. 2	<0.0013	<0.77
Fr. 3	<0.0010	<0.61
Fr. 4	0.0011	0.66
Fr. 5	0.0017	1.06
Fr. 6	0.0022	1.37
Fr. 7	0.0032	1.98
Fr. 8	0.0047	2.85
Fr. 9	0.0034	2.05
Fr. 10	0.0029	1.76
Fr. 11	<0.0008	<0.47
Fr. 12(MCPA)	0.0031	1.87
Fr. 13()	0.0099	6.02
Fr. 14	<0.0012	<0.72
Fr. 15	<0.0013	<0.77
Fr. 16	<0.0013	<0.77
Fr. 17(MCPBエチル)	<0.0013	<0.77
総計	0.0322	19.62

データは1試験の結果

HPLC分析の結果、主な加水分解物として の放射性ピークが検出された。また、それ以外にMCPAの微少な放射性ピークが認められた。

② FM7及びFM8画分(表3)の酵素加水分解

稲わら抽出液試料の 溶出液から分取したFM7及びFM8画分を、
により酵素加水分解した。その結果、いずれの画分からも
、MCPA及び1種類の未知放射性ピークが遊離され、及び 画分の放射
性化合物は 、MCPAなどの であることが示唆された。

以上①及び②の結果から、稲わら抽出液の高極性画分中の主要放射性成分は
及びMCPAの であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

- 5) 玄米の抽出後固形物中の放射性残留物の特徴付け
 玄米の抽出後固形物 (>90%TRR) の酵素処理()に
 よる特徴付けの結果を表 6 に示す。

表 6 玄米抽出後固形物中の放射性残留物の特徴付け

画分	mg eq. /kg	%TRR
抽出後固形物 ¹⁴ C	0.1158	92.92
緩衝液洗浄	0.0039	3.13
	0.0354	28.42
	0.0159	12.77
	0.0643	51.66
総回収	0.1195	95.98

データは 2 反復の平均値

緩衝液による洗浄液中の放射エネルギーは少なく、デンプンおよびタンパク質画分に TRR の約 41%、酵素処理で可溶化しない残渣に TRR の約 52% が検出された。

玄米のデンプンおよびタンパク質画分として検出された放射性残留物は、その大部分が湛水土壤中で生成した放射性二酸化炭素が水稻に取り込まれて形成されたものと考えられる。

- 6) 稲わらの抽出後固形物中の放射性残留物の特徴付け
 稲わらの 固形物 (>50% TRR) の化学的抽出による特徴付け
 の結果を表 7 に示す。

表 7 稲わら抽出後固形物中放射性残留物の特徴付け

画分	mg eq. /kg	%TRR
抽出後固形物 ¹⁴ C	0.0868	53.10
ペクチン画分(抽出)	0.0018	1.11
リグニン画分(抽出)	0.0147	8.98
ヘミセルロース画分(抽出)	0.0403	24.65
セルロース画分(抽出)	0.0238	14.54
最終固形物残渣	0.0039	2.40
総回収	0.0845	51.68

データは 2 反復の平均値

放射性残留物は、大部分がリグニン、ヘミセルロースとセルロース画分に分布していた。これらの結果は、MCPB エチルから生成する中間代謝物や終末残留物がリグニン、ヘミセルロース、セルロースなどの植物体構成成分に取り込まれた可能性を示唆するものであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

7) MCPBエチルの代謝

茎葉部及び稲わらの抽出液中の主要代謝物の分布を表8に要約する。

表8 茎葉部及び稲わらの抽出液における主要代謝物の分布

放射性成分	試料(施用後採取時期)			
	茎葉部(35日後)		稲わら(91日後)	
	mg eq. /kg	%TRR	mg eq. /kg	%TRR
MCPBエチル	0.0002	0.18	0.0002	0.11
MCPA(遊離体)	0.0030	2.63	0.0048	2.95
(遊離体)	0.0048	4.24	0.0038	2.33
MCPA(抱合体) ^a	—	—	0.0031	1.87
(抱合体) ^a	—	—	0.0099	6.02

— : 確認実施せず^a

^a : 抱合体は 溶出画分の より特徴付けた

以上の結果から、MCPBエチルの水稻中における主代謝経路は、MCPB酸への加水分解とその酪酸部位のβ-酸化によるMCPAの生成、及びMCPAのさらなる酸化的脱炭酸(または加水分解)による の生成であった。これらの代謝物はさらに数種の糖抱合を受けた。また、リグニン、ヘミセルロースやセルロースなどの植物体構成成分に取り込まれて結合型残留物を形成すると考えられた。

MCPBエチルの水稻における推定代謝経路を図4に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図4 水稲におけるMCPBエチルの推定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

(2)カンキツにおける代謝試験

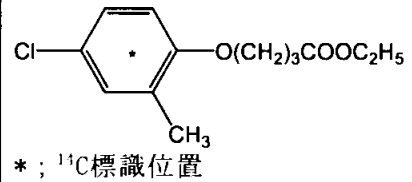
(資料 No. 代-3)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 <p>* ; ¹⁴C標識位置</p>
略称	[¹⁴ C]MCPBエチル
ロット番号	
放射化学的純度	
比放射能	

標識位置の選定理由：

供試植物：カンキツ(ネーブルオレンジ)、
4年生(直径約8~10フィート、高さ約12フィート)、
過去3年間のMCPBエチル散布歴のない健全な樹木
品種； Atwood
選定根拠；オレンジの一般的実用品種であるため
栽培場所；
栽培場所；慣行栽培

方 法：

試験区画；15平方フィート(1.394 m²)

植物体数及び区画数；処理区及び対照区の各1区、各1本/区

無処理区は処理樹から391フィート風上に設置した。

処理量；55.76 mg/区/施用

20%乳剤の最大慣行施用量(3000倍希釈、600 L/10a)に基づき、400 g a. i./ha
相当量とした。

施用回数；2回(最終収穫49及び21日前)

施用液；同位体希釈した [¹⁴C]MCPBエチルに20%乳剤の製剤白試料及び水を加えて調製
(55.76 mg/575 mL)

施用法；4000 L/ha相当量を葉面散布。施用後1週間雨よけ対策をした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

採取時期及び方法；第2回施用後の試料採取時点を以下に示す。

試験区	採取部位	採取時点
処理区；	果実	0日後、7日後、21日後
	葉部	21日後
無処理区；	果実	0日後、7日後、21日後
	葉部	21日後

分析方法；

試料は収穫後5日以内に栽培場所から分析場所(Ricerca Bioscience, LLC)に冷蔵状態で送付された。

1) 収穫後試料の抽出及び分析方法

① 果実

果実の抽出及び分析方法の概要を図1及び図2に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図1 $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチル処理カンキツ(果実)の抽出・分析法

図2 $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチル処理カンキツ(果皮)の抽出・分析法

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

② 葉部組織

図3 ^{14}C MCPBエチル処理カンキツ(葉部組織)の抽出・分析法

2) 総放射性残留物(TRR)の測定

TRRは、果実では表面洗浄液、果肉抽出液、果肉PES及び果皮の合計として、葉部組織では表面洗浄液及び固形物両分の合計として求めた。

3) 放射能の分布

^{14}C 残留物の定性的、定量的測定は、表面洗浄液、洗浄果実・果皮抽出液及び葉部抽出液画分のHPLC分析により実施した。

4) 代謝物の同定及び/または特徴付け

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

5) 抽出効率及び保存安定性

対照区の葉部及び果皮試料に ^{14}C MCPBエチルを添加して回収率を測定した。
保存安定性は、果皮試料及び試料抽出液を4ヶ月凍結保存後にそれぞれ再抽出/
分析及び再HPLC分析して確認した。

結 果 :

1) 施用液の放射化学的純度

第1回及び第2回施用におけるMCPBエチル製剤の放射化学的純度は、>97%であった。

2) 実際施用濃度

第1回施用量：55.93 mg(401 g a. i. /ha相当量)

第2回施用量：54.82 mg(393 g a. i. /ha相当量)

3) 総放射性残留物(TRR)の分布

無処理区：何れの試料にも検出可能な放射能は含まれていなかった。

処理区：

① 果実

果実におけるTRRの分布を表1に示す。

表1 ^{14}C MCPBエチル施用カンキツ果実における総放射性残留物(TRR)の分布

	0日後		7日後		21日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
表面洗浄液	0.012	4.0	0.003	1.7	0.002	0.6
果皮	0.275	90.6	0.143	89.4	0.241	91.4
果肉(剥皮果実)	0.016	5.4	0.014	8.9	0.021	8.0
果実総計	0.303	100.0	0.159	100.0	0.264	100.0

果実における総 ^{14}C 残留物は極めて低かった(0.159~0.303 ppm)。カンキツ果実中のTRRの大部分は果皮面に存在し、果肉には少量が検出されたのみであり、MCPBエチルの果実中への浸透は緩やかであるか、あるいはないことが示された。果実の表面洗浄で除去されたのは、TRRの0.6~4.0%であった。

カンキツ果実面分における放射性残留物の分布を表2に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表2 カンキツ果実画分における放射性残留物の分布

	0日後		7日後		21日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
表面洗浄液	0.012	4.0	0.003	1.7	0.002	0.6
果肉抽出液	0.015	5.1	0.014	8.5	0.020	7.7
果皮抽出液	0.264	86.9	0.136	85.5	0.231	87.7
総抽出液	0.291	96.0	0.153	95.7	0.253	96.1
総未抽出物	0.012	4.0	0.007	4.3	0.011	3.9
総計(果実)	0.303	100.0	0.159	100.0	0.264	100.0

果実中TRRの約96%が、表面の洗浄液ならびに果皮及び果肉からの抽出性放射能として可溶化した。

② 葉部

葉部におけるTRRの分布を表3に示す。

表3 [¹⁴C]MCPBエチル施用カンキツ葉部における総放射性残留物(TRR)の分布

	最終収穫葉部	
	ppm	%TRR
表面洗浄液	1.092	19.1
表面洗浄葉部		
抽出液	3.898	68.3
未抽出物(PES)	0.716	12.5
表面洗浄葉部総計	4.614	80.9
総放射性残留物(TRR)	5.706	100.0

カンキツ葉部におけるTRRは5.706 ppmであった。葉部TRRの約87%が表面洗浄液及び水性有機溶媒抽出液として可溶化した。

4) 放射性残留物の分布

果実及び葉部における放射性残留物の分布は、可溶化画分のHPLC分析により行った。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

① 果実

[¹⁴C]MCPBエチル処理0日後、7日後及び最終収穫果実における放射性残留物の分布をそれぞれ表4、表5及び表6に示す。

表面洗浄液ではMCPB酸が主要な¹⁴Cピークであった。微量ピークとしてMCPBエチル及びMCPAが認められた。

果実/果肉抽出液にはカンキツ果実中の総放射能の5.1~8.5%が含まれていた。HPLC分析で、¹⁴C主要ピークとしてMCPAが認められた。

果皮では、
から分配した
分配画分及び
抽出液の混合液をHPLCで分析した。この混合液からは、MCPA、
MCPB酸及び
が検出された。
抽出液は
TRRの1.6~3.2%であった。

表4 [¹⁴C]MCPBエチル処理0日後果実における放射性残留物の分布

	表面洗浄		果実/果肉		果皮				総計	
					アセトリル分配画分 + 水性アセトリル抽出液		酸性アセトリル 抽出液			
	ppm	% TRR	ppm	% TRR	ppm	% TRR	ppm	% TRR	ppm	% TRR
抽出可能	0.012	4.0	0.015	5.1	0.254	83.7	0.010	3.2	0.291	96.0
MCPBエチル (34.8 min.)	0.003	1.0	ND	ND	0.004	1.3	ND	ND	0.007	2.3
MCPB酸 (31.6 min.)	0.005	1.8	ND	ND	0.035	11.5	0.002	0.6	0.042	13.8
MCPA (25.3 min.)	ND	ND	0.003	1.1	0.047	15.3	0.001	0.5	0.051	16.9
MCPA () ^a	ND	ND	ND	ND	0.059	19.4	ND	ND	0.059	19.4
	ND	ND	ND	ND	0.023	7.6	ND	ND	0.023	7.6
	ND	ND	ND	ND	0.020	6.6	ND	ND	0.020	6.6
	ND	ND	ND	ND	0.059	19.4	ND	ND	0.059	19.4
	<0.001	0.1	ND	ND	ND	ND	ND	ND	<0.001	0.1
極性物質	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.001	0.2	0.001	0.2
微量未知物質 ^b	0.003	1.0	0.012	4.0	0.008	2.7	0.006	1.9	0.029	9.6
果実 果肉 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.001	0.3
果皮 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.011	3.7
総計	0.012	4.0	0.015	5.1	0.254	83.7	0.010	3.2	0.303	100.0

ND: 検出せず

^a: 抽出液の14-23分区域から特徴付けた。

^b: 微量未知物質には12化合物が含まれる。各画分中にTRRの2%、濃度0.005 ppmを超える化合物はなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表5 $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチル処理7日後果実における放射性残留物の分布

	表面洗浄		果実/果肉		果皮				総計	
					アセトリル分配画分 + 水性アセトリル抽出液		酸性アセトリル 抽出液			
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出可能	0.003	1.7	0.014	8.5	0.134	83.9	0.003	1.6	0.153	95.7
MCPB-エチル (34.8 min.)	<0.001	0.1	ND	ND	ND	ND	-	-	<0.001	0.1
MCPB酸 (31.6 min.)	0.001	0.7	ND	ND	0.006	4.0	-	-	0.008	4.7
MCPA (25.3 min.)	<0.001	0.1	0.004	2.3	0.051	31.9	-	-	0.055	34.3
MCPA () ^a	ND	ND	ND	ND	0.051	31.9	-	-	0.051	31.9
	ND	ND	ND	ND	0.007	4.1	-	-	0.007	4.1
	ND	ND	ND	ND	0.004	2.4	-	-	0.004	2.4
	ND	ND	ND	ND	0.008	5.0	-	-	0.008	5.0
	0.001	0.4	ND	ND	ND	ND	-	-	0.001	0.4
極性物質	<0.001	<0.1	ND	ND	ND	ND	-	-	<0.001	<0.1
微量未知物質 ^b	0.001	0.4	0.010	6.2	0.007	4.6	-	-	0.018	11.2
果実 果肉 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	-	-	0.001	0.4
果皮 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	-	-	0.006	3.9
総計	0.003	1.7	0.014	8.5	0.134	83.9	0.003	1.6	0.159	100.0

ND：検出せず

^a：抱合体代謝物は酸加水分解後の抽出液の14-23分区域から特徴付けた。

^b：微量未知物質には12化合物が含まれる。各画分中にTRRの3%、濃度0.005 ppmを超える化合物はなかった。

-：確認実施せず（抽出液は ^{14}C 残留量が低いためHPLC分析はしなかった。）

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表6 ^{14}C MCPBエチル処理最終収穫果実における放射性残留物の分布

	表面洗浄液		果実/果肉		果皮				総計	
					アセトリル分配画分 + 水性アセトリル抽出液		アセトリル: 水:HCl 抽出液			
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出可能	0.002	0.6	0.020	7.7	0.225	85.2	0.007	2.6	0.253	96.1
MCPB-エチル (34.8 min.)	<0.001	<0.1	ND	ND	ND	ND	-	-	<0.001	<0.1
MCPB酸 (31.6 min.)	0.001	0.3	ND	ND	0.010	3.9	-	-	0.011	4.2
MCPA (25.3 min.)	ND	ND	0.004	1.6	0.051	19.2	-	-	0.055	20.8
MCPA () ^a	ND	ND	ND	ND	0.105	39.7	-	-	0.105	39.7
	ND	ND	ND	ND	0.007	2.5	-	-	0.007	2.5
	ND	ND	ND	ND	0.009	3.6	-	-	0.009	3.6
	ND	ND	ND	ND	0.021	7.9	-	-	0.021	7.9
	<0.001	0.1	ND	ND	ND	ND	-	-	<0.001	0.1
微量未知物質 ^b	0.001	0.2	0.016	6.2	0.022	8.3	-	-	0.039	14.7
果実 果肉 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	-	-	0.001	0.3
果皮 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	-	-	0.010	3.6
総計	0.002	0.6	0.021	8.0	0.225	85.2	-	-	0.264	100.0

ND: 検出せず

^a: 抱合体代謝物は酸加水分解後の

抽出液の14 - 23分区域から特徴付けた。

^b: 微量未知物質には9化合物が含まれる。各画分中にTRRの4%、濃度0.01 ppmを超える化合物はなかった。

-: 確認実施せず (

抽出液は ^{14}C 残留量が低いためHPLC分析はしなかった。)

全果実における抱合体を含む放射性物質の分布を表7にまとめる。

表7 ^{14}C MCPBエチル処理カンキツ果実における ^{14}C 残留物の分布

	0日後		7日後		21日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出液	0.291	96.0	0.153	95.7	0.253	96.1
MCPBエチル	0.007	2.3	<0.001	0.1	<0.001	<0.1
MCPB酸	0.042	13.8	0.008	4.7	0.011	4.2
MCPA ^a	0.110	36.3	0.106	66.2	0.160	60.5
	0.023	7.6	0.007	4.1	0.007	2.5
	0.020	6.6	0.004	2.4	0.009	3.6
	0.059	19.4	0.008	5.0	0.021	7.9
	<0.001	0.1	0.001	0.4	<0.001	0.1
同定/特徴付けされたもの	0.261	89.7	0.134	87.6	0.209	82.6

^a: 抱合体を含む

^b: 抱合体として検出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

カンキツ果実において同定された主要¹⁴C残留物は、MCPAであった。MCPAはフリー体及び糖抱合体として存在し、合わせてカンキツ果実TRRの約36% (0日後)、66% (7日後)及び61% (21日後)であった。MCPB酸及び

は、カンキツ果実試料を用いて同定し、0日後のカンキツ果実中にそれぞれ13.8%及び19.4%が検出された。MCPB酸及び は7日後及び21日後の果実試料中でTRRの10%未満であった。

② 葉部

葉部における、抱合体を含む放射性物質の分布を表8に示す。

表8 [¹⁴C]MCPBエチル処理葉部組織中放射性残留物の分布

	表面洗浄液		水性アミノトリル抽出液		酸性アミノトリル抽出液		総計	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出可能	1.092	19.1	3.576	62.7	0.323	5.7	4.990	87.5
MCPB エチル (34.8 min.)	0.030	0.5	ND	ND	ND	ND	0.030	0.5
MCPB酸	0.536	9.4	0.231	4.0	0.028	0.5	0.795	13.9
MCPA (フリー体)	0.030	0.5	0.174	3.1	0.013	0.2	0.217	3.8
MCPA (ND	ND	0.173	3.0	0.080	1.4	0.253	4.4
	ND	ND	0.257	4.5	ND	ND	0.257	4.5
	ND	ND	0.387	6.8	0.032	0.6	0.419	7.3
	ND	ND	1.755	30.8	0.126	2.2	1.880	33.0
	0.247	4.3	0.456	8.0	0.039	0.7	0.741	13.0
極性物質	0.012	0.2	ND	ND	0.005	0.1	0.017	0.3
微量未知物質 ^b	0.238	4.2	0.142	2.5	ND	ND	0.380	6.7
葉部 PES	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.716	12.5
総計	1.092	19.1	3.576	62.7	0.323	5.7	5.706	100.0

ND：検出せず

^a：抱合体代謝物は酸加水分解後の抽出液及び抽出液の15 - 21分区域から特徴付けた。

^b：微量未知物質には4化合物が含まれ、それぞれTRRの3%未満であった。

表面洗浄液に19.1%TRRが検出され、その主要成分はMCPB酸であった。

カンキツ葉部の主要¹⁴C残留物は の抱合体、

及びMCPB酸であり、その量はそれぞれTRRの33.0%、13.0%及び13.9%であった。MCPA、 及び の抱合体はTRRの10%未満の微量残留物

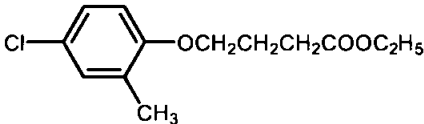
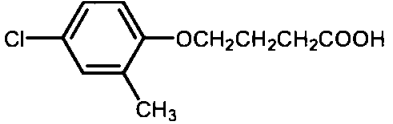
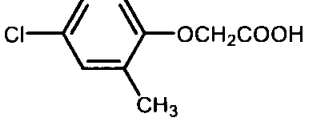
であった。MCPBエチルは極微量(TRRの1%以下)存在し、ほとんどが葉部表面に存在した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

5) 代謝物の同定及び／または特徴付け

MCPBエチル、MCPB酸及びMCPAは により同定
 した。葉部抽出液の単離物Uk4は と同定した。
 果皮及び葉部HPLC分析における糖抱合体含有区域の加水分解により遊離するア
 グリコンを でMCPA及び と同定した。酸加
 水分解により遊離する未知物質Uk1、Uk2及びUk3を、表9に示す通り、それぞ
 れ の及び
と同定した。尚、これらは または との糖抱合体であった。
 同定代謝物を表9に要約する。

表9 カンキツ果実及び葉部における同定代謝物

同定化合物	構造式	根拠
MCPBエチル		MCPBエチル標準品と一致
MCPB酸		でMCPB酸標準品と一致
MCPA		でMCPA標準品と一致

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

葉部組織PESの加水分解；カンキツ葉部における未抽出残留物はTRRの12.5%であった。

未抽出残留物は によって特徴付けた。抽出後固形物 (PES)を順次 及び で加水分解し、それぞれTRRの 4.9%、1.7%及び4.6%が遊離した。表10に要約する。

表10 葉部組織PESの加水分解結果

	分布% (標準化)	ppm	%TRR
葉部PES	100.0	0.716	12.5
	39.4	0.282	4.9
	13.7	0.098	1.7
	36.4	0.261	4.6
残留固形物	10.5	0.075	1.3
総計	100.0	0.716	12.5

6) 抽出効率及び保存安定性

[¹⁴C]MCPBエチルを添加した無処理区組織から親化合物が定量的に(>97%)回収された。

4ヶ月凍結保存後の果皮試料の再抽出/分析及び0日後果実表面洗浄液並びに0日後果皮 画分のHPLC再分析において、代謝物の分布プロファイルは初回分析時と類似しており、代謝物は組織中及び抽出液中、凍結保存条件下で安定であることが示された。

7) カンキツにおけるMCPBエチルの推定代謝経路

カンキツにおけるMCPBエチルの主要代謝経路は、エステル加水分解、側鎖の水酸化、側鎖の酸化的開裂及びエーテル結合の開裂であった。第1次水酸化代謝物は糖抱合体として存在する。本試験から、カンキツ果実及び葉部においてMCPBエチルは広範囲に代謝されることが示された。

MCPBエチルのカンキツにおける推定代謝経路を図4に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図 4 MCPBエチルのカンキツにおける推定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

(3)りんごにおける代謝試験

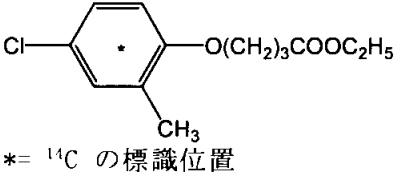
(資料 No. 代-4)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 *= ¹⁴ C の標識位置
標識化合物名	[¹⁴ C]MCPBエチル
ロット番号	
放射化学的純度	
比放射能	

標識位置の選定理由：

供試植物：りんご

約17年生(直径約6～7フィート、高さ11フィートの樹木)

過去3年間MCPBエチルの散布歴のない健全な樹木

品種；

選定根拠；りんごの一般的実用品種であるため

栽培場所；

 土壌の土性は砂壤土であった。

栽培条件；慣行栽培

方 法：

試験区画；約15 ft²(1.394 m²)

植物体数及び区画数；処理区及び対照区の各1区、各1本/区

無処理区は処理樹の192 フィート風上に設置した。

処理量；55.76 mg/区

20%乳剤の最大慣行施用量(3000倍希釈、600 L/10a)に基づき、400 g a. i./ha
相当量とした。

施用液；同位体希釈した [¹⁴C]MCPBエチルに20EC (20%w/v) 製剤白試料及び水を加えて
55.76 mg/875 mL濃度の製剤を調製した。

処理回数；1回

施用時期；成熟期収穫前28日

施用法；目標施用量6000 L/haで葉面散布、施用後1週間雨よけ対策をした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

採取時期及び部位；採取時点及び部位を下表に示す。

試験区	採取部位	採取時点
対照区	果実	施用後0, 14, 28日
	葉部	施用後28日
処理区	果実	施用後0, 14, 28日
	葉部	施用後28日

分析方法；

試料は収穫後5日以内に栽培場所から分析場所（
）に冷蔵状態で送付された。

試料を処理操作後、分析し、総放射性残留物（TRR）、放射能の分布、代謝物の同定・特徴付けを行った。分析法の概要を以下に示す。

1) 試料の処理操作

図1 試料の処理操作

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

2) 画分試料の抽出法

図2 果実搾りかす及び葉部の抽出法

3) 試料中の放射能の測定

3-1) 液体試料

表面洗浄液、ジュース、搾りかす及び葉部均質化物の抽出液は、直接LSCで測定した。

3-2) 固形物試料

搾りかす、葉部均質化物及び抽出後固形物は、燃焼後、LSCで測定した。

4) 果実及び葉部中の総放射性残留物 (TRR) の測定

TRRは、果実では表面洗浄液、ジュース及び搾りかす画分の合計として、葉部では表面洗浄液及び葉部均質化物画分の合計として求めた。

5) 放射能の分布

ジュース、表面洗浄液及び搾りかすと葉部の抽出液をHPLCで分析して¹⁴C残留物のプロファイルを求めた。

6) 代謝物の単離、精製、特徴付け

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

7) [¹⁴C]MCPBエチルの回収率及び保存安定性

対照区搾りかす試料に [¹⁴C]MCPBエチルを添加して回収率と191日間凍結保存後の安定性を測定した。また処理区の搾りかす及び葉部試料を凍結保存後に同様に分析し、HPLCクロマトグラムの比較により放射性成分の安定性を確認した。

結 果：

1) 施用液の放射化学的純度；

HPLC測定による放射化学的純度は、>97%であった。

2) 施用量；

実測施用量は56.17 mg/区 であり、403 g/ha相当であった。

3) 総放射性残留物 (TRR) のレベル；

3-1) 果実中のTRR

表面洗浄液、ジュース及び搾りかす中の放射能の合計として求めたTRRを表1に、搾りかすをさらに抽出した結果を表2に示す。

表1 りんご果実中の放射性残留物 (MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
表面洗浄液	0.0072	8.08	0.0016	2.05	0.0014	1.96
ジュース	0.0208	23.21	0.0411	53.08	0.0412	56.39
搾りかす	0.0616	68.71	0.0347	44.87	0.0305	41.65
果実 ²	0.0897	100.00	0.0774	100.00	0.0731	100.00

¹: 表示値は液体画分のLSC分析及び固体の燃焼分析を用いて測定した。

²: 表面洗浄液、ジュース及び搾りかす中のppmの合計

表2 りんご果実画分中の放射性残留物 (MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
搾りかす	0.0616	68.71	0.0347	44.87	0.0305	41.65
抽出放射能	0.0540	60.27	0.0320	41.36	0.0283	38.71
未抽出性放射能	0.0076	8.44	0.0027	3.51	0.0021	2.94

りんご果実中に検出されたTRRは低レベル(0.0731~0.0897 ppm)であった。

りんご果実表面の放射性残留物を抽出により表面洗浄した。表面洗浄液には約1.96~8.08%TRRが認められ、そのレベルは0日後の0.0072 ppmから14日後には0.0016 ppmに、28日後には0.0014 ppmに減少した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

ジュース画分にはTRRの23.21～56.39%が検出され、その濃度レベルは0日後で0.0208ppm、14日後で0.0411 ppm及び28日後で0.0412 ppmであった。

搾りかす画分にはTRRの41.65～68.71% (0.0305～0.0616ppm)が認められ、そのうち38.71～60.27% TRRが抽出可能であった。

3-2) 葉部中のTRR

表面洗浄液及び洗浄葉部の合計として求めたTRRを表3に、均質化洗浄葉部を抽出した結果を表4に示す。

りんご葉部中の総放射性残留物のレベルは3.8519 ppmであった。

表面洗浄液には13.30%TRR検出された。洗浄葉部では79.75%TRRが溶媒で抽出された。

表3 りんご葉部中の放射性残留物(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	28日後	
	ppm	%TRR
表面洗浄液	0.5122	13.30
洗浄葉部	3.3397	86.70
葉部 ²	3.8519	100.00

¹: 表示値は液体画分のLSC分析及び固体の燃焼分析を用いて測定した。

²: 表面洗浄液及び均質化物中のppmの合計

表4 りんご葉部画分中の放射性残留物(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	28日後	
	ppm	%TRR
洗浄葉部	3.3397	86.70
抽出放射能	3.0720	79.75
未抽出性放射能	0.2677	6.95

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4) りんご果実における放射性残留物の分布

4-1) りんご表面洗浄液における残留物の分布

表面洗浄液をHPLCで分析した結果を表5に示す。

表面洗浄液中の主要放射性残留物は、MCPBエチル(0.0011~0.0065 ppm、1.54~7.26%TRR)であった。

表5 りんご表面洗浄液中の放射性残留物の分布
(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出残留物						
同定物						
MCPA	0.0001	0.07	0.0001	0.08	0.0001	0.12
MCPB酸	0.0002	0.23	0.0002	0.23	0.0001	0.10
MCPBエチル	0.0065	7.26	0.0012	1.54	0.0011	1.56
	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	ND	ND	ND	ND	ND	ND
未同定物	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3.12 分	0.0001	0.11	0.0001	0.09	0.0001	0.07
14.03 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16.52 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17.43 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17.84 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
18.41 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
21.63 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
22.36 分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
31.83 分	ND	ND	ND	ND	<0.00005	0.03
33.62 分	ND	ND	ND	ND	<0.00005	0.02
37.01 分	0.0004	0.42	0.0001	0.10	<0.00005	0.06
未抽出性残留物	NA	NA	NA	NA	NA	NA
総計	0.0072	8.08	0.0016	2.05	0.0014	1.96

ND : 検出せず

NA : 適用なし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4-2) りんご搾りかすにおける残留物の分布

りんご搾りかすの抽出液をHPLCで分析した結果を表6に示す。

0日後の試料における主要放射性残留物は、MCPA(0.0419 ppm、46.78%TRR)であった。14日後及び28日後の試料では、
 の
 及び
 が主要放射性残留物であり、各採取時点で、
 それぞれ7.44~12.44%TRR及び7.52~14.26%TRRであった。

表6 りんご搾りかす中の放射性残留物の分布
 (MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出残留物						
同定物						
MCPA	0.0419	46.78	0.0015	2.00	ND	ND
MCPB酸	0.0018	1.98	0.0003	0.36	ND	ND
MCPBエチル	0.0054	6.03	0.0004	0.51	ND	ND
	0.0007	0.74	0.0096	12.44	0.0104	14.26
	0.0003	0.32	0.0058	7.44	0.0055	7.52
	ND	ND	0.0079	10.19	0.0070	9.53
未同定物	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3.12分	0.0006	0.61	ND	ND	ND	ND
14.03分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16.52分	0.0001	0.16	0.0015	1.98	0.0024	3.29
17.43分	0.0006	0.71	0.0016	2.02	0.0024	3.31
17.84分	0.0011	1.21	0.0013	1.72	ND	ND
18.41分	ND	ND	0.0001	0.17	ND	ND
21.63分	0.0008	0.86	0.0004	0.48	0.0001	0.12
22.36分	0.0008	0.87	0.0016	2.05	0.0005	0.68
31.83分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
33.62分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
37.01分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
未抽出性残留物	0.0076	8.44	0.0027	3.51	0.0021	2.94
総計	0.0616	68.71	0.0347	44.87	0.0305	41.65

ND：検出せず

NA：適用なし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4-3) りんごジュースにおける残留物の分布

りんごジュースをHPLCで分析した結果を表7に示す。

0日後のジュース中の主要放射性残留物は、MCPA(0.0109 ppm、12.18%TRR)であった。14日後及び28日後の試料では、

及び が主要放射性残留物であり、各採取時点で、それぞれ12.71~24.10%TRR及び11.21~20.67%TRRであった。

表7 りんごジュース中の放射性残留物の分布
(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出残留物						
同定物						
MCPA	0.0109	12.18	0.0009	1.20	0.0014	1.90
MCPB酸	0.0012	1.29	0.0010	1.27	ND	ND
MCPBエチル	0.0010	1.08	ND	ND	0.0009	1.26
	0.0024	2.69	0.0187	24.10	0.0151	20.67
	0.0030	3.35	0.0098	12.71	0.0091	12.45
	ND	ND	0.0105	13.53	0.0082	11.21
未同定物	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3.12分	0.0005	0.61	ND	ND	0.0008	1.12
14.03分	0.0003	0.33	ND	ND	0.0003	0.36
16.52分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17.43分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17.84分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
18.41分	ND	ND	ND	ND	ND	ND
21.63分	0.0015	1.68	ND	ND	ND	ND
22.36分			0.0002	0.27	0.0008	1.08
31.83分	ND	ND	ND	ND	0.0038	5.23
33.62分	ND	ND	ND	ND		
37.01分	ND	ND	ND	ND	0.0008	1.12
未抽出性残留物	NA	NA	NA	NA	NA	NA
総計	0.0208	23.21	0.0411	53.08	0.0412	56.39

ND：検出せず

NA：適用なし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4-4) りんご果実中の放射性残留物分布のまとめ

施用後0、14及び28日後に収穫したりんご果実中の放射性残留物の分布を表8に要約する。

表8 ^{14}C MCPBエチルを処理したりんご果実における放射性残留物の分布
(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

収穫時期	0日後		14日後		28日後	
	ppm	% TRR	ppm	% TRR	ppm	% TRR
抽出残留物						
同定物, 計	0.0753	83.99	0.0678	87.60	0.0589	80.57
MCPA	0.0529	59.02	0.0025	3.28	0.0015	2.02
MCPB酸	0.0031	3.50	0.0014	1.86	0.0001	0.10
MCPBエチル	0.0129	14.36	0.0016	2.05	0.0021	2.82
	0.0031	3.43	0.0283	36.54	0.0255	34.92
	0.0033	3.67	0.0156	20.15	0.0146	19.97
	ND	ND	0.0184	23.72	0.0152	20.74
未同定物 ¹ , 計	0.0068	7.57	0.0069	8.89	0.0121	16.49
未抽出性残留物	0.0076	8.44	0.0027	3.51	0.0021	2.94
総計	0.0897		0.0774		0.0731	

ND: 検出せず

¹: 11個の微量代謝物があり、各々は0.005 ppm以下、10%TRR未満であった。

りんご成熟果実(28日後)試料において、単離、同定された主要放射性残留物としては、
及び
が
0.0146~0.0255 ppmの濃度で認められ、19.97~34.92%TRRであった。りんごにおける総放射性残留物の約76%がこれら3種成分であった。MCPBエチル、MCPB酸及びMCPAは低濃度で認められた(0.10~2.82%TRR)。数種類のマイナーな未知代謝物は、合計で成熟果実中の約16%TRRであったが、個々の成分は10%TRR未満であった。成熟果実中の未抽出性残留物濃度は0.0021 ppmであり、2.94%TRRであった。

14日後の果実試料においては、上記3種の抱合化代謝物が主要放射性残留物として認められた(0.0156 ppm~0.0283 ppmレベル、TRRの20.15~36.54%)。

0日後の果実試料においては、未変化のMCPBエチル(0.0129 ppm、14.36%TRR)及びMCPA(0.0529 ppm、59.02%TRR)が主要残留物であり、

及び
は約0.003 ppmの濃度で認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

5) りんご葉部における放射性残留物の分布

施用後28日に収穫したりんご葉部中の放射性残留物の分布を表9に要約する。

表9 ^{14}C MCPBエチルを処理したりんご葉部における ^{14}C -残留物の分布
(MCPBエチル換算のppm及び%TRR)

	表面洗浄液		葉部均質化物		全葉部	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
抽出残留物						
同定物, 計						
MCPA	0.0354	0.92	0.0365	0.95	0.0720	1.87
MCPB酸	0.0947	2.46	0.0329	0.85	0.1276	3.31
MCPBエチル	0.3202	8.31	0.0292	0.76	0.3494	9.07
	ND	ND	0.8443	21.92	0.8443	21.92
	ND	ND	1.7596	45.68	1.7596	45.68
	ND	ND	0.0031	0.08	0.0031	0.08
未同定物 ¹ , 計	0.0618	1.60	0.3664	9.51	0.4282	11.12
未抽出残留物	NA	NA	0.2677	6.95	0.2677	6.95
総計	0.5122	13.30	3.3397	86.70	3.8519	100.00

ND: 検出せず

NA: 適用なし

¹: 6個の微量代謝物があり、各々は5%TRR未満であった。

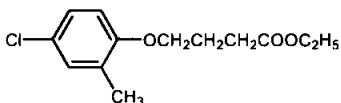
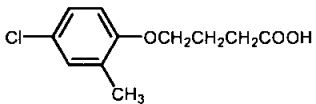
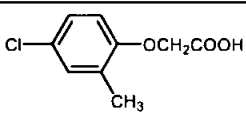
約93%TRRが表面洗浄液及び葉部均質化物に認められた。MCPBエチルの濃度は、0.3494 ppm(9.07%TRR)で、その大部分(0.3202 ppm、8.31%TRR)は葉部表面にみられた。りんご葉部の主要同定残留物にはMCPA及びMCPB酸が含まれており、それぞれ21.92%TRR及び45.68%TRRであった。6個の微量代謝物が認められ、それらの放射性残留物の合計は11.12%TRRであったが、各々は5%TRR未満であった。

6) 放射性残留物の特徴付け及び同定

りんご果実及び葉部試料の抽出液から代謝物ピークをHPLCにより単離した。同定代謝物を表10に示す。3個の既知代謝物(MCPBエチル、MCPB酸及びMCPA)は参照標準品とのHPLC保持時間の比較及びコクロマトグラフィー(HPLC/TLC)により同定した。その他の未知代謝物は酵素及び/又は酸加水分解後、アグリコンのLC-MSあるいはアグリコンと参照標準品とのHPLC/TLC比較により同定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表10 りんご果実及び葉部における同定代謝物

同定化合物	構造式	根拠
MCPBエチル		HPLC保持時間がMCPBエチル標準品と一致。 MCPBエチル標準品との2D-TLC比較により同一性確認。
MCPB酸		HPLC保持時間及びTLCのRf値がMCPB酸標準品と一致。
MCPA		HPLC保持時間及びTLCのRf値がMCPA標準品と一致。

7) MCPBエチルの抽出効率及び保存安定性

添加試料を用いてMCPBエチルの抽出効率及び保存安定性を測定した。MCPBエチルは定量的に抽出され(>99%)、191日間凍結保存後でも、約96%のMCPBエチルが回収された。従って、MCPBエチルは保存条件下で安定であった。

また、処理区試料を253日間凍結保存後再分析した結果、初回分析と再分析でのクロマトグラフは類似しており、試料中の放射性成分が安定であることが示唆された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

8) りんごにおけるMCPBエチルの推定代謝経路

図3に示すように、りんごにおけるMCPBエチルの主要代謝経路はエステルの加水分解、メチル基および側鎖の水酸化、側鎖の酸化的開裂およびエーテル結合の開裂であった。第1次水酸化代謝物は糖抱合体として存在する。MCPBエチルが果実に浸透するのは極めて少量であると思われる。果実に浸透した少量の物質は多くの代謝物へと広範囲に代謝された。

図3 MCPBエチルのりんごにおける推定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

代謝物の作物残留試験

(参考資料)

試験機関:

報告書作成年: (りんご、日本なし)

年(温州みかん、夏みかん)

(1) 分析方法

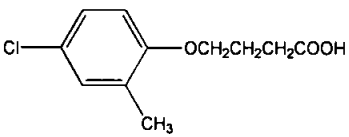
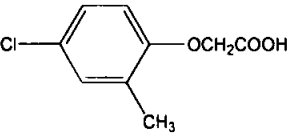
MCPBエチル代謝物() , および
() については、標準品の合成が困難であるため、通常の定量分析は行わず、代謝運命試験*の情報に基づいて設定した分析条件(測定条件含む)により、各作物の作物残留試験におけるその生成状況を調査し、それらの残留の有無を推定した。

粉碎あるいは摩砕した試料を で抽出し、濃縮液を で加水分解した(各成分 よりアグリコンを生成)。反応液を で精製した後、液体クロマトグラフ・質量分析計に注入し、ピークの有無を確認した。

* カンキツにおける $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチルの代謝運命試験(資料No.代-3)
りんごにおける $[^{14}\text{C}]$ MCPBエチルの代謝運命試験(資料No.代-4)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

(2) 分析対象物質

項目	代謝物-1				代謝物-2			
化学名								
構造式								
分子式								
分子量								
	名称		記号	H			記号	G
項目	代謝物-3				比較参照用成分-1			
化学名					4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyric acid			
構造式								
分子式					C ₁₁ H ₁₃ ClO ₃			
分子量					228.7			
	名称		記号	E	名称	MCPB酸	記号	B
項目	比較参照用成分-2				比較参照用成分-3			
化学名	4-Chloro- <i>o</i> -tolylloxyacetic acid							
構造式								
分子式	C ₉ H ₉ ClO ₃							
分子量	200.6							
	名称	MCPA	記号	C	名称		記号	D

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

(3) 残留試験結果

【要約】

温州みかん(果肉)においては、
対象の3成分()のみが、温州みかん(果皮)においては
及び()が検出され、
その残留濃度は定量限界値前後から最大その数倍程度と推定された。

夏みかんにおいては、対象の3成分()及び
()が検出されその残留濃度は定量限界値前後と推定された。

りんご及び日本なしにおいては、
および()が検出され、
その残留濃度は定量限界値前後と推定された。

作物名 (栽培形態) (分析部位) 年度	剤型 (有効成分量) 希釈倍数 又は使用量 使用方法	試料 調製 場所	散布 回数	経過 日数	分析結果 (ppm)							
					最高値		平均値		最高値		平均値	
					最高値	平均値	最高値	平均値	最高値	平均値		
分析機関名												
温州みかん (施設) (果肉)	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	愛知県 農総試 (宮川早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
			2	10	nd	nd	nd	nd	検出(50)	検出(45)		
			2	20	nd	nd	nd	nd	検出(100)	検出(85)		
			2	30	nd	nd	nd	nd	検出(70)	検出(65)		
	2	40	nd	nd	nd	nd	検出(90)	検出(85)				
	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	佐賀県 果試 (大津四号)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
			2	10	nd	nd	nd	nd	検出(40)	検出(35)		
			2	20	nd	nd	nd	nd	検出(40)	検出(35)		
2			30	nd	nd	nd	nd	検出(80)	検出(75)			
2	40	nd	nd	nd	nd	検出(120)	検出(110)					
温州みかん (施設) (果皮)	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	愛知県 農総試 (宮川早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
			2	10	検出(260)	検出(250)	検出(690)	検出(660)	検出(290)	検出(280)		
			2	20	検出(390)	検出(365)	検出(790)	検出(785)	検出(400)	検出(375)		
			2	30	検出(340)	検出(325)	検出(840)	検出(820)	検出(240)	検出(220)		
	2	40	検出(240)	検出(220)	検出(670)	検出(610)	検出(150)	検出(150)				
	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	佐賀県 果試 (大津四号)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
			2	10	検出(30)	検出(30)	検出(190)	検出(185)	検出(270)	検出(225)		
			2	20	検出(30)	検出(20)	検出(120)	検出(95)	検出(120)	検出(115)		
2			30	検出(70)	検出(55)	検出(190)	検出(185)	検出(470)	検出(465)			
2	40	検出(50)	検出(40)	検出(200)	検出(185)	検出(640)	検出(590)					

nd: ピークが認められなかった

検出: ピークが認められた(想定される定量限界値は、果肉0.01ppm程度、果皮0.02ppm程度)

検出後方()内の数値: ピーク面積値を表す

参考: 比較参照用成分標準品の面積値の例

果肉(いずれも0.01ppm相当); MCPB酸=90(愛知)70(佐賀)、MCPA=240(愛知)190(佐賀)、
=370(愛知)300(佐賀)

果皮(いずれも0.02ppm相当); MCPB酸=90(愛知)70(佐賀)、MCPA=240(愛知)190(佐賀)、
=370(愛知)300(佐賀)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

作物名 (栽培形態) (分析部位) 年度	剤型 (有効成分量) 希釈倍数 又は使用量 使用方法	試料 調製 場所	散 布 回 数	経 過 日 数	分析結果 (ppm)						
					最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値	
分析機関名											
温州みかん (施設) (果 肉)	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	愛知県 農総試 (宮川早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	10	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	20	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	30	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	40	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	佐賀県 果 試 (上野早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	10	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	20	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	30	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	40	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
温州みかん (施設) (果 皮)	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	愛知県 農総試 (宮川早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	10	検出(630)	検出(625)	検出(790)	検出(785)	検出(2150)	検出(2145)	
			2	20	検出(690)	検出(655)	検出(850)	検出(825)	検出(2820)	検出(2495)	
			2	30	検出(670)	検出(605)	検出(790)	検出(705)	検出(2080)	検出(2020)	
			2	40	検出(640)	検出(610)	検出(770)	検出(755)	検出(2700)	検出(2565)	
	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	佐賀県 果 試 (上野早生)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
			2	10	検出(540)	検出(475)	検出(1610)	検出(1555)	検出(1000)	検出(830)	
			2	20	検出(470)	検出(415)	検出(1140)	検出(1110)	検出(700)	検出(700)	
			2	30	検出(510)	検出(500)	検出(1840)	検出(1810)	検出(650)	検出(635)	
			2	40	検出(350)	検出(325)	検出(1070)	検出(1030)	検出(460)	検出(415)	

nd: ピークが認められなかった

検出: ピークが認められた (想定される定量限界値は、果肉0.01ppm程度、果皮0.02ppm程度)

検出後方()内の数値: ピーク面積値を表す

参考: 比較参照用成分標準品の面積値の例

果肉 (いずれも0.01ppm相当); MCPB酸=130、MCPA=530、=440

果皮 (いずれも0.02ppm相当); MCPB酸=130、MCPA=530、=440

作物名 (栽培形態) (分析部位) 年度	剤型 (有効成分量) 希釈倍数 又は使用量 使用方法	試料 調製 場所	散 布 回 数	経 過 日 数	分析結果 (ppm)					
					最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値
分析機関名										
夏みかん (露地・ 無袋) (果实全体)	EW剤 (20%) 2000倍 400L/10a	三重県 農 研 紀南果研 (新甘夏)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	10	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	20	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	30	検出(50)	検出(40)	nd	nd	検出(80)	検出(75)
			2	40	検出(70)	検出(65)	検出(70)	検出(55)	検出(220)	検出(200)
	EW剤 (20%) 2000倍 1900L/10a	徳島県 農総技セ (河野ナツ ダイ)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	10	検出(80)	検出(75)	nd	nd	検出(290)	検出(225)
			2	20	検出(80)	検出(70)	nd	nd	検出(380)	検出(340)
			2	30	検出(70)	検出(65)	検出(130)	検出(105)	検出(330)	検出(315)
			2	40	検出(70)	検出(65)	検出(120)	検出(110)	検出(400)	検出(350)

nd: ピークが認められなかった

検出: ピークが認められた (想定される定量限界値は0.01ppm程度)

検出後方()内の数値: ピーク面積値を表す

参考: 比較参照用成分標準品の面積値の例 (いずれも0.01ppm相当); MCPB酸=120、MCPA=430、=380

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

作物名 (栽培形態) (分析部位) 年度	剤型 (有効成分量) 希釈倍数 又は使用量 使用方法	試料 調製 場所	散 布 回 数	経 過 日 数	分析結果 (ppm)					
					最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値
分析機関名										
りんご (露地・ 無袋) (果実)	EW剤 (20%) 3000倍 600L/10a	岩手県 農研セ (つがる)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	7	検出(40)	検出(30)	nd	nd	検出(50)	検出(50)
			2	14	検出(50)	検出(40)	nd	nd	検出(50)	検出(50)
			2	21	検出(50)	検出(45)	nd	nd	検出(50)	検出(50)
		2	28	検出(50)	検出(45)	nd	nd	検出(50)	検出(50)	
		秋田県 農水技セ 果 試 (つがる)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			2	7	検出(50)	検出(50)	nd	nd	検出(100)	検出(100)
			2	14	検出(30)	検出(30)	nd	nd	検出(50)	検出(50)
			2	21	検出(40)	検出(35)	nd	nd	検出(50)	検出(50)
			2	28	検出(50)	検出(45)	nd	nd	検出(100)	検出(100)

nd: ピークが認められなかった

検出: ピークが認められた (想定される定量限界値は0.01ppm程度)

検出後方()内の数値: ピーク面積値を表す

参考: 比較参照用成分標準品の面積値の例 (いずれも0.01ppm相当) ; MCPB酸=40、MCPA=200、 =60

作物名 (栽培形態) (分析部位) 年度	剤型 (有効成分量) 希釈倍数 又は使用量 使用方法	試料 調製 場所	散 布 回 数	経 過 日 数	分析結果 (ppm)					
					最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値	最 高 値	平 均 値
分析機関名										
日本なし (露地・ 無袋) (果実)	EW剤 (20%) 6000倍 300L/10a	秋田県 農水技セ 果 試 天王分場 (幸水)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			1	7	検出(80)	検出(75)	nd	nd	検出(120)	検出(95)
			1	14	検出(40)	検出(40)	nd	nd	検出(110)	検出(100)
			1	21	検出(40)	検出(35)	nd	nd	検出(110)	検出(105)
		1	28	検出(40)	検出(35)	nd	nd	検出(50)	検出(50)	
		埼玉県 農総研セ 園 研 (幸水)	0	-	nd	nd	nd	nd	nd	nd
			1	7	検出(30)	検出(30)	nd	nd	検出(70)	検出(60)
			1	14	検出(20)	検出(20)	nd	nd	検出(80)	検出(55)
			1	21	検出(30)	検出(30)	nd	nd	検出(50)	検出(45)
			1	28	nd	nd	nd	nd	nd	nd

nd: ピークが認められなかった

検出: ピークが認められた (想定される定量限界値は0.01ppm程度)

検出後方()内の数値: ピーク面積値を表す

参考: 比較参照用成分標準品の面積値の例 (いずれも0.01ppm相当) ; MCPB酸=70、MCPA=200、 =70

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

3. 土壌中動態に関する試験

(1) 好氣的湛水土壌中動態試験

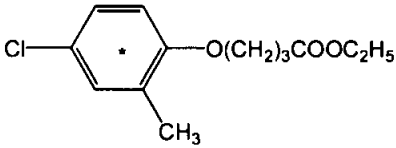
(資料 No.代-5)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 <p>* = ¹⁴C の標識位置</p>
標識化合物名	[¹⁴ C]MCPB-エチル
ロット番号	
放射化学的純度	

標識位置の選定理由：

(

)

供試土壌：土壌の物理化学的特性を表1に示す。

土壌は、使用前に2 mmの篩に通した。

表1 供試土壌の物理化学的特性

入手先		
採取年月日 / 入手年月日		
pH(水)	5.8	
pH(KCl)	4.5	
pH(CaCl ₂)	5.2	
陽イオン交換容量 (cmol _c /kg)	11.9	
有機炭素(腐植), %	0.85 (1.46)	
最大容水量(%)	64.0	
粘土鉱物	モンモリロナイト, クロライト, イライト	
粒径, 重量%	粗砂(2.0 - 0.2 mm)	9.1
	細砂(0.2 - 0.02 mm)	33.6
	シルト(0.02 - 0.002 mm)	31.6
	粘土(<0.002 mm)	25.7
土性 (ISSS分類)	軽填土	

方法：試験は非滅菌土壌及び滅菌土壌を用いた試験系で行った。

施用濃度；0.32 ppm(最大慣行施用量320 g a. i. /haに基づく)

施用液；0.405 µg/µL [¹⁴C]MCPBエチル/

施用方法；施用液66 µLを、平衡化後(土壌試料の調製参照)の試験系に添加し、緩やかに混合して[¹⁴C]MCPBエチルを試験系に均一に分布させた。ただし、施用直後(0日)の試験系試料は施用後直ちに田面水と土壌とを分離した。

施用量；0.322 ppm

採取時点；

非滅菌土壌試験系	土壌：施用直後(0日)、3時間後、1、7、14、28、60、90、120及び180日後
	揮発性物質捕集液：1、7、14、28、60、90、120及び180日後
滅菌土壌試験系	土壌：施用直後(0日)、7及び28日後

土壌試料の調製；

A. 非滅菌土壌試験系

ガラス広口瓶に、少なくとも土壌の厚さ5 cm、水深1 cmとなるよう土壌(83 g乾土相当)を入れ、湛水した。施用前2週間の平衡化(25±2℃、暗所)期間及び施用後の試験期間にCO₂フリーの加湿空気を通気した。施用前及び各採取時点で還元土壌層の酸化還元電位(ORP)を測定したところ、いずれもORP < 200 mVであったことから、試験期間中を通じて、好気状態の維持できていたことを確認した。試験期間中、必要に応じ、滅菌水を用いて水量の調整を行なった。装置の概要を図1に示す。

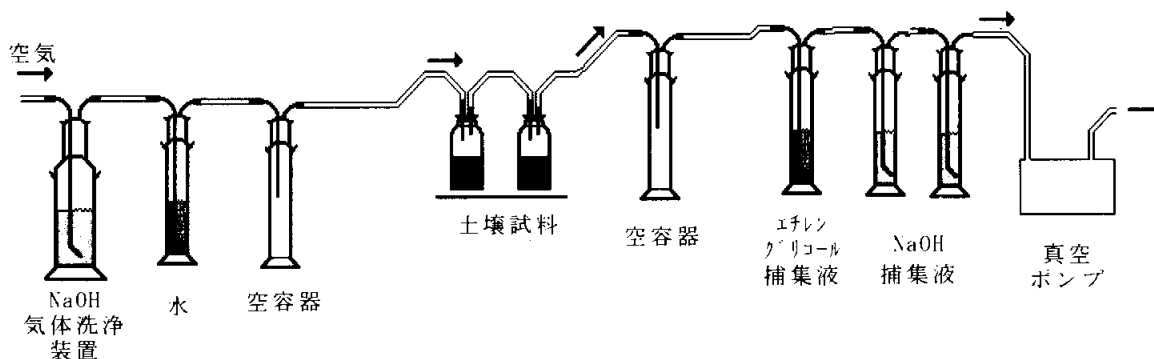


図1 通気及び捕集装置の概要

B. 滅菌土壌試験系

ガラス広口瓶に、少なくとも土壌の厚さ5 cm、水深1 cmとなるよう土壌(83 g乾土相当)を入れ、湛水した。綿栓をし、施用前の3日間、1日1回オートクレーブで滅菌処理した。揮発性成分採取用の捕集液は接続しなかった。試験期間中、必要に応じ、滅菌水を用いて水量の調整を行なった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

分析方法；土壤/水試料を2連制で採取した後、図2に示す抽出操作を直ちに行い、分析に供した。

180日後試料は、未抽出性残留放射能のソックスレー抽出による追加抽出後、図3の分析操作により腐植をヒューミン、フミン酸及びフルボ酸に分画して特徴付けを行った。

図3 土壤腐植の分画

揮発性放射能捕集液は、1日後以降の各採取時点で採取し、LSC分析した。各分析時点で捕集液を新鮮溶液に交換した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

CO₂の確認；水酸化ナトリウム溶液に塩化バリウムを加え、Ba¹⁴CO₃が生成することにより確認した。

分解物の単離及び同定；水試料及び土壌抽出試料と参照標品とのHPLCクロマトグラフィーにより同定した。土壌抽出液中の分解物はHPLC及びHPLC/MS分析により単離・同定した。また、参照標品との2D-TLCクロマトグラフィー分析も実施した。

半減期の推定；以下の式を用いて、化合物のDT50及びDT90を推定した。

$$\ln (C/C_0) = -k * t$$

$$\text{または} \ln (C) = -k * t + \ln (C_0)$$

ここで C：任意の時間における土壌中の化合物濃度

C₀：0時点での化合物濃度

k：速度定数

t：日単位の時間

結 果：

1) 物質収支

全試料の物質収支は、非滅菌土壌及び滅菌土壌でそれぞれ施用放射能の92.8～104.0%及び91.8～102.9%であった。

表2 [14C] MCPBエチル処理好氣的湛水土壌における物質収支

試料	採取時点 (日)	回収率 (%AR)		平均 (%AR)	総平均 (%AR)
非滅菌土壌	0	104.0	103.9	104.0	98.2
	0.13	101.5	99.9	100.7	
	1	102.6	101.5	102.0	
	7	100.2	98.3	99.3	
	14	96.7	98.2	97.4	
	28	100.0	96.3	98.1	
	60	96.9	95.4	96.2	
	90	95.8	95.4	95.6	
	120	97.1	93.9	95.5	
	180	93.1	92.8	92.9	
滅菌土壌	0	102.8	102.9	102.8	97.7
	7	95.4	99.7	97.5	
	28	93.5	91.8	92.7	

2) 分布

^{14}C MCPBエチル処理土壌における放射能の分布を表3に示す。

表3 ^{14}C MCPBエチル処理好気土壌における放射能分布(2反復の平均)

試料		施用放射能(%AR)						ppm					
滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	水	土壌 抽出液	未抽出性 残留物	CO ₂	揮発性 有機物	総回収	水	土壌 抽出液	未抽出性 残留物	CO ₂	揮発性 有機物	総回収
非滅菌	0	102.4	na	1.6	na	na	104.0	0.330	na	0.005	na	na	0.335
	0.13	87.8	10.1	2.8	na	na	100.7	0.282	0.032	0.009	na	na	0.324
	1	71.9	25.2	4.5	0.4	nd	102.0	0.231	0.081	0.014	0.001	nd	0.328
	7	36.1	50.6	10.1	2.4	<0.1	99.3	0.116	0.163	0.032	0.008	<0.001	0.319
	14	22.3	57.7	12.1	5.3	<0.1	97.4	0.072	0.186	0.039	0.017	<0.001	0.313
	28	12.7	56.1	17.4	11.9	<0.1	98.1	0.041	0.180	0.056	0.038	<0.001	0.316
	60	1.4	52.2	16.5	26.0	<0.1	96.2	0.005	0.168	0.053	0.084	<0.001	0.309
	90	0.5	37.2	28.1	29.8	<0.1	95.6	0.002	0.120	0.090	0.096	<0.001	0.308
	120	0.5	41.6	21.2	32.1	<0.1	95.5	0.002	0.134	0.068	0.103	<0.001	0.307
	180	0.8	30.4	25.4	36.3	<0.1	92.9	0.002	0.098	0.082	0.117	<0.001	0.299
滅菌	0	92.6	8.8	1.5	na	na	102.8	0.298	0.028	0.005	na	na	0.331
	7	15.6	77.1	4.8	na	na	97.5	0.050	0.248	0.015	na	na	0.314
	28	19.2	70.3	3.1	na	na	92.7	0.062	0.226	0.010	na	na	0.298

nd: 検出せず、na: 適用なし

A. 非滅菌土壌

- ・ 水画分の放射能は、0日の102.4%ARから急速に減少し、7日後に36.1%ARとなり、90日後は1%AR未満に減少した。
- ・ 土壌抽出液の放射能は、14日後に最大57.7%ARに達し、その後、180日後の30.4%ARまで徐々に減少した。
- ・ 未抽出性残留物は、0日の1.6%ARから90日後に最大28.1%ARに増加し、180日後には25.4%ARとやや減少した。
- ・ $^{14}\text{CO}_2$ は、1日後以降徐々に増加し、180日後には最大36.3%ARに達した。
- ・ 微量の揮発性有機物(<0.1%AR)が7~180日後の各採取時点で検出された。

B. 滅菌土壌

- ・ 水画分の放射能は、0日の92.6%ARから、28日後に19.2%ARに減少した。
- ・ 土壌抽出液の放射能は、0日では8.8%ARであり、14日後には77.1%ARに増加し、28日後では70.3%ARとやや減少した。
- ・ 未抽出性残留物は、0日の1.5%ARから7日後に最大4.8%ARに増加し、28日後には3.1%ARとやや減少した。

3) 水中および土壌抽出液中の放射能の分布

A. 非滅菌土壌

水中及び土壌抽出液中のMCPBエチル及び分解生成物の分布を表4に示す。

表4 非滅菌土壌におけるMCPBエチル及び分解生成物の放射能分布(2反復の平均)

試料		施用放射能%(%AR)							ppm						
画分	採取時点(日)	MCPBエチル	MCPB酸	MCPA		19.7分	極性区域	その他	MCPBエチル	MCPB酸	MCPA		19.7分	極性区域	その他
水	0	99.4	0.7	nd	nd	nd	nd	2.3	0.320	0.002	nd	nd	nd	nd	0.007
	0.13	22.7	61.7	1.3	nd	nd	nd	2.2	0.073	0.198	0.004	nd	nd	nd	0.007
	1	0.6	59.4	7.7	nd	nd	nd	4.2	0.002	0.191	0.025	nd	nd	nd	0.014
	7	nd	17.7	16.5	0.3	nd	nd	1.6	nd	0.057	0.053	0.001	nd	nd	0.005
	14	nd	5.5	14.4	0.5	nd	1.2	0.6	nd	0.018	0.046	0.002	nd	0.004	0.002
	28	nd	1.1	9.5	0.5	0.7	0.9	0.1	nd	0.003	0.031	0.002	0.002	0.003	<0.001
	60	nd	nd	0.1	0.2	nd	1.0	0.1	nd	nd	<0.001	0.001	nd	0.003	<0.001
	90	nd	nd	nd	nd	nd	0.5	nd	nd	nd	nd	nd	nd	0.002	nd
	120	na	na	na	na	na	na	0.5	na	na	na	na	na	na	0.002
	180	na	na	na	na	na	na	0.8	na	na	na	na	na	na	0.002
土壌抽出液	0	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na
	0.13	0.5	8.3	0.9	nd	nd	nd	0.4	0.002	0.027	0.003	nd	nd	nd	0.001
	1	nd	18.4	4.8	0.5	nd	nd	1.6	nd	0.059	0.015	0.002	nd	nd	0.005
	7	0.8	27.3	12.5	8.6	nd	nd	1.4	0.003	0.088	0.040	0.028	nd	nd	0.005
	14	0.2	21.3	15.9	16.9	2.1	0.3	1.3	<0.001	0.068	0.051	0.054	0.007	0.001	0.004
	28	nd	13.3	12.4	22.7	4.8	1.3	1.5	nd	0.043	0.040	0.073	0.016	0.004	0.005
	60	nd	3.1	1.6	28.8	12.7	2.5	3.5	nd	0.010	0.005	0.093	0.041	0.008	0.011
	90	nd	1.5	1.0	18.9	11.5	2.8	1.4	nd	0.005	0.003	0.061	0.037	0.009	0.005
	120	nd	2.2	0.7	21.3	11.0	4.8	1.7	nd	0.007	0.002	0.069	0.035	0.015	0.005
	180	nd	1.5	0.9	17.0	6.6	1.3	3.1	nd	0.005	0.003	0.055	0.021	0.004	0.010
総計	0	99.4	0.7	nd	nd	nd	nd	2.3	0.320	0.002	nd	nd	nd	nd	0.007
	0.13	23.2	69.9	2.2	nd	nd	nd	2.6	0.074	0.225	0.007	nd	nd	nd	0.008
	1	0.6	77.7	12.5	0.5	nd	nd	5.8	0.002	0.250	0.040	0.002	nd	nd	0.019
	7	0.7	45.1	29.0	8.9	nd	nd	3.0	0.002	0.145	0.093	0.029	nd	nd	0.010
	14	0.2	26.8	30.3	17.4	2.1	1.5	1.9	<0.001	0.086	0.098	0.056	0.007	0.005	0.006
	28	nd	14.3	21.9	23.2	5.5	2.2	1.6	nd	0.046	0.070	0.075	0.018	0.007	0.005
	60	nd	3.1	1.7	29.0	12.7	3.6	3.6	nd	0.010	0.006	0.093	0.041	0.011	0.011
	90	nd	1.5	1.0	18.9	11.5	3.4	1.4	nd	0.005	0.003	0.061	0.037	0.011	0.005
	120	nd	2.2	0.7	21.3	11.0	4.8	2.2	nd	0.007	0.002	0.069	0.035	0.015	0.007
	180	nd	1.5	0.9	17.0	6.6	1.3	3.9	nd	0.005	0.003	0.055	0.022	0.004	0.013

nd: 検出せず、 na: 適用なし
0.13日=3時間

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

非滅菌湛水土壌において、MCPBエチルは0日の99.4%ARから、3時間後に23.2%ARに減少し、1日後には1%AR未満になった。MCPB酸は1日後に最大77.7%ARが検出され、14日後には26.8%ARに減少し、60日後には5%AR未満となった。MCPAは14日後に最大30.3%ARが検出され、60日後には5%AR未満に減少した。は60日後に最大29.0%ARが検出され、180日後には17.0%ARに減少した。19.7分の代謝物は60日後に最大12.7%ARが検出され、180日後には6.6%ARに減少した。その他、極性成分を含むいくつかの成分が認められたが、いずれも個々には5%AR未満であった。

B. 滅菌土壌

滅菌土壌における水面分及び土壌抽出液の放射能の分布を表5に示す。

表5 滅菌土壌におけるMCPBエチル及び分解生成物の分布(2反復の平均)

試料		施用放射能%(%AR)						ppm					
画分	採取 時点 (日)	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA		26.8 分	その他	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA		26.8 分	その他
水	0	90.7	nd	nd	nd	nd	1.8	0.292	nd	nd	nd	nd	0.006
	7	4.6	10.4	nd	nd	nd	0.7	0.015	0.033	nd	nd	nd	0.002
	28	nd	1.5	10.0	nd	7.0	0.7	nd	0.005	0.032	nd	0.023	0.002
土壌 抽出液	0	8.8	nd	nd	nd	nd	nd	0.028	nd	nd	nd	nd	nd
	7	61.3	14.3	nd	nd	nd	1.5	0.197	0.046	nd	nd	nd	0.005
	28	9.1	17.6	18.6	nd	23.0	2.0	0.029	0.057	0.060	nd	0.074	0.006
総計	0	99.5	nd	nd	nd	nd	1.8	0.320	nd	nd	nd	nd	0.006
	7	65.9	24.7	nd	nd	nd	2.2	0.212	0.079	nd	nd	nd	0.007
	28	9.1	19.1	28.6	nd	30.0	2.7	0.029	0.061	0.092	nd	0.097	0.009

nd: 検出せず

滅菌湛水土壌において、MCPBエチルは0日の99.5%ARから28日後に9.1%ARに減少した。MCPB酸は7日後に最大24.7%ARが検出され、28日後には19.1%ARに減少した。MCPAは28日後に最大28.6%ARが検出された。さらに、非滅菌土壌ではみられなかった26.8分の成分が、28日後に最大30.0%AR認められた。その他の放射性成分は個々には2%AR未満であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

- 4) 未抽出性残留物の特徴付け(非滅菌180日後試料)
結果を表6に示す。

表6 未抽出性残留物の特徴付け(単位:%AR)

PES	ソックスレー抽出	フルボ酸	フミン酸	ヒューミン	その他
180日後試料	7.0	6.3	1.3	8.6	1.6
	4.7	7.5	1.8	10.1	2.1

その他:操作の最終時点で確定されなかった放射能

ソックスレー抽出で平均5.8%ARの放射能が抽出された。

- 5) 未知分解物の構造推定
MS分析及びMS/MS分析より、19.7分の未知分解物をと推定した(図4)。

図4 19.7分未知分解物の推定構造

- 6) 分解速度
① MCPBエチル

一次直線回帰分析により求めた好氣的湛水土壌系におけるMCPBエチルのDT50(半減期)及びDT90を表7に要約する。

分解速度の算出には、非滅菌湛水土壌では1日後までのデータを、滅菌土壌では28日後までのデータを用いた。

表7 好氣的土壌におけるMCPBエチルのDT50及びDT90

試料	速度定数(日 ⁻¹)	DT50	DT90	r ²
好氣的湛水土壌	4.7949	3.5時間	11.5時間	0.9710
滅菌好氣的湛水土壌	0.0874	7.9日	26.4日	0.9913

湛水土壌におけるDT50及びDT90は、好氣的湛水土壌ではそれぞれ3.5及び11.5時間であり、滅菌好氣的湛水土壌ではそれぞれ7.9及び26.4日であった。好氣的湛水土壌条件下で、MCPBエチルは極めて急速に代謝された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

湛水土壤におけるMCPBエチルの減衰曲線を図5及び図6に示す。

DT50 (days) = 0.14 DT50 (hours) = 3.5
 DT90 (days) = 0.48 DT90 (hours) = 11.5

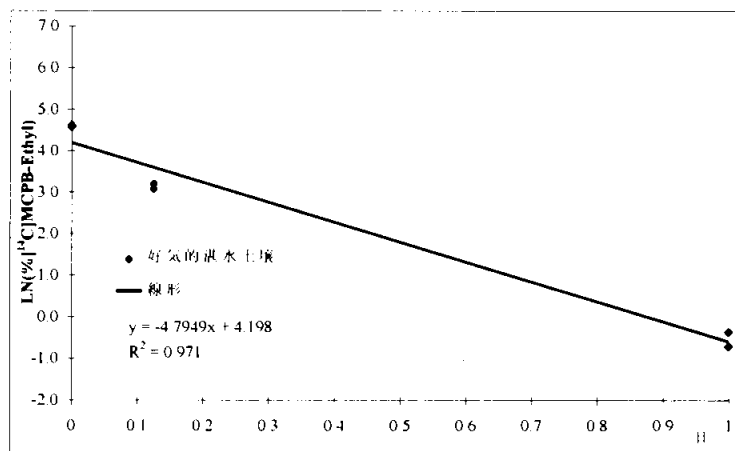


図5 非滅菌好氣的湛水土壤におけるMCPBエチルの減衰

DT50 (days) = 7.9 DT50 (years) = 0.0217
 DT90 (days) = 26.4 DT90 (years) = 0.0722

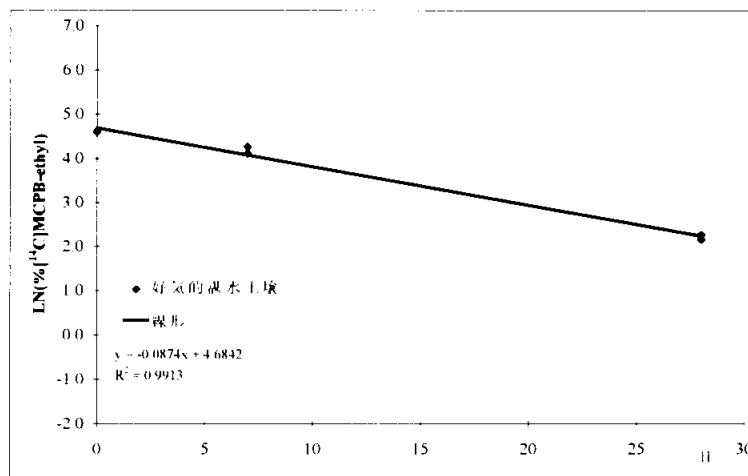


図6 滅菌好氣的湛水土壤におけるMCPBエチルの減衰

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

- ② MCPB酸、MCPA、及び19.7分の単離物
各化合物のDT50及びDT90値を表8に示す。

表8 好氣的湛水土壌におけるMCPB酸、MCPA及びCMPの分解速度

分解生成物	速度定数(日 ⁻¹)	DT50	DT90	r ²
MCPB酸	0.0219	31.6日	105日	0.7459
MCPA	0.0381	18.2日	60日	0.8915
¹⁾	0.0026	267日	886日	0.3790
19.7分 ²⁾	0.0086	81日	268日	0.8284

MCPB酸： 1～60日後までの%AR値を用いた。

MCPA： 14～60日後までの%AR値を用いた。

： 60～180日後までの%AR値を用いた。

19.7分： 120～180日後までの%AR値を用いた。

¹⁾： の好氣的土壌におけるDT50は6.1日であった。

²⁾： MCPAのチオ乳酸抱合体

MCPB酸、MCPA、及び19.7分の単離物の好氣的湛水土壌におけるDT50は、それぞれ、31.6日、18.2日、267日及び81日であった。

7) 推定代謝分解経路

MCPBエチルは好氣的湛水土壌中で極めて急速に代謝され、主としてエチルエステル側鎖の加水分解によりMCPB酸を形成し、次いでベータ酸化によりMCPA(4-chloro-*o*-tolylloxyacetic acid)を形成した。その後、MCPAのフェノール側鎖部分の酢酸の開裂により、の形成が認められた。また、その他にが生成された。さらに分解により無機化して二酸化炭素が、固定化して土壌結合残留物が生成された。

推定分解経路を図7に示す。

一方、滅菌土壌中のMCPBエチルもまた、エチルエステル側鎖の加水分解で分解され、MCPB酸を形成し、次いでベータ酸化によりMCPAを形成した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図7 MCPBエチルの好氣的湛水上壤における推定分解経路

(2) 好氣的土壤中運命試験

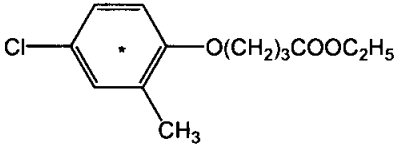
(資料No. 代-6)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 <p>* = ¹⁴C の標識位置</p>
標識化合物名	[¹⁴ C]MCPB-エチル
ロット番号	044K9444
放射化学的純度	
比放射能	51 mCi/mmol

標識位置の選定理由：ベンゼン環(フェニル基)は分子内の最も安定な部位であるため
(申請者註 上記理由は報告書に記載がないが、同機関で実施した一連の代謝・動態試験における標識位置の選択理由であるため、申請者が記載した。)

供試土壌：土壌の物理化学的特性を表1に示す。

土壌は、使用前に2 mmの篩に通した。

表1 供試土壌の物理化学的特性

入手先	埼玉県農林総合研究センター久喜分室 畑地圃場	
採取年月日 / 入手年月日		
pH(水)	6.9	
pH(KCl)	5.7	
pH(CaCl ₂)	6.4	
陽イオン交換容量(cmol _c /kg)	12.8	
有機炭素(腐植)(%)	0.83(1.43)	
最大容水量(%)	63.2	
粘土鉱物	クローライト、アロフェン、 クローライト-パーミキュライト中間鉱物	
粒径、重量%	粗砂(2.0 - 0.2 mm)	4.8
	細砂(0.2 - 0.02 mm)	61.1
	シルト(0.02 - 0.002 mm)	21.4
	粘土(<0.002 mm)	12.7
土性(ISSS分類)	砂壤土	

方 法：試験は非滅菌土壌及び滅菌土壌を用いた試験系で行った。

施用濃度；0.4 ppm(最大慣行施用量400 g a. i./haに基づく)

施用液；16 µg/35 µL [¹⁴C]MCPBエチル/アセトニトリル溶液

施用方法；施用液35 µLを、各容器の土壌(40 g乾土相当)に添加し、攪拌して均一化した。添加後直ちに揮発物質捕集液を接続した。

実際施用量；0.432 ppm

インキュベーション；25±2℃の暗所

採取時期；

非滅菌土壌試験系	土壌：施用直後、3時間(0.125日)後、1、3、7、14、30及び60日後
	揮発性物質捕集液：1、3、7、14、30及び60日後
滅菌土壌試験系	土壌：施用直後、3、7及び30日後

土壌試料の調製；

A. 非滅菌土壌試験系

プラスチック広口瓶に40 g乾土相当の土壌(厚さ1.75 cm)を入れ、土壌水分量を最大容水量の50%に調整した。施用前2週間の平衡化(25±2℃、暗所)期間及び施用後の試験期間にCO₂フリーの加湿空気を通気した。

試験期間中、必要に応じて土壌水分量の調整を行なった。

装置の概要を図1に示す。

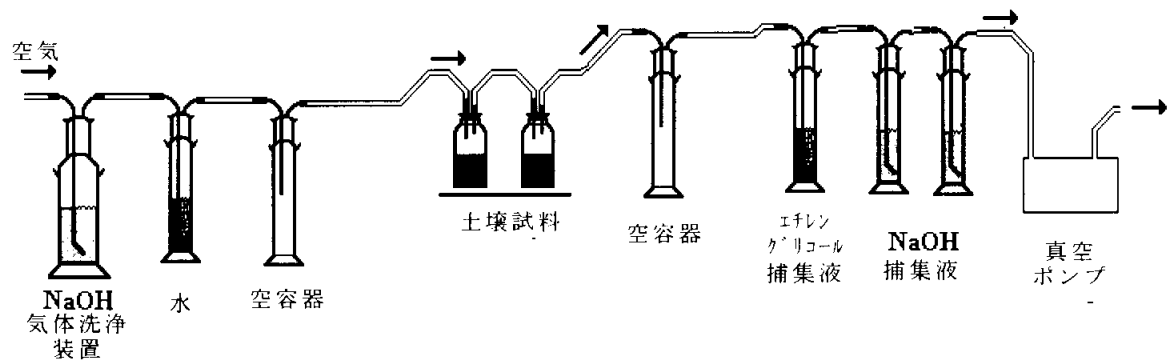


図1 通気及び捕集装置の概要

B. 滅菌土壌試験系

プラスチック広口瓶に40 g乾土相当の土壌(厚さ3 cm)を入れ、綿栓をして施用前の3日間、1日1回オートクレーブで滅菌処理した後、土壌水分量を最大容水量の50%に調整した。

揮発性成分採取用の捕集液は接続しなかった。

試験期間中、必要に応じて土壌水分量の調整を行なった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

分析方法；土壌試料を採取後、図2に示す抽出操作を行い、分析に供した。

非滅菌土壌60日後試料は、未抽出性残留放射能のソックスレー抽出による追加抽出後、図3の分析操作により腐植をヒューミン、フミン酸及びフルボ酸に分画して特徴付けを行った。

図3 土壌腐植の分画

非滅菌土壌の揮発性放射能捕集液は、1日後以降の各採取時点で採取し、LSC分析した。各分析時点で捕集液を新鮮溶液に交換した。

CO₂の確認；水酸化ナトリウム溶液に塩化バリウムを加え、Ba¹⁴CO₃が生成することにより確認した。

分解物の単離及び同定；抽出試料をHPLCクロマトグラフィーで単離・精製した。

分解物は参照標準品と抽出液及び/または精製した分解物とのHPLC及びTLCクロマトグラフィーに基づき同定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

半減期の推定；以下の式を用いて、化合物のDT50及びDT90を推定した。

$$\ln (C/C_0) = -k * t$$

$$\text{または} \ln (C) = -k * t + \ln (C_0)$$

ここで C：任意の時間における土壌中の化合物濃度

C₀：0時点での化合物濃度

k：速度定数

t：日単位の時間

結 果：

1) 土壌の微生物活性

総プレート計数分析による土壌の微生物活性の測定から、0日後及び60日後の土壌における活性微生物群の存在が明らかとなった。また、試験期間に微生物バイオマスの減少はみられなかった。

2) 物質収支

[¹⁴C]MCPBエチルの物質収支を表2に示す。非滅菌土壌及び滅菌土壌でそれぞれ施用放射能の91.6～105.2%AR及び96.9～100.9%ARであった。

表2 [¹⁴C]MCPBエチル処理好氣的土壌における物質収支

試料	採取時点 (日)	回収率 (%AR)		平均 (%AR)	総平均 (%AR)
非滅菌土壌	0	97.8	99.4	98.6	98.1
	0.125	95.8	95.3	95.6	
	1	100.2	100.1	100.2	
	3	93.3	91.6	92.5	
	7	99.5	100.4	100.0	
	14	97.7	94.8	96.3	
	30	96.2	97.3	96.7	
	60	104.5	105.2	104.9	
滅菌土壌	0	100.9	97.1	99.0	97.9
	3	99.1	97.8	98.4	
	7	96.9	96.9	96.9	
	30	97.1	97.3	97.2	

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

3) 分布

[¹⁴C]MCPBエチル処理土壌における放射能の分布を表3に示す。

表3 [¹⁴C]MCPBエチル処理好気土壌における放射能分布(2反復の平均)

試料		施用放射能(%AR)					ppm				
滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	抽出液	未抽出性 残留物	CO ₂	揮発性 有機物	総回収	抽出液	未抽出性 残留物	CO ₂	揮発性 有機物	総回収
非滅菌	0	95.4	3.2	na	na	98.6	0.412	0.014	na	na	0.426
	0.125	90.0	5.6	na	na	95.6	0.389	0.024	na	na	0.413
	1	62.6	22.0	15.6	<0.1	100.2	0.270	0.095	0.067	<0.001	0.432
	3	27.8	32.0	32.6	<0.1	92.5	0.120	0.138	0.141	<0.001	0.399
	7	18.1	41.6	40.2	0.1	100.0	0.078	0.180	0.174	<0.001	0.432
	14	15.0	30.0	51.1	0.1	96.3	0.065	0.130	0.221	<0.001	0.416
	30	10.5	24.8	61.3	0.1	96.7	0.045	0.107	0.265	<0.001	0.418
60	10.0	29.5	65.3	0.1	104.9	0.043	0.127	0.282	<0.001	0.453	
滅菌	0	96.8	2.2	na	na	99.0	0.418	0.010	na	na	0.428
	3	95.9	2.6	na	na	98.4	0.414	0.011	na	na	0.425
	7	95.7	1.2	na	na	96.9	0.413	0.005	na	na	0.418
	30	93.4	3.8	na	na	97.2	0.403	0.016	na	na	0.420

na : 適用なし

A. 非滅菌土壌

抽出性放射能は0日の95.4%ARから3日後には27.8%ARと減少し、60日後では10%ARとなった。未抽出性残留物は0日の3.2%ARから7日後には最大41.6%ARに増加し、60日後には29.5%ARと減少した。¹⁴CO₂は1日後に15.6%ARが検出され、試験期間中徐々に増加して60日後には最大で65.3%ARに達した。また、微量の放射能(0.1%AR)が7日後以降の揮発性有機物捕集液に検出された。

B. 滅菌土壌

抽出性放射能は0日では96.8%ARであり、30日後においても93.4%が抽出された。未抽出性残留物は0日の2.2%ARから30日後には最大3.8%ARに増加した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4) 抽出性放射能の分布

土壌抽出液中のMCPBエチル及び分解生成物の分布を表4に示す。

A. 非滅菌土壌

表4-1 非滅菌土壌におけるMCPBエチル及び分解生成物の分布(2反復の平均)

試料		施用放射能%(%AR)						ppm					
滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA		極性 領域	その他	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA		極性 領域	その他
非滅菌	0	91.7	1.7	nd	nd	nd	2.0	0.396	0.008	nd	nd	nd	0.008
	0.125	4.8	71.1	7.4	1.5	nd	5.1	0.021	0.307	0.032	0.007	nd	0.022
	1	0.1	23.0	29.4	2.0	nd	8.1	0.001	0.099	0.127	0.009	nd	0.035
	3	0.1	3.3	19.3	1.4	2.7	0.9	<0.001	0.014	0.083	0.006	0.012	0.004
	7	nd	2.7	7.1	0.9	6.1	1.4	nd	0.011	0.031	0.004	0.026	0.006
	14	nd	1.2	2.6	0.2	5.3	5.6	nd	0.005	0.011	0.001	0.023	0.024
	30	nd	1.5	0.8	nd	3.8	4.4	nd	0.007	0.003	nd	0.017	0.019
	60	0.3	0.9	nd	nd	4.2	4.5	0.001	0.004	nd	nd	0.019	0.019

nd: 検出せず

MCPBエチルは0日の91.7%ARから3時間後には4.8%ARと急速に減少し、1日後には0.5%AR未満となった。主要土壌分解生成物のMCPB酸は3時間後に最大71.1%ARが検出され、1日後には23.0%ARと急速に減少し、3日後には5%AR未満となった。また、MCPAも3時間後に7.4%ARが検出され、1日後には最大29.4%ARに増加し、14日後には5%AR未満に減少した。土壌の抽出画分には、他の顕著な分解生成物は認められなかった。複数の成分から成る極性領域は7日後に最大6.1%ARであり、60日後には4.2%ARに減少した。他の各成分はすべて4%AR未満であった。また、も検出され、1日後には2.0%ARであったが、14日後には0.2%ARに減少した。

B. 滅菌土壌

表4-2 滅菌土壌におけるMCPBエチル及び分解生成物の分布(2反復の平均)

試料		施用放射能%(%AR)					ppm				
滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA	極性 領域	その他	MCPB エチル	MCPB酸	MCPA	極性 領域	その他
滅菌	0	94.4	0.4	nd	nd	1.9	0.408	0.002	nd	nd	0.008
	3	57.2	37.2	nd	nd	1.4	0.247	0.161	nd	nd	0.006
	7	42.0	48.9	nd	2.0	2.8	0.181	0.211	nd	0.009	0.012
	30	14.6	78.0	nd	nd	0.8	0.063	0.337	nd	nd	0.003

nd: 検出せず

MCPBエチルは0日の94.4%ARから3日後には57.2%ARと穏やかに減少し、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

30日後には14.6%ARが認められた。滅菌土壌抽出液中の分解生成物はMCPB酸のみであり、30日後に最大で78.0%ARが検出された。他の各成分はすべて4%AR未満であった。

- 5) 分解生成物の同定及び/または特徴付け
参照標準品とのHPLC及びTLCクロマトグラフィーにより、同定及び/または特徴付けされたのはMCPBエチル、MCPB酸及びMCPAであった。
- 6) 未抽出性残留物の特徴付け(非滅菌土壌60日後試料)
結果を表5に示す。

表5 未抽出性残留物の特徴付け(単位：%AR)

PES	ソックスレー抽出	フルボ酸	フミン酸	ヒューミン	その他
60日後試料	1.1	11.9	5.8	7.1	3.1
	1.2	11.8	6.5	6.5	5.4

その他：操作の最終時点で確定されなかった放射能

ソックスレー抽出による抽出放射能は少量(1.2%AR)であった。

7) 分解速度

① MCPBエチル

好氣的土壌中のMCPBエチルのDT50(半減期)及びDT90を表6に要約する。

分解速度の算出には、非滅菌土壌では3時間後までのデータを、滅菌土壌では30日後までのデータを用いた。

表6 好氣的土壌におけるMCPBエチルのDT50及びDT90

試料	速度定数(日^{-1})	DT50	DT90	r^2
好氣的土壌	23.551	0.7時間	2.3時間	0.9992
滅菌好氣的土壌	0.0578	12.0日	39.8日	0.9072

DT50(半減期)は、非滅菌土壌及び滅菌土壌でそれぞれ0.7時間及び12.0日であった。DT90は、非滅菌土壌及び滅菌土壌でそれぞれ2.3時間及び39.8日であった。MCPBエチルは極めて急速に分解され、好氣的土壌中から速やかに消失した。

MCPBエチルの減衰曲線を図4及び図5に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

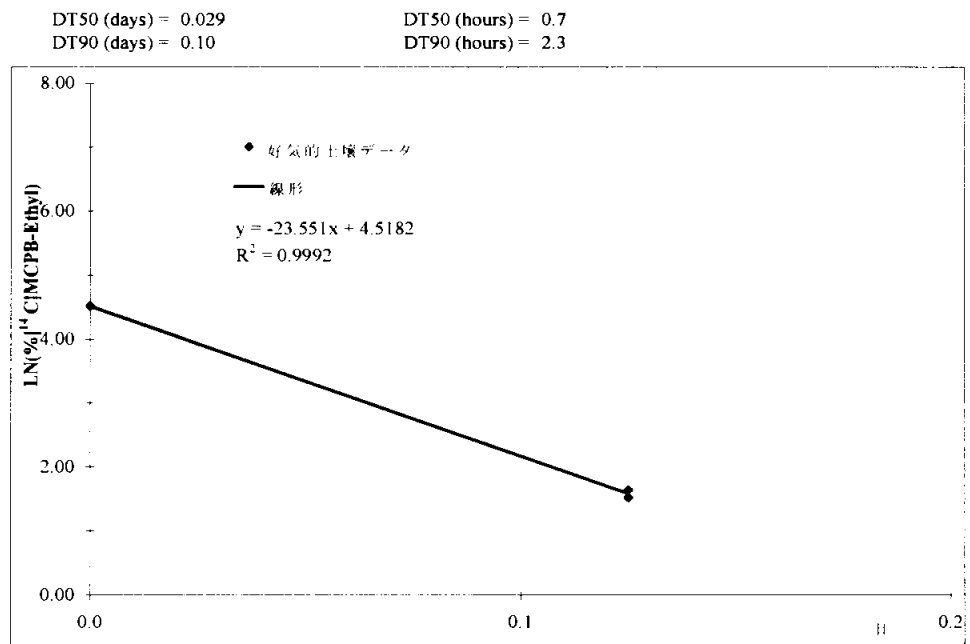


図4 非滅菌好気的土壌におけるMCPBエチルの減衰

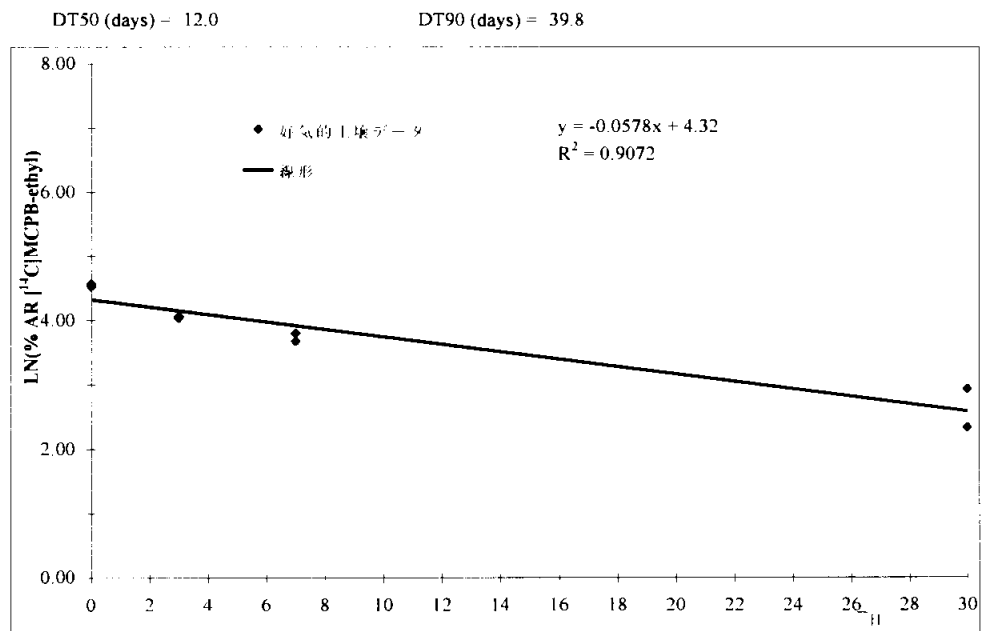


図5 滅菌好気的土壌におけるMCPBエチルの減衰

② MCPB酸、MCPA及び

非滅菌土壌におけるMCPB酸、MCPA及び のDT50及びDT90を表7に要約する。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表7 好氣的土壤におけるMCPB酸、MCPA及びCMPの分解速度

分解生成物	速度定数(日 ⁻¹)	DT50	DT90	r ²
MCPB酸	1.0475	15.9時間	2.2日	0.9684
MCPA	0.1859	3.7日	12.4日	0.9391
	0.1127	6.1日	20.4日	0.3592

MCPB酸： 3時間～3日後までの%AR値を用いた。

MCPA： 1～14日後までの%AR値を用いた。

： 1～7日後までの%AR値を用いた。

MCPB酸、MCPA及び のDT50はそれぞれ15.9時間、3.7日及び6.1日であった。

8) 推定代謝分解経路

MCPBエチルは好氣的土壤中極めて急速に代謝され、主としてエチルエステル側鎖の加水分解によりMCPB酸を形成し、次いでベータ酸化によりMCPA(4-chloro-*o*-tolylloxyacetic acid)を形成する。さらに分解により、無機化して二酸化炭素を、固定化して土壤結合残留物を生成した。推定分解経路を図6に示す。

図6 MCPBエチルの好氣的土壤における推定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4. 水中運命に関する試験

(1) 加水分解運命試験

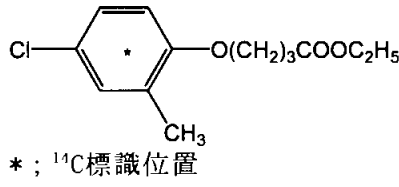
(資料 No. 代-7)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：2005年

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 <p>* ; ¹⁴C標識位置</p>
略称	[¹⁴ C]MCPBエチル
ロット番号	
放射化学的純度	
比放射能	

標識位置の選定理由：

(申請者註

)

試験方法：pH 4.0、7.0及び9.0の緩衝液中における加水分解性試験において、MCPBエチルの半減期がpH 4.0では1年以上であることが報告されているため、農林水産省ガイドラインに従い、pH 7.0及び9.0緩衝液を用いて25±1℃で試験した。

供試水溶液；

pH 7.0及びpH 9.0の緩衝液を以下の方法により調製し、窒素ガスを5分間通気して緩衝液中の溶存酸素を除去し、0.2 μmのフィルターでろ過滅菌した。

1) 0.05 M pH 7.0緩衝液：

0.1 Mリン酸二水素カリウム溶液500 mL及び0.1 M水酸化ナトリウム溶液296 mLを混合し、HPLC用水で1000 mLとした。1.0 N塩酸あるいは水酸化ナトリウムでpH調整を行い、0.05 M pH 7.0(±0.1)のリン酸緩衝液を調製した。

2) 0.05 M pH 9.0緩衝液：

0.1 Mホウ酸/0.1 M塩化カリウム溶液約500 mLと0.1 M水酸化ナトリウム溶液213 mLを混合し、HPLC用水で1000 mLとした。1.0 N塩酸あるいは水酸化ナトリウムでpH調整を行い、0.05 M pH 9.0(±0.1)のホウ酸緩衝液を調製した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

試験溶液の調製；

滅菌ガラス容器に入れた各緩衝液4 mLに ^{14}C MCPBエチルの濃度が約1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるよう4.06 $\mu\text{g}/$ を34 μL 添加し、試験溶液を調製した(添加直後の実測濃度は1.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

試験濃度(約1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)はMCPBエチルの水溶解度(3.64 mg/L、20°C)の1/2以下であり、 は1%未満であった。

試験容器はネジ口蓋をして分析時までインキュベートした。

インキュベーション条件；

暗所、25 \pm 1°Cで最長30日間インキュベートした。

試料採取；

各pHの緩衝液試料につき、添加直後(0日)、添加1、3、7、14、21及び30日後の7時点で2試料を採取した。

分析方法；採取試験溶液をメスフラスコに移し、試験容器を で洗浄後、試験溶液と洗浄液を合わせて定容とし、その一部をLSC及びHPLCで分析した。

滅菌状態の確認；0日及び30日後の試験溶液を用いて、微生物培養法により微生物の生育の有無を確認した。

pHの確認；被験物質添加前の各緩衝液及び30日後の試験溶液でpHを測定し、確認した。

分解物の特徴付けと同定；試料と参照標品とのHPLCクロマトグラフィー及びTLCクロマトグラフィーにより同定した。

半減期の算定；緩衝液中のMCPBエチルの放射能を添加放射能に対する割合(%AR)を基つき、以下の式を用いて半減期を算出した。

$$\ln(C/C_0) = -K * t$$

$$\text{または} \ln(C) = -K * t + \ln(C_0)$$

ここで C：任意の時間における水中の被験物質濃度

C₀：0時点での被験物質濃度

K：速度定数

t：日単位の時間

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

結 果：

1) 滅菌状態の確認

0日及び30日後の試料で滅菌性を確認し、試験期間中、滅菌状態が維持されていたことが確認された。

2) pHの確認

被験物質添加前及び30日後試料のpHを確認した。pH 7.0及びpH 9.0の滅菌緩衝液のpHは、添加前はそれぞれ7.0及び9.0であり、30日後ではそれぞれ7.0及び9.0であった。

3) 分布及び分解

① 物質収支

各試験溶液の放射能回収率の総平均及び各採取時点における放射能回収率の範囲を、添加放射能に対する割合(%AR)として表1に示す。

表1 平均放射能回収率及び放射能回収率の範囲

	放射能回収率(%AR)	
	総平均	範囲
pH 7.0	98.6	92.7 - 102.4
pH 9.0	102.8	96.4 - 106.4

試験期間を通して、pH 7.0及びpH 9.0加水分解試料の¹⁴C回収率は92.7～106.4%であった。

② pH 7.0滅菌緩衝液中の放射能の分布

各採取時点におけるMCPBエチル及び分解物の分布を、添加放射能に対する割合(%AR)及び濃度(ppm)として、表2及び図1に示す。

pH 7.0滅菌緩衝液中のMCPBエチルは、0日の99.7%ARから14日後には94.2%ARに減少したが、30日後でも92.8%ARが残存していた。

pH 7.0滅菌緩衝液中には、少量の加水分解物として30日後に最大4.0%ARのMCPB酸が認められた。その他、検出された放射能は、個々には1.8%AR未満であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表2 pH 7.0滅菌緩衝液における放射能の分布(2反復の平均)

インキュベーション期間 (日)	試験溶液中放射能			回収 ¹⁴ C
	MCPBエチル	MCPB酸	その他	
	(%AR)			
0	99.7	nd	1.7	101.4
1	93.2	0.5	1.6	95.2
3	96.4	0.1	2.7	99.1
7	96.1	1.2	1.6	98.9
14	94.2	2.1	1.6	97.9
21	94.6	2.8	1.8	99.2
30	92.8	4.0	1.9	98.6
	(ppm)			
0	1.011	nd	0.017	1.028
1	0.945	0.005	0.016	0.966
3	0.977	0.001	0.027	1.005
7	0.974	0.012	0.016	1.003
14	0.955	0.021	0.016	0.993
21	0.959	0.028	0.018	1.006
30	0.941	0.041	0.019	1.000

その他の個々の成分はすべて1.8%AR(0.018 ppm)未満
nd: 検出せず

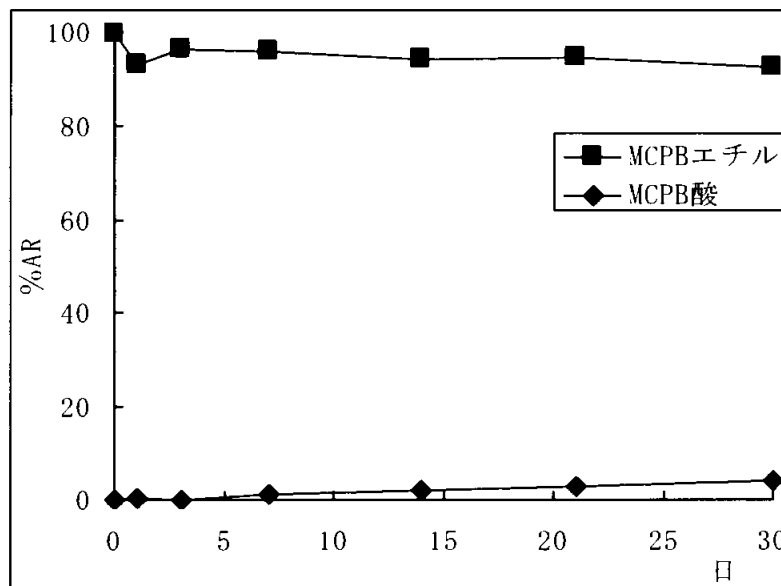


図1 pH 7.0滅菌緩衝液における放射能分布の経時変化(%AR)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

③ pH 9.0緩衝液中の放射能の分布

各採取時点におけるMCPBエチル及び分解物の分布を、施用放射エネルギーに対する割合(%AR)及び濃度(ppm)として表3及び図2に示す。

pH 9.0滅菌加水分解試料中のMCPBエチルは、0日の97.8%ARから7日後に32.2%ARに減少し、30日後では2%AR未満であった。

pH 9.0滅菌緩衝液中の主要加水分解物として、添加30日後に最大103.0%ARのMCPBが認められた。その他に検出された放射能は、個々には施用放射エネルギーの1.5%未満であった。

表3 pH 9.0滅菌緩衝液における放射能の分布(2反復の平均)

インキュベーション期間 (日)	試験溶液中放射能			回収 ¹⁴ C
	MCPB-エチル	MCPB	その他	
	(%AR)			
0	97.8	1.6	1.9	101.3
1	81.7	15.2	1.5	98.4
3	62.8	38.4	0.9	101.9
7	32.2	70.0	0.0	102.2
14	10.3	93.8	1.2	105.1
21	3.6	101.1	0.9	105.5
30	1.1	103.0	1.3	105.4
	(ppm)			
0	0.992	0.016	0.019	1.027
1	0.828	0.154	0.015	0.997
3	0.636	0.389	0.009	1.034
7	0.327	0.709	nd	1.036
14	0.104	0.951	0.012	1.066
21	0.036	1.025	0.009	1.070
30	0.011	1.044	0.013	1.069

その他の個々の成分はすべて1.5%AR(0.015 ppm)未満

nd: 検出せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

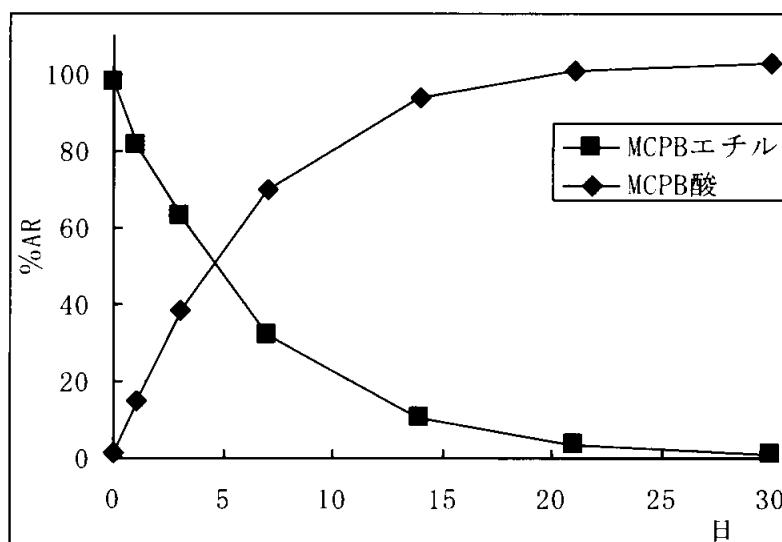


図2 pH 9.0滅菌緩衝液における放射能分布の経時変化(%AR)

4) 分解物の同定

[¹⁴C]MCPBエチル及び[¹⁴C]MCPBの同一性は、非標識体参照標品(MCPBエチル及びMCPB酸)と加水分解試料とのHPLCコクロマトグラフィー及び2次元 TLCコクロマトグラフィーにより確認された。

5) 推定半減期

pH 7.0及びpH 9.0滅菌緩衝液試料の30日後までの全データを用いて、MCPBエチルについて一次反応の直線回帰分析を実施した。

本試験の加水分解条件下におけるMCPBエチルのDT₅₀値(半減期)及びDT₉₀値を以下の表に要約する。

pH	速度定数(日 ⁻¹)	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)	R ²
7.0	0.0013	533	1772	0.248
9.0	0.1546	4.5	14.9	0.992

pH 7.0及び9.0滅菌緩衝液中のMCPBエチルの半減期は、それぞれ533日及び4.5日であった。

6) 推定加水解経路

滅菌加水分解条件下で、pH 7.0では緩やかな、pH 9.0では速やかなMCPBエチルの分解が認められた。主要加水分解物MCPB酸は、MCPBエチルのエチルエステルの開裂により直接形成する。推定分解経路を図3に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

図3 pH 7.0及びpH 9.0滅菌緩衝液中のMCPBエチルの推定加水分解経路

以上の結果から、水中のMCPBエチルは、pH 9.0で顕著に、pH 7.0ではある程度、非生物的に加水分解されることが予測される。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

(2) 水中光分解運命試験

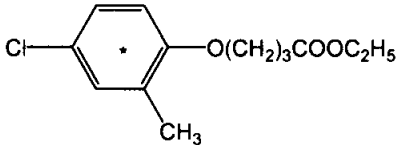
(資料 No. 代-8)

試験機関：

[GLP対応]

報告書作成年：2005年

供試標識化合物：

化学名	Ethyl 4-(4-chloro- <i>o</i> -tolylloxy) butyrate
化学構造	 * = ¹⁴ C の標識位置
標識化合物名	[¹⁴ C]MCPBエチル
ロット番号	
放射化学的純度	
比放射能	

標識位置の選定理由：

(申請者註

)

試験方法：pH 4.0、7.0及び9.0の緩衝液中における加水分解性試験において、MCPBエチルはpH 4.0で最も安定であったため、滅菌自然水及びpH 4.0の滅菌緩衝液を用い、農林水産省のガイドラインに準拠して、25±2℃で試験した。

供試水：

1) 滅菌自然水

0.2 μmのフィルターでろ過滅菌した。滅菌後のpHは6.9であった。

2) 滅菌緩衝液

0.05 M pH 4緩衝液を使用(410 mLの0.05 M酢酸/HPLC用水と90 mLの0.05 M酢酸ナトリウム/HPLC用水を混合して調製し、0.2 μmのフィルターでろ過滅菌した。滅菌後のpHは3.9、伝導率は0.179 mmhos/cm(25℃)であった。

光源：UVフィルター(290 nm以下の光をカット)付きサンテストXLS+、改良型卓上キセノン照射システム、750 Watts/m²

光強度(波長範囲300~400 nm)；

試験開始時；24.46 W/m²

試験終了時；21.13 W/m²

試験期間平均；22.8 W/m²

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

総放射照度；21.7 MJ/m²(11日間)

したがって、東京の春の太陽光への換算係数は、2.931と算出される。

試験容器；試験は次の2種類の滅菌容器を用いて実施した。

- ① 密封石英ガラス容器；照射区及び暗所対照区試料
- ② 揮発性物質捕集装置の接続可能な石英ガラス容器(1個)；照射区試料

被験物質 [14C]MCPBエチルの調製と添加；

各試験区で下表の試験水量を滅菌ガラス容器に入れ、約1.0 µg/mLとなるよう、[14C] MCPBエチル10.5 µg/85 µLアセトニトリル溶液を添加して、試験溶液(実測濃度0.968~1.073 µg/mL)を調製した。

試験容器	試験区	試験水量 (mL)	施用液量 (µL)
密封容器	照射区pH 4滅菌緩衝液あるいは滅菌自然水	10	80
	暗所対照区pH 4滅菌緩衝液	10	80
	暗所対照区滅菌自然水	4	30
揮発性物質 捕集用容器	照射区pH 4滅菌緩衝液あるいは滅菌自然水	50	380

この試験濃度は、MCPBエチルの水溶解度(3.64 mg/L、20°C)の1/2以下であり、アセトニトリル濃度は1%未満である。

揮発性物質の捕集；

試験容器にエチレングリコール捕集液、2個の1N NaOH溶液の入った捕集器を順次接続し、揮発性物質を捕集した。各測定時点で捕集液を回収し、新しい捕集液に交換した。

インキュベーション条件；

照射区：試験容器は光源下、25±2°Cに制御した水を循環させたトレーに置き、11日間照射した。

暗所対照区：25±2°Cの環境制御室内の暗所で11日間インキュベートした。

試料採取；

次の時点で試料を採取した。

試験溶液(照射区) 0、0.08、0.17、0.33、1、3、11日

試験溶液(暗所対照区) 0、0.08、0.17、0.33、1、3、11日

揮発性物質(照射区) 1、3、11日

分析方法；

滅菌性の確認；0日及び11日後の試験溶液を用いて、微生物培養法により微生物の生育の有無を確認した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

pHの確認；被験物質添加前及び11日後の試験溶液でpHを測定した。

試験溶液；採取試験溶液を目盛り付きガラス製遠心管に移し、試験容器をアセトニトリルで洗浄後、試験溶液と洗浄液を合わせて定容とし、その一部をLSC及びHPLCで分析した。分解物の特徴付けと同定は、参照標準品とのHPLCクロマトグラフィー、2次元TLCクロマトグラフィーあるいはLC/MSで行った。

CO₂；水酸化ナトリウム捕集溶液の一部をLSC分析してCO₂を測定した。
¹⁴CO₂の存在は、BaCl₂によりBa¹⁴CO₃の沈殿が生成することで確認した。

半減期の算定；

pH 4滅菌緩衝液中あるいは滅菌自然水中のMCPBエチルの放射能を施用量に対するパーセントで表示し、直線回帰分析より次式を用いて半減期を算出した。

$$\ln(C/C_0) = -K * t$$

$$\text{または} \ln(C) = -K * t + \ln(C_0)$$

ここで C：任意の時間における水中の被験物質濃度

C₀：0時点での被験物質濃度

K：速度定数

t：日単位の時間

結 果：

1) 滅菌状態の維持

0日及び11日後の試料で滅菌性を確認し、試験期間中滅菌状態が維持されていたことが確認された。

2) pHの確認

被験物質添加前及び11日後試料のpHを確認した。滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液のpHは、施用前はそれぞれ6.9及び3.9であり、11日後では照射区及び暗所対照区試料いずれもそれぞれ7.7及び4.0であった。

3) 分布及び分解物

① 物質収支

表1に放射能の物質収支を0日の添加放射能に対する回収率(%AR)で示す。

表1 放射能の物質収支

	物質収支(%AR)	
	平均	範囲
照射区滅菌自然水	99.2	92.5 - 107.5
照射区pH 4滅菌緩衝液	97.8	93.2 - 106.4
暗所対照区滅菌自然水	95.4	92.2 - 104.3
暗所対照区pH 4滅菌緩衝液	97.1	92.4 - 103.7

試験期間中の照射区試料及び暗所対照区試料における総¹⁴C回収率は、92.2～107.5%ARであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

② 放射能の分布

MCPBエチルを施用した各試験系における放射能の分布を、添加放射能に対する割合(%AR)及び濃度(ppm)としてそれぞれ表2及び表3に示す。

表2 滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液における放射能の分布(%AR)

インキュベーション期間(日)	試験溶液中放射能(%AR)										
	滅菌自然水					pH 4滅菌緩衝液					
	水溶液	¹⁴ C ₂	揮発物質	計	平均	水溶液	¹⁴ C ₂	揮発物質	計	平均	
照射区	0	96.8	na	na	96.8	100.6	99.6	na	na	99.6	96.4
		104.3	na	na	104.3		93.2	na	na	93.2	
	0.08	97.8	na	na	97.8	95.3	98.5	na	na	98.5	98.2
		92.7	na	na	92.7		97.8	na	na	97.8	
	0.17	97.1	na	na	97.1	96.3	99.7	na	na	99.7	99.3
		95.5	na	na	95.5		98.8	na	na	98.8	
	0.33	92.5	na	na	92.5	96.4	99.0	na	na	99.0	98.8
		100.2	na	na	100.2		98.6	na	na	98.6	
	1	92.9	0.5	2.3	95.7	95.5	95.1	1.5	0.1	96.7	96.8
		92.4	0.5	2.3	95.2		95.3	1.5	0.1	96.9	
	3	93.1	12.0	2.4	107.5	105.9	86.1	9.3	0.2	95.6	101.0
		89.9	12.0	2.4	104.3		96.9	9.3	0.2	106.4	
	11	80.6	21.4	2.5	104.5	104.3	70.6	22.7	0.4	93.7	94.3
		80.2	21.4	2.5	104.1		71.7	22.7	0.4	94.8	
暗所対照区	0	96.8	na	na	96.8	100.6	99.6	na	na	99.6	96.4
		104.3	na	na	104.3		93.2	na	na	93.2	
	0.08	93.7	na	na	93.7	93.0	96.6	na	na	96.6	97.1
		92.3	na	na	92.3		97.6	na	na	97.6	
	0.17	92.2	na	na	92.2	93.2	96.9	na	na	96.9	97.8
		94.1	na	na	94.1		98.7	na	na	98.7	
	0.33	94.3	na	na	94.3	94.2	97.2	na	na	97.2	96.5
		94.0	na	na	94.0		95.8	na	na	95.8	
	1	95.6	na	na	95.6	94.6	96.6	na	na	96.6	100.2
		93.6	na	na	93.6		103.7	na	na	103.7	
	3	97.3	na	na	97.3	95.7	96.4	na	na	96.4	97.6
		94.1	na	na	94.1		98.7	na	na	98.7	
	11	97.6	na	na	97.6	96.9	95.9	na	na	95.9	94.1
		96.1	na	na	96.1		92.4	na	na	92.4	

na : 適用なし

申請者注 : 0.08日 = 2時間, 0.17日 = 4時間, 0.33日 = 8時間

照射区滅菌自然水試料及び照射区pH 4滅菌緩衝液試料の11日後に、それぞれ21.4及び22.7%ARの¹⁴C₂が生成した。揮発性有機化合物捕集液に検出された¹⁴C量は僅かであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表3 滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液における放射能の分布 (ppm)

インキュベーション 期間 (日)	試験溶液中放射能 (ppm)											
	滅菌自然水					pH 4滅菌緩衝液						
	水溶液	¹⁴ CO ₂	揮発物質	計	平均	水溶液	¹⁴ CO ₂	揮発物質	計	平均		
照射区	0	1.021	na	na	1.021	1.060	1.050	na	na	1.050	1.016	
		1.099	na	na	1.099		0.982	na	na	0.982		
	0.08	1.031	na	na	1.031	1.004	1.039	na	na	1.039	1.036	
		0.977	na	na	0.977		1.032	na	na	1.032		
	0.17	1.024	na	na	1.024	1.016	1.051	na	na	1.051	1.047	
		1.007	na	na	1.007		na	na	1.042			
	0.33	0.975	na	na	0.975	1.016	1.044	na	na	1.044	1.042	
		1.057	na	na	1.057		1.040	na	na	1.040		
	1	0.980	0.005	0.024	1.010	1.007	1.002	0.016	0.001	1.019	1.020	
		0.974	0.005	0.024	1.004		1.005	0.016	0.001	1.022		
	3	0.982	0.126	0.025	1.134	1.117	0.908	0.098	0.002	1.008	1.065	
		0.948	0.126	0.025	1.100		1.022	0.098	0.002	1.122		
	11	0.850	0.226	0.026	1.102	1.100	0.745	0.239	0.004	0.988	0.994	
		0.846	0.226	0.026	1.098		0.756	0.239	0.004	0.999		
	暗所対照区	0	1.021	na	na	1.021	1.060	1.050	na	na	1.050	1.016
			1.099	na	na	1.099		0.982	na	na	0.982	
		0.08	0.988	na	na	0.988	0.981	1.019	na	na	1.019	1.024
			0.973	na	na	0.973		1.029	na	na	1.029	
0.17		0.972	na	na	0.972	0.982	1.022	na	na	1.022	1.031	
		0.992	na	na	0.992		1.040	na	na	1.040		
0.33		0.994	na	na	0.994	0.993	1.025	na	na	1.025	1.018	
		0.991	na	na	0.991		1.010	na	na	1.010		
1		1.008	na	na	1.008	0.997	1.019	na	na	1.019	1.056	
		0.986	na	na	0.986		1.094	na	na	1.094		
3		1.025	na	na	1.025	1.009	1.017	na	na	1.017	1.029	
		0.992	na	na	0.992		1.041	na	na	1.041		
11		1.029	na	na	1.029	1.021	1.011	na	na	1.011	0.993	
		1.014	na	na	1.014		0.974	na	na	0.974		

na : 適用なし

申請者注 : 0.08日 = 2時間, 0.17日 = 4時間, 0.33日 = 8時間

③ 試験水溶液中の放射能の分布

各試験水溶液におけるMCPBエチル及び分解物の分布を、処理放射エネルギーに対する割合(%AR)及び濃度(ppm)として表4に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

表4 滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液における放射能の分布(2反復の平均, 上段:%AR/下段:ppm)

インキュベーション 期間 (日)	滅菌自然水								pH 4滅菌緩衝液										
	MCPB エチル	極性 区域	HPLC保持時間					MCPB エチル	その他	MCPB エチル	極性 区域	HPLC保持時間					MCPB エチル	その他	
			17.6分	23.9分	24.7分	31.5分	33.5分					17.6分	23.9分	24.7分	31.5分	33.5分			
試験水溶液中放射能(%AR)																			
照射区	0	98.3	nd	nd	nd	nd	nd	nd	---	2.2	94.3	nd	nd	nd	nd	nd	nd	---	2.1
	0.08	67.7	nd	nd	nd	24.2	nd	nd	---	3.3	69.1	nd	nd	nd	26.8	nd	nd	---	2.3
	0.17	51.3	nd	nd	nd	40.9	nd	nd	---	4.0	45.6	nd	0.2	nd	48.2	0.6	0.5	---	4.1
	0.33	37.8	1.4	2.1	2.2	43.4	0.3	nd	---	9.2	31.8	0.4	1.4	nd	58.4	0.8	1.0	---	5.0
	1	4.7	18.2	16.2	7.7	30.3	1.5	nd	---	14.1	3.4	2.8	7.3	nd	61.6	6.0	5.0	---	9.2
	3	nd	50.2	16.1	4.3	4.3	nd	1.9	---	14.8	0.2	17.3	17.5	nd	30.1	5.0	2.1	---	19.3
	11	nd	60.4	14.6	nd	nd	nd	nd	---	5.4	nd	31.3	20.2	nd	nd	0.1	5.2	---	14.4
暗所対照区	0	98.3	---	---	---	---	---	---	0.2	2.0	94.3	---	---	---	---	---	---	0.4	1.7
	0.08	82.1	---	---	---	---	---	---	9.2	nd	95.7	---	---	---	---	---	---	0.2	1.2
	0.17	81.0	---	---	---	---	---	---	11.2	nd	96.2	---	---	---	---	---	---	nd	1.5
	0.33	70.6	---	---	---	---	---	---	22.1	0.2	93.6	---	---	---	---	---	---	0.2	2.7
	1	39.2	---	---	---	---	---	---	53.9	nd	97.9	---	---	---	---	---	---	nd	2.3
	3	5.0	---	---	---	---	---	---	89.8	0.9	94.8	---	---	---	---	---	---	0.7	2.1
	11	0.1	---	---	---	---	---	---	94.9	1.9	90.7	---	---	---	---	---	---	1.0	2.4
試験水溶液中放射能(ppm)																			
照射区	0	1.036	nd	nd	nd	nd	nd	nd	---	0.023	0.994	nd	nd	nd	nd	nd	nd	---	0.022
	0.08	0.714	nd	nd	nd	0.255	nd	nd	---	0.035	0.728	nd	nd	nd	0.282	nd	nd	---	0.025
	0.17	0.541	nd	<0.001	nd	0.431	nd	nd	---	0.043	0.480	nd	0.003	nd	0.508	0.007	0.006	---	0.043
	0.33	0.398	0.016	0.022	0.023	0.457	0.003	nd	---	0.097	0.335	0.003	0.015	nd	0.616	0.009	0.010	---	0.053
	1	0.050	0.191	0.171	0.081	0.320	0.016	nd	---	0.148	0.036	0.030	0.077	nd	0.649	0.063	0.052	---	0.097
	3	nd	0.529	0.170	0.045	0.046	nd	0.020	---	0.156	0.002	0.182	0.185	nd	0.317	0.053	0.023	---	0.203
	11	nd	0.636	0.154	nd	nd	nd	nd	---	0.057	nd	0.330	0.213	nd	nd	0.001	0.054	---	0.152
暗所対照区	0	1.036	---	---	---	---	---	---	0.002	0.021	0.994	---	---	---	---	---	---	0.004	0.018
	0.08	0.865	---	---	---	---	---	---	0.097	nd	1.009	---	---	---	---	---	---	0.002	0.012
	0.17	0.854	---	---	---	---	---	---	0.118	nd	1.014	---	---	---	---	---	---	0.000	0.016
	0.33	0.744	---	---	---	---	---	---	0.233	0.002	0.987	---	---	---	---	---	---	0.002	0.028
	1	0.413	---	---	---	---	---	---	0.568	nd	1.032	---	---	---	---	---	---	0.000	0.024
	3	0.052	---	---	---	---	---	---	0.946	0.010	0.999	---	---	---	---	---	---	0.008	0.022
	11	0.001	---	---	---	---	---	---	1.000	0.020	0.956	---	---	---	---	---	---	0.010	0.026

照射区: その他成分は全て5%または0.05 ppm未満 暗所対照区: その他成分は全て2%または0.02 ppm未満

---: 個別データはなくその他に含まれる, nd: 検出せず

申請者注: 0.08日=2時間, 0.17日=4時間, 0.33日=8時間

① 照射区滅菌自然水中の放射能の分布

MCPBエチルは、0日の98.3%ARから4時間後に51.3%ARに減少し、1日後試料では5%未満であった。保持時間約17.6分及び23.9分の分解物は、1日後にそれぞれ最大16.2%AR及び7.7%ARが認められた。保持時間約24.7分の分解物は8時間後に最大43.4%ARが認められた。保持時間23.9分の分解物及び約24.7分の分解物は、11日後には検出されなかった。光分解生成物が保持時間31.5及び33.5分に検出され、全時点で10%AR未満であった。多成分からなる極性区域は11日後に最大で60.4%ARであった。

② 照射区pH 4滅菌緩衝液中の放射能の分布

MCPBエチルは、0日の94.3%ARから4時間後に45.6%ARに減少し、1日後試料では5%未満であった。保持時間約17.6分の分解物は11日後に最大20.2%ARが認められた。保持時間約24.7分の分解物は、1日後に最大61.6%ARが認められ、11日後にはHPLCの検出限界以下に減少した。31.5及び33.5分の光分解生成物は全時点で10%AR未満であった。多成分からなる極性区域は11日後に最大で31.3%ARであった。

③ 暗所対照区滅菌自然水中の放射能の分布

MCPBエチルは、0日の98.3%ARから1日後に39.2%ARに減少し、11日後には1%未満であった。主要分解物はMCPB酸であり、11日後に最大で94.9%ARであった。

④ 暗所対照区pH 4滅菌緩衝液中の放射能の分布

MCPBエチルは、0日の94.3%ARから11日後の90.7%に減少した。主要分解物はMCPB酸であり、11日後に最大で1.0%ARであった。

4) MCPBエチル及びMCPBの同定

[¹⁴C]MCPBエチル及び[¹⁴C]MCPBの同一性は、非標識参照標準品とのHPLCクロマトグラフィー及び2D-TLCクロマトグラフィーにより確認した。

5) 分解物の単離、構造推定及び特徴付け

① 24.7分の分解物

照射区滅菌自然水及び照射区pH 4滅菌緩衝液試料に認められたが、滅菌自然水試料からピークを単離してLC/MS及びMS/MS分析し、以下の構造式を推定した。

② 17.6分の分解物

照射区滅菌自然水及び照射区pH 4滅菌緩衝液試料に認められたが、pH 4滅菌緩衝液試料からピークを単離してLC/MS分析し、以下の構造式を推定した。

③ 23.9分の分解物

照射区滅菌自然水試料にのみ認められた。滅菌自然水試料からピークを単離してLC/MS及びMS/MS分析し、以下の構造式を推定した。

④ 極性物質

照射区滅菌自然水及び照射区pH 4滅菌緩衝液試料から $[^{14}\text{C}]$ 極性物質を単離し、イオンペアHPLC法で分析した。その結果、照射区滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液試料の極性画分は多成分の混在物であり、単一成分では施用放射能の10%を超えるものはなかった。

6) 推定半減期

照射区試料では1日後まで、暗所対照区滅菌自然水試料では3日後まで、暗所対照区pH 4滅菌緩衝液試料では11日後までのデータについて、それぞれ一次反応の直線回帰分析を実施し、 DT_{50} 及び DT_{90} 値を求めた。結果を以下の表に要約する。

MCPBエチルの DT_{50} 及び DT_{90} 値

試料	速度定数 (日 ⁻¹)	DT_{50} (日)	DT_{90} (日)	r^2
照射区pH 4滅菌緩衝液	3.4028	0.20	0.68	0.9591
照射区滅菌自然水	2.9664	0.23	0.78	0.9918
暗所対照区pH 4滅菌緩衝液	0.0046	151	501	0.3349
暗所対照区滅菌自然水	0.9797	0.71	2.35	0.9967

MCPBエチルの推定半減期は、照射区pH 4滅菌緩衝液、照射区滅菌自然水、暗所対照区pH 4滅菌緩衝液及び暗所対照区滅菌自然水でそれぞれ0.20、0.23、151及び0.71日であった。

これを東京の春における太陽光に換算した時のMCPBエチルのDT₅₀及びDT₉₀値を以下の表に示す。

東京の春の太陽光下におけるMCPBエチルのDT₅₀及びDT₉₀推定値

試料	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)
照射区pH 4滅菌緩衝液	0.59	1.99
照射区滅菌自然水	0.67	2.29

人工太陽光の1日照射量に相当するのは東京では2.931日であり、これを相関係数として使用。

東京の春の太陽光下におけるMCPBエチルの推定半減期はpH 4滅菌緩衝液試料で0.59日、滅菌自然水試料で0.67日であった。

6) 推定光分解経路

MCPBエチルは、光分解により最初にフェニル環の脱塩素と水酸化が起き、(24.7分の光分解物)を生成する。さらにフェニル環の水酸化によるMCPBエチルの(17.6分の光分解物)及び(23.9分の光分解物)を生成し、その後、さらに光分解によって極性成分の複合混合物を生成後、酸化的フラグメンテーションにより、自然水及びpH 4緩衝液で¹⁴C₂O₂を生成する。推定光分解経路を図1に示す。

図1 MCPBエチルの推定水中光分解経路(滅菌自然水及びpH 4滅菌緩衝液中)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

代謝分解のまとめ

MCPB-エチルの動物、植物、土壌および水中における代謝、分解、残留の要約は下記のとおりであり、代謝分解経路をIX-95頁に、結果の概要をIX-96頁以降に示した。

動物：(資料番号 代-1、IX-8頁)

MCPB-エチルの4 mg/kg、250 mg/kgの単回経口投与による動物体内における薬物動態試験、排泄試験および組織分布試験を行った。

薬物動態試験では、4 mg/kgおよび250 mg/kg投与時の T_{max} がそれぞれ1.8～2.0時間および13.5～22.5時間であり、 C_{max} がそれぞれMCPB-エチル換算で10.29～12.89 $\mu\text{g/g}$ および255.75～271.29 $\mu\text{g/g}$ であった。消失半減期は、4 mg/kg群では4.1～4.9時間、250 mg/kg群では11.3～11.9時間であった。 T_{max} および消失半減期において明らかな性差はみられなかったが、相対的な全身暴露は、投与量に比例した。

排泄試験および組織分布試験における投与放射能の回収率は、全投与群で99%以上であった。放射能の排泄は、両投与量群の雌雄でほぼ類似しており、4 mg/kg群では、投与量の90%以上が24時間までに、250 mg/kg群では、投与量の90%以上が72時間までに排泄された。主要排泄経路は、尿であり、尿に79.43～87.08%、ケージ洗液に8.97～11.65%が排泄された。糞に排泄された量は少なかった(3.66～7.19%)。

4 mg/kg群における72時間後の組織中濃度は、肝臓(雄で0.144 ppmおよび雌で0.160 ppm)、脂肪組織(雄で0.114 ppmおよび雌で0.071 ppm)および腎臓(雄で0.065 ppmおよび雌で0.104 ppm)が高かった。その他の組織中残留濃度は低かった(<0.06 ppm)。250 mg/kg群における120時間後の組織中濃度は、脂肪組織(雄で9.351 ppmおよび雌で36.701 ppm)で最大であった。雌では、副腎、卵巣、膵臓および子宮の残留濃度が9.483～17.286 ppmの範囲であった。その他の組織中残留濃度は、<9 ppmであった。両投与群で、組織中残留濃度において性差は認められなかった。また、尿および胃を除く組織中残留量から計算したMCPB-エチルの吸収率は約82%以上であった。

MCPB-エチルは排泄物中に存在せず、完全に代謝されていた。主要代謝物はMCPA[C](>33%)であった。他の主要代謝物は [I] (4 mg/kg群のみ、>10%)、 [E]、 [H] (>10%)、 [G] (250 mg/kg群のみ)、 [J] および [F] であった。これらの代謝物は、脱エステル化、側鎖およびメチル基の酸化、側鎖の酸化的開裂、エーテル開裂およびグルタチオン経路を経由する抱合化および硫酸化を含むいくつかの代謝反応から生成された。

植物：

水稻、カンキツおよびリンゴを用いて慣行施用濃度で試験した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

1) 水稲(資料番号 代-2、IX-18頁)

最終収穫期(施用91日後)のMCPB-エチル換算の残留放射能は、玄米で0.125 mg/kg、籾殻で0.119 mg/kg、稲わらで0.164 mg/kg、根部で4.471 mg/kgであった。玄米の抽出性放射能は総放射性残留物(TRR)の7.08%であり、92.92%TRRが抽出後固形物(PES)中に残存した。稲わらの抽出性放射能は46.90%TRRであり、53.10%TRRが抽出後固形物(PES)中に残存した。

稲わら中の主要代謝物は、MCPA[C](0.0048 mg/kg、3.0%TRR)、 [D](0.0038 mg/kg、2.3%TRR)、 (0.0115 mg/kg、7.1%TRR)、 (0.0117 mg/kg、7.2%TRR)であり、 および は および の であつた。

水稲におけるMCPB-エチルの主代謝経路は、MCPB酸[B]への加水分解とその酪酸部位のβ-酸化によるMCPA[C]の生成およびMCPA[C]のさらなる (または)による [D]の生成であつた。これらの代謝物はさらに数種の糖抱合を受けた。また、リグニン、ヘミセルロースやセルロースなどの植物体構成成分に取り込まれて結合型残留物を形成すると考えられた。

2) カンキツ(資料番号代-3、IX-29頁)

TRRは、果実で0.159~0.303 ppm、葉部で、5.706 ppmであつた。果実は表面洗浄液、果皮および果肉に分画し、その残留量はそれぞれ、0.002~0.012 ppm(0.6~4.0%TRR)、0.143~0.275 ppm(89.4~91.4%TRR)および0.014~0.021 ppm(5.4~8.9%TRR)であつた。果皮および果肉中の抽出性放射能はそれぞれ、85.5~87.7%TRRおよび5.1~8.5%TRRであり、約96%TRRが抽出性放射能であつた。総PESは3.9~4.3%TRRであつた。葉部は、表面洗浄液および洗浄葉部に分画し、その残留量はそれぞれ、1.092 ppm(19.1%TRR)および4.614 ppm(80.9%TRR)であつた。洗浄葉部の抽出性放射能は68.3%TRRであり、約87%が抽出性放射能であつた。PESには12.5%TRRが存在していた。

果実における主要代謝物は、MCPA[C]および [C'] (含量で36~66%TRR)、MCPB酸[B](4.2~13.8%TRR)、 [G'] (5.0~19.4%TRR)であつた。その他に、主要残留物としてMCPB-エチルが、<10%TRRの代謝物として [H]、 [E']、 [D']が認められた。葉部における主要代謝物は、MCPB酸[B](13.9%TRR)、 [H] (13.0%TRR)および [G'] (33.0%TRR)であり、その他に、主要残留物としてMCPB-エチルが、<10%TRRの代謝物として [D']、MCPA[C]および [C']、 [E']が検出された。

カンキツにおけるMCPB-エチルの主要代謝経路は、エステルの加水分解、側鎖の水酸化、側鎖の酸化的開裂およびエーテル結合の開裂であつた。第1次水酸化代謝物は糖抱合体として存在する。カンキツ果実および葉部においてMCPB-エチル

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

は広範囲に代謝されることが示された。

3) りんご(資料番号 代-4、IX-42頁)

TRRは、果実で0.0731~0.0897 ppm、葉部で3.8519 ppmであった。果実は表面洗浄液、ジュースおよび搾りかすに分画し、その残留量はそれぞれ0.0014~0.0072 ppm(1.96~8.08%TRR)、0.0208~0.0412 ppm(23.21~56.39%TRR)および0.0305~0.0616 ppm(41.65~68.71%TRR)であった。搾りかす中の抽出性放射能は、38.71~60.27%TRRであり、PESには2.94~8.44%TRRが存在していた。葉部は、表面洗浄液および洗浄葉部に分画し、その残留量はそれぞれ、0.5122 ppm(13.30%TRR)および3.3397 ppm(86.70%TRR)であった。洗浄葉部の抽出性放射能は79.75%TRRであり、約93%が抽出性放射能であった。PESには6.95%TRRが存在していた。

果実における主要残留物および主要代謝物は、0日後ではMCPB-エチル(14.36%)およびMCPA[C](59.02%)であったが、28日後の成熟果実では

[E']、 [D']および [H'](19.97~34.92%TRR)であり、合計で約76%TRRであった。その他にMCPB-エチル、MCPB酸[B]およびMCPA[C]が認められた(0.10~2.82%TRR)。

葉部における主要代謝物は [E'](21.92%TRR)および [D'](45.68%TRR)であった。MCPB-エチルは9.07%TRR検出され、主に葉部表面に存在した。

りんごにおけるMCPB-エチルの主要代謝経路はエステルの加水分解、メチル基および側鎖の水酸化、側鎖の酸化的開裂およびエーテル結合の開裂であった。第1次水酸化代謝物は糖抱合体として存在する。MCPB-エチルが果実に浸透するのは極めて少量であると思われる。果実に浸透した少量の物質は多くの代謝物へと広範囲に代謝された。

土 壌：

1) 好気湛水土壤(資料番号 代-5、IX-54頁)

水田土壤(埼玉県熊谷市、軽埴土)を用いて乾土重あたり、0.32 ppm で施用して、好氣的湛水条件下で試験した。

放射能回収率は92.8~104.0%であり、CO₂無機化率は36.3%であった。MCPB-エチルのDT₅₀は3.5時間、DT₉₀は11.5時間であり、速やかに分解した。

主要代謝物は、MCPB酸[B](最大77.7%)、MCPA[C](最大30.3%)、 [D](最大29.0%)および [K](最大12.7%)が検出されたが、180日後にはそれぞれ1.5%、0.9%、17.0%および6.6%となった。MCPB酸[B]、MCPA[C]、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

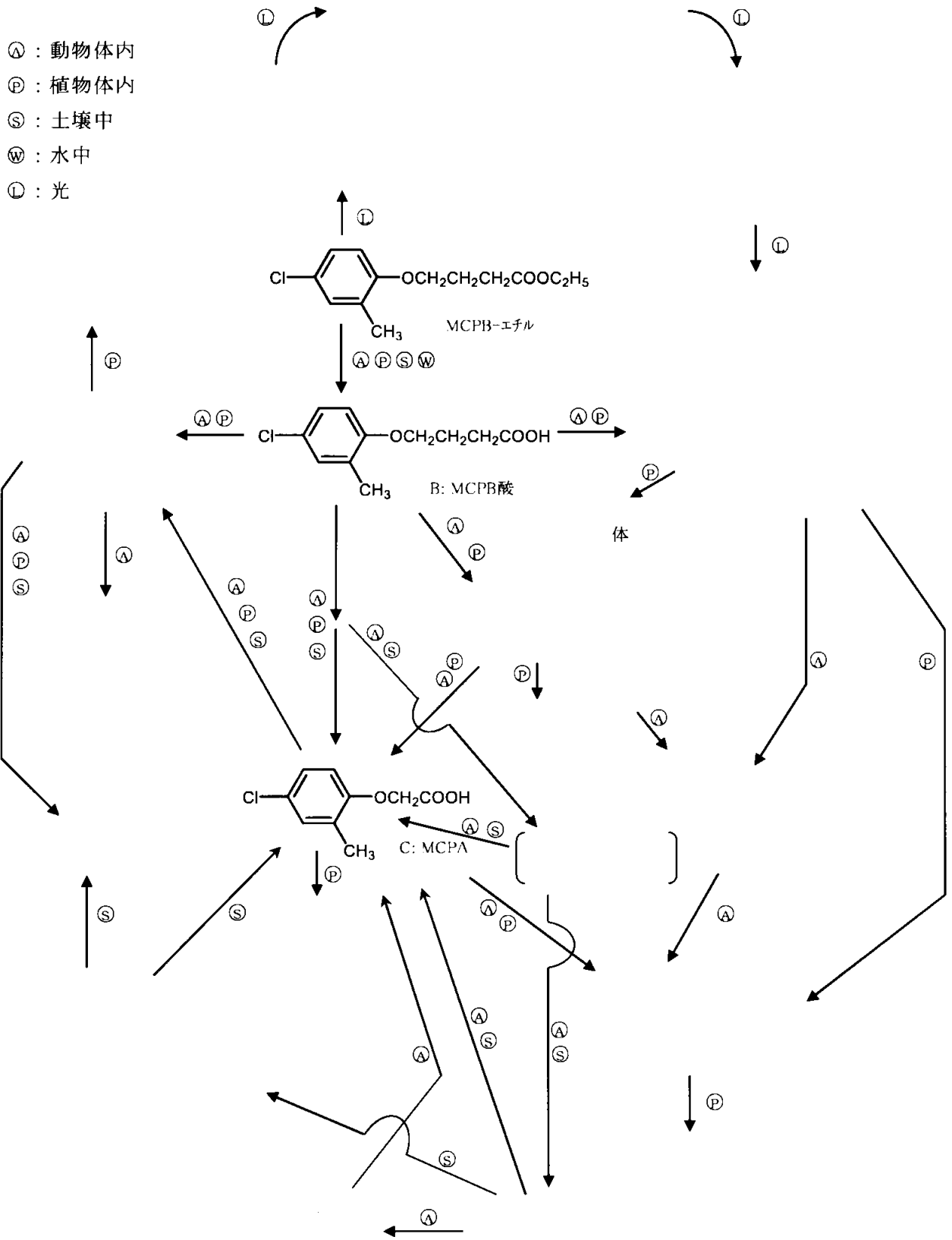
た。主要分解物は [L] であり、滅菌自然水では0.33日後に、滅菌緩衝液では1日後にそれぞれ最大43.4%および61.6%になったが、11日後には何れも検出されなかった。CO₂無機化率は21.4~22.7%であった。

MCPB-エチルの半減期は自然水で0.23日、pH 4 滅菌緩衝液で0.20日であり、また東京の春の太陽光下におけるMCPB-エチルの推定半減期は、滅菌自然水で0.67日、pH 4滅菌緩衝液で0.59日であった。

以上の代謝分解の経路を次項の図に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

MCPB-エチルの動植物及び環境中における代謝分解経路図



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

代謝分解の概要

① 動物代謝 (単位は対投与放射能[%AD])

代謝分解物		A 親化合物	B	C	C'	D	D'	EとF 混合物	E'	G	G'	H	H'	I	J	K	L	その他	CO ₂	非抽出物	合計		
ラット	低用量	尿 (0-24時間のフール)	雄	ND	ND	35.73	—	ND	—	2.71	—	—	—	10.32	—	15.75	5.81	—	—	14.73	—	—	85.07
			雌	ND	ND	34.22	—	ND	—	3.01	—	—	—	10.17	—	16.36	5.22	—	—	12.94	—	—	81.92
		ケージ洗液 (0-12時間のフール)	雄	ND	ND	4.18	—	ND	—	0.51	—	—	—	1.12	—	0.02	ND	—	—	3.60	—	—	9.43
			雌	ND	ND	2.38	—	ND	—	0.42	—	—	—	1.05	—	ND	ND	—	—	3.23	—	—	7.09
		糞 (0-48時間のフール)	雄	ND	ND	0.37	—	ND	—	0.19	—	—	—	0.45	—	ND	ND	—	—	2.81	—	0.53	4.36
			雌	ND	ND	0.31	—	ND	—	0.15	—	—	—	0.30	—	ND	0.01	—	—	2.19	—	0.48	3.43
	高用量	尿 (0-72時間のフール)	雄	ND	ND	33.20	—	ND	—	17.13	—	7.13	—	8.01	—	ND	1.60	—	—	14.06	—	—	81.13
			雌	ND	ND	33.74	—	ND	—	8.38	—	7.84	—	14.34	—	ND	0.97	—	—	13.23	—	—	78.49
		ケージ洗液 (0-48時間のフール)	雄	ND	ND	2.63	—	ND	—	1.67	—	ND	—	1.16	—	ND	0.10	—	—	2.66	—	—	8.21
			雌	ND	ND	4.36	—	ND	—	1.11	—	ND	—	2.49	—	ND	0.08	—	—	2.93	—	—	10.97
糞 (0-72時間のフール)	雄	ND	ND	1.82	—	ND	—	1.37	—	—	—	1.05	—	ND	ND	—	—	2.01	—	0.72	6.97		
	雌	ND	ND	0.81	—	ND	—	0.76	—	—	—	1.33	—	ND	ND	—	—	2.47	—	0.74	6.11		

低用量: 4 mg/kg 高用量: 250 mg/kg ND: 検出せず na: 適用なし —: 確認実施せず : C', D', E', G', H': 糖抱合体

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

② 植物代謝-1 (上段は対総放射性残留物 [%TRR]、下段は総残留放射能 [ppm] を示す)

植物	分析部位	処理後日数	分析試料	A 親化合物	B	C	C'	D	D'	EとF 混合物	E'	G	G'	H	H'	I	J	K	L	その他	CO ₂	PES	合計		
水稲 (1回施用)	茎葉部	35		0.18	0.23	2.63	—	4.24	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	48.49	—	44.23	100.00		
				0.0002	0.0003	0.0030	—	0.0048	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0549	—	0.0501	0.1133	
	わら	91		0.11	0.17	2.95	1.87	2.33	6.02	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	33.45	—	53.10	100.00		
				0.0002	0.0003	0.0048	0.0031	0.0038	0.0099	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0547	—	0.0868	0.1635	
	玄米	91		ND	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7.08	—	92.92	100.00	
				ND	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0088	—	0.1158	0.1246	
りんご (1回施用)	果実	0	表面洗液	7.26	0.23	0.07	—	ND	ND	—	ND	—	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.53	—	na	8.08	
				0.0065	0.0002	0.0001	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0005	—	na	0.0072
			搾りかす	6.03	1.98	46.78	—	ND	0.32	—	0.74	—	0.74	—	—	ND	—	—	—	—	—	4.42	—	8.44	68.71
				0.0054	0.0018	0.0419	—	ND	0.0003	—	0.0007	—	0.0007	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0040	—	0.0076	0.0616
			ジュース	1.08	1.29	12.18	—	ND	3.35	—	2.69	—	2.69	—	—	ND	—	—	—	—	—	2.62	—	na	23.21
				0.0010	0.0012	0.0109	—	ND	0.0030	—	0.0024	—	0.0024	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0023	—	na	0.0208
		合計	14.36	3.50	59.02	—	ND	3.67	—	3.43	—	3.43	—	—	ND	—	—	—	—	—	7.57	—	8.44	100.00	
			0.0129	0.0031	0.0529	—	ND	0.0033	—	0.0031	—	0.0031	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0068	—	0.0076	0.0897	
		14	表面洗液	1.54	0.23	0.08	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.19	—	na	2.05
				0.0012	0.0002	0.0001	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0002	—	na	0.0016
			搾りかす	0.51	0.36	2.00	—	ND	7.44	—	12.44	—	12.44	—	—	10.19	—	—	—	—	—	8.42	—	3.51	44.87
				0.0004	0.0003	0.0015	—	ND	0.0058	—	0.0096	—	0.0096	—	—	0.0079	—	—	—	—	—	0.0065	—	0.0027	0.0347
	ジュース		ND	1.27	1.20	—	ND	12.71	—	24.10	—	24.10	—	—	13.53	—	—	—	—	—	0.27	—	na	53.08	
			ND	0.0010	0.0009	—	ND	0.0098	—	0.0187	—	0.0187	—	—	0.0105	—	—	—	—	—	0.0002	—	na	0.0411	
	合計	2.05	1.86	3.28	—	ND	20.15	—	36.54	—	36.54	—	—	23.72	—	—	—	—	—	8.89	—	3.51	100.00		
		0.0016	0.0014	0.0025	—	ND	0.0156	—	0.0283	—	0.0283	—	—	0.0184	—	—	—	—	—	0.0069	—	0.0027	0.0774		
	28	表面洗液	1.56	0.10	0.12	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.18	—	na	1.96	
			0.0011	0.0001	0.0001	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0001	—	na	0.0014	
		搾りかす	ND	ND	ND	—	ND	7.52	—	14.26	—	14.26	—	—	9.53	—	—	—	—	—	7.40	—	2.94	41.65	
			ND	ND	ND	—	ND	0.0055	—	0.0104	—	0.0104	—	—	0.0070	—	—	—	—	—	0.0054	—	0.0021	0.0305	
		ジュース	1.26	ND	1.90	—	ND	12.45	—	20.67	—	20.67	—	—	11.21	—	—	—	—	—	8.91	—	na	56.39	
			0.0009	ND	0.0014	—	ND	0.0091	—	0.0151	—	0.0151	—	—	0.0082	—	—	—	—	—	0.0065	—	na	0.0412	
	合計	2.82	0.10	2.02	—	ND	19.97	—	34.92	—	34.92	—	—	20.74	—	—	—	—	—	16.49	—	2.94	100.00		
		0.0021	0.0001	0.0015	—	ND	0.0146	—	0.0255	—	0.0255	—	—	0.0152	—	—	—	—	—	0.0121	—	0.0021	0.0731		
葉	28	表面洗液	8.31	2.46	0.92	—	ND	ND	—	ND	—	—	—	ND	—	—	—	—	—	1.60	—	na	13.30		
			0.3202	0.0947	0.0354	—	ND	ND	—	ND	—	ND	—	—	ND	—	—	—	—	—	0.0618	—	na	0.5122	
	葉部	0.76	0.85	0.95	—	ND	45.68	—	21.92	—	21.92	—	—	0.08	—	—	—	—	—	9.51	—	6.95	86.70		
		0.0292	0.0329	0.0365	—	ND	1.7596	—	0.8443	—	0.8443	—	—	0.0031	—	—	—	—	—	0.3664	—	0.2677	3.3397		
合計	9.07	3.31	1.87	—	ND	45.68	—	21.92	—	21.92	—	—	0.08	—	—	—	—	—	11.12	—	6.95	100.00			
	0.3494	0.1276	0.0720	—	ND	1.7596	—	0.8443	—	0.8443	—	—	0.0031	—	—	—	—	—	0.4282	—	0.2677	3.8519			

ND: 検出せず na: 適用なし —: 確認実施せず C', D', E', G', H': 糖胞合体 PES: 非抽出物

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

② 植物代謝-2 (上段は対総放射性残留物[%TRR]、下段は総残留放射能量[ppm]を示す)

植物	分析部位	処理後日数	分析試料	A 親化合物	B	C	C'	D	D'	EとF 混合物	E'	G	G'	H	H'	I	J	K	L	その他	CO ₂	PES	合計		
かんきつ (2回施用)	果実	0	表面洗液	1.0	1.8	ND	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	0.1	—	—	—	—	—	—	1.0	—	na	4.0	
				0.003	0.005	ND	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	<0.001	—	—	—	—	—	0.003	—	na	0.012
			果実・果肉	ND	ND	1.1	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	4.0	—	0.3	5.4
				ND	ND	0.003	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	0.012	—	0.001	0.016
			果皮	1.3	12.1	15.8	19.4	ND	7.6	—	6.6	—	19.4	ND	—	—	—	—	—	—	—	4.8	—	3.7	90.6
				0.004	0.037	0.048	0.059	ND	0.023	—	0.020	—	0.059	ND	—	—	—	—	—	—	—	0.015	—	0.011	0.275
		合計	2.3	13.8	16.9	19.4	ND	7.6	—	6.6	—	19.4	0.1	—	—	—	—	—	—	—	9.8	—	4.0	100.0	
			0.007	0.042	0.051	0.059	ND	0.023	—	0.020	—	0.059	<0.001	—	—	—	—	—	—	—	0.030	—	0.012	0.303	
		7	表面洗液	0.1	0.7	0.1	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	0.4	—	—	—	—	—	0.4	—	na	1.7
				<0.001	0.001	<0.001	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	0.001	—	—	—	—	—	0.001	—	na	0.003
			果実・果肉	ND	ND	2.3	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	6.2	—	0.4	8.9
				ND	ND	0.004	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	0.010	—	0.001	0.015
	果皮		ND	4.0	31.9	31.9	ND	4.1	—	2.4	—	5.0	ND	—	—	—	—	—	—	—	4.6	—	3.9	89.4	
			ND	0.006	0.051	0.051	ND	0.007	—	0.004	—	0.008	ND	—	—	—	—	—	—	—	0.007	—	0.006	0.143	
	合計	0.1	4.7	34.3	31.9	ND	4.1	—	2.4	—	5.0	0.4	—	—	—	—	—	—	—	11.2	—	4.3	100.0		
		<0.001	0.008	0.055	0.051	ND	0.007	—	0.004	—	0.008	0.001	—	—	—	—	—	—	—	0.018	—	0.007	0.159		
	21	表面洗液	<0.1	0.3	ND	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	0.1	—	—	—	—	—	0.2	—	na	0.6	
			<0.001	0.001	ND	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	<0.001	—	—	—	—	—	0.001	—	na	0.002	
		果実・果肉	ND	ND	1.6	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	6.2	—	0.3	8.3	
			ND	ND	0.004	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	ND	—	—	—	—	—	0.016	—	0.001	0.022	
		果皮	ND	3.9	19.2	39.7	ND	2.5	—	3.6	—	7.9	ND	—	—	—	—	—	—	—	10.9	—	3.6	91.3	
			ND	0.010	0.051	0.105	ND	0.007	—	0.009	—	0.021	ND	—	—	—	—	—	—	—	0.029	—	0.010	0.242	
	合計	<0.1	4.2	20.8	39.7	ND	2.5	—	3.6	—	7.9	0.1	—	—	—	—	—	—	—	17.3	—	3.9	100.0		
		<0.001	0.011	0.055	0.105	ND	0.007	—	0.009	—	0.021	<0.001	—	—	—	—	—	—	—	0.046	—	0.011	0.264		
葉	21	表面洗液	0.5	9.4	0.5	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	4.3	—	—	—	—	—	4.4	—	na	19.1	
			0.030	0.536	0.030	ND	ND	ND	—	ND	—	ND	—	ND	0.247	—	—	—	—	—	0.250	—	na	1.092	
		葉部	ND	4.5	3.3	4.4	ND	4.5	—	7.3	—	33.0	8.7	—	—	—	—	—	—	—	2.6	—	12.5	80.9	
			ND	0.259	0.187	0.253	ND	0.257	—	0.419	—	1.880	0.495	—	—	—	—	—	—	—	0.147	—	0.716	4.615	
合計	0.5	13.9	3.8	4.4	ND	4.5	—	7.3	—	33.0	13.0	—	—	—	—	—	—	—	7.0	—	12.5	100.0			
	0.030	0.795	0.217	0.253	ND	0.257	—	0.419	—	1.880	0.741	—	—	—	—	—	—	—	0.397	—	0.716	5.706			

ND: 検出せず na: 適用なし —: 確認実施せず C', D', E', G', H': 抱合体 PES: 非抽出物

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

③ 土壌中運命 (単位は対施用放射能[%AR])

代謝分解物	日数	A 親化合物	B	C	C'	D	D'	EとF 混合物	E'	G	G'	H	H'	I	J	K	L	その他	CO ₂ *	PES	合計		
好氣的 湛水 土壌	水田土壌 (軽埴土)	0	99.4	0.7	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	—	2.3	na	1.6	104.0		
		0.13	23.2	69.9	2.2	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	—	2.6	na	2.8	100.7	
		1	0.6	77.7	12.5	—	0.5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	—	5.8	0.4	4.5	102.0	
		7	0.7	45.1	29.0	—	8.9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	—	3.0	2.4	10.1	99.3	
		14	0.2	26.8	30.3	—	17.4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2.1	—	3.4	5.3	12.1	97.4	
		28	ND	14.3	21.9	—	23.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5.5	—	3.8	11.9	17.4	98.1	
		60	ND	3.1	1.7	—	29.0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	12.7	—	7.2	26.0	16.5	96.2	
		90	ND	1.5	1.0	—	18.9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	11.5	—	4.8	29.8	28.1	95.6	
		120	ND	2.2	0.7	—	21.3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	11.0	—	7.0	32.1	21.2	95.5	
		180	ND	1.5	0.9	—	17.0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6.6	—	5.2	36.3	25.4	92.9	
好氣的 土壌	畑地土壌 (砂壤土)	0	91.7	1.7	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2.0	na	3.2	98.6	
		0.125	4.8	71.1	7.4	—	1.5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5.1	na	5.6	95.6	
		1	0.1	23.0	29.4	—	2.0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8.1	15.6	22.0	100.2	
		3	0.1	3.3	19.3	—	1.4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3.6	32.6	32.0	92.5
		7	ND	2.7	7.1	—	0.9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7.5	40.3	41.6	100.0
		14	ND	1.2	2.6	—	0.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10.9	51.2	30.0	96.3
		30	ND	1.5	0.8	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8.2	61.4	24.8	96.7
		60	0.3	0.9	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8.7	65.4	29.5	104.9

ND: 検出せず na: 適用なし —: 確認実施せず PES: 非抽出物 その他: 極性区分を含む *: 揮発性有機物を含む

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

④ 水中運命 (単位は対施用放射能[%AR])

代謝分解物	日数	A 親化合物	B	C	C'	D	D'	EとF 混合物	E'	G	G'	H	H'	I	J	K	L	その他	CO ₂ *	合計		
加水分解	pH 7.0	0	99.7	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.7	na	101.4		
		1	93.2	0.5	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.6	na	95.2	
		3	96.4	0.1	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2.7	na	99.1	
		7	96.1	1.2	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.6	na	98.9	
		14	94.2	2.1	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.6	na	97.9	
		21	94.6	2.8	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.8	na	99.2	
	30	92.8	4.0	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.9	na	98.6		
	pH 9.0	0	97.8	1.6	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.9	na	101.3	
		1	81.7	15.2	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.5	na	98.4	
		3	62.8	38.4	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.9	na	101.9	
		7	32.2	70.0	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.0	na	102.2	
		14	10.3	93.8	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.2	na	105.1	
21		3.6	101.1	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.9	na	105.5		
30	1.1	103.0	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1.3	na	105.4			
水中光分解	pH 4	照射区	0	94.3	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	2.1	na	96.4	
			0.08	69.1	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	26.8	2.3	na	98.2
			0.17	45.6	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	48.2	5.4	na	99.3
			0.33	31.8	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	58.4	8.6	na	98.8
			1	3.4	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	61.6	30.3	1.6	96.8
			3	0.2	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	30.1	61.2	9.5	101.0
	自然水	照射区	11	ND	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	71.2	23.1	94.3	
			0	98.3	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	2.2	na	100.6
			0.08	67.7	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	24.2	3.3	na	95.3
			0.17	51.3	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40.9	4.0	na	96.3
			0.33	37.8	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	43.4	15.2	na	96.4
			1	4.7	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	30.3	57.7	2.8	95.5
3	ND	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4.3	87.3	14.4	105.9			
11	ND	ND	ND	—	ND	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	ND	80.4	23.9	104.3			

ND: 検出せず na: 適用なし —: 確認実施せず その他: 極性区分を含む *: 揮発性有機物を含む

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

X. 環境

(環境基礎試験一覧表)

資料No.	試験の種類	試験場所 (報告年)	試験条件など	頁																		
物化-12	土壌吸着性試験			X-2																		
	<p>[結果]</p> <p>(MCPBエチルが土壌中で不安定なため、MCPB酸を供試し、試験を実施した。)</p> <p>吸着平衡定数 $K_{foc}^{ads} = 59.6, 25.5, 13.7, 19.5$</p> <p>有機炭素吸着係数 $K_{foc}^{ads} = 1770, 2070, 527, 1300$</p> <p>土壌吸着平衡定数 $K_{foc}^{ads} = 1350$</p> <p>切片 $a = 0.408$</p> <p>相関係数 $r = 0.649$</p>		<p>供試土壌(畑地土壌)</p> <p>I 細粒強グライ土, LiC</p> <p>II 沖積固結強グライ土, LiC</p> <p>III 植 洪積植壊土, LiC</p> <p>IV 灰色低地土, SL</p>																			
物化-13	加水分解性試験)		X-4																		
	<p>[結果]</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>25℃</th> <th>40℃</th> <th>37℃</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>pH1.2</td> <td>—</td> <td>—</td> <td>19時間</td> </tr> <tr> <td>pH4.0</td> <td>>1年</td> <td>200日</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>pH7.0</td> <td>340日</td> <td>84日</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>pH9.0</td> <td>9.1日</td> <td>35時間</td> <td>—</td> </tr> </tbody> </table>				25℃	40℃	37℃	pH1.2	—	—	19時間	pH4.0	>1年	200日	—	pH7.0	340日	84日	—	pH9.0	9.1日	35時間
	25℃	40℃	37℃																			
pH1.2	—	—	19時間																			
pH4.0	>1年	200日	—																			
pH7.0	340日	84日	—																			
pH9.0	9.1日	35時間	—																			
物化-14	水中光分解性試験			X-6																		
	<p>[結果]</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>蒸留水(滅菌)</th> <th>照射区</th> <th>暗所区</th> <th>推定半減期</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>4.3時間</td> </tr> <tr> <td>自然水(河川水)</td> <td></td> <td></td> <td>1年以上</td> </tr> <tr> <td></td> <td>照射区</td> <td>暗所区</td> <td>4.2時間</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td>17時間</td> </tr> </tbody> </table>		蒸留水(滅菌)		照射区	暗所区	推定半減期				4.3時間	自然水(河川水)			1年以上		照射区	暗所区	4.2時間			
蒸留水(滅菌)	照射区	暗所区	推定半減期																			
			4.3時間																			
自然水(河川水)			1年以上																			
	照射区	暗所区	4.2時間																			
			17時間																			
物化-17	生物濃縮性試験			X-8																		
	<p>[結果]</p> <p>定常状態における濃縮倍率</p> <p>第1濃度区(9.20 µg/ml) 61倍</p> <p>第2濃度区(0.921 µg/ml) —</p>		<p>コイ (<i>Cyprinus carpio</i>)</p> <p>9.21、0.921µg/ml流水暴露</p> <p>定常状態における濃縮倍率</p> <p>曝露開始後28日間</p>																			

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

1. 土壌吸着試験

(資料No. 物化-12)

試験機関：

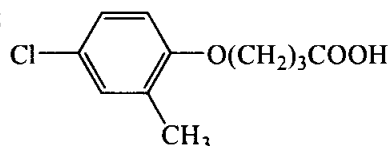
報告書作成年：

供試化合物：一般名；MCPB酸

化学名；2-メチル-4-クロルフェノキシ酪酸

純度；

構造式；



MCPBエチルが土壌中で不安定なため、MCPB酸を供試し、試験を実施した。

供試土壌：

項目	I	II	III	IV
土壌群名	細粒強グライ土	沖積固結強グライ土	洪積埴壤土	灰色低地土
採取場所				
土性	LiC	LiC	LiC	SL
砂%	14.0	24.4	28.0	73.2
シルト%	44.1	44.5	35.4	13.5
粘土%	41.9	31.1	36.6	13.3
有機炭素含有率 有機炭素測定法	3.37 アリソ式重量法	1.23 アリソ式重量法	2.60 アリソ式重量法	1.49 アリソ式重量法
pH				
H ₂ O	5.7	6.6	6.7	6.0
KC1	4.9	5.4	6.0	5.5
陽イオン交換容量	22.7	21.5	21.5	8.3
りん酸吸収係数	830	790	820	490
粘度鉱物の種類	カオリン鉱物 モンモリロナイト	カオリン鉱物 モンモリロナイト	カオリン鉱物 モンモリロナイト	カオリン鉱物 バーミキュライト

試験方法：「OECDガイドライン-106-吸着/脱着」に準じ実施した。

試験温度； 25±1℃

物質収支； 濃度1.0 ppmにおける物質収支は、各土壌について以下の通りであった。

I：90.4%、II：90.8%、III：87.4%、IV：89.6%

平衡化時間；24時間

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

分析方法：水相；ジクロロメタン抽出し、ペンタフルオロベンジルエステル化後、フロリジルカラムクロマトグラフィーで精製し、ガスクロマトグラフィー(ECD)で定量。

固相；アセトン抽出後ジクロロメタンに転溶し、ペンタフルオロベンジルエステル化後、フロリジルカラムクロマトグラフィーで精製し、ガスクロマトグラフィー(ECD)で定量。

結 果：

土壌	$1/n^{1)}$	K_{f}^{ads}	$r^{1)}$	OC% ²⁾	K_{foc}^{ads} ³⁾
I	0.884	59.6	1.00	3.37	1770
II	0.747	25.5	0.999	1.23	2070
III	0.786	13.7	0.999	2.60	527
IV	0.880	19.5	0.999	1.49	1300

1) Freundlichの吸着等温式による定数項と相関係数

2) 土壌中の有機炭素含有率

3) K_{f}^{ads} を土壌のOC%で割り求めた有機炭素吸着係数

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

2. 加水分解試験

(資料No. 物化-13)

試験機関：

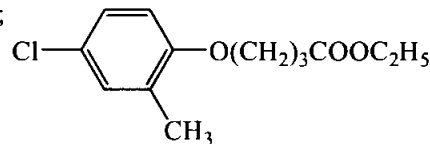
報告書作成年：

供試化合物：一般名；MCPBエチル

化学名；2-メチル-4-クロルフェノキシ酪酸エチル

純度；

構造式；



供試水溶液：精製水を用いて以下のpHの緩衝液を調製し、試験開始直前に窒素ガスを約5分間通じて酸素を排除後、滅菌ろ紙を用いてろ過滅菌した。

pH 1.2；0.2N塩化カリウム溶液375 mL+0.2N塩酸480 mLに精製水を加えて1.5 Lとし、0.2N塩酸または0.2N塩化カリウム溶液でpH 1.2に調整。

pH 4.0；0.1Mクエン酸一カリウム溶液750 mL+0.1N水酸化ナトリウム溶液135 mLに精製水を加えて1.5 Lとし、0.1Mクエン酸一カリウム溶液または0.1N水酸化ナトリウム溶液を用いてpH 4.0に調整。

pH 7.0；0.1Mりん酸一カリウム溶液750 mL+0.1N水酸化ナトリウム溶液444 mLに精製水を加えて1.5 Lとし、0.1Mりん酸一カリウム溶液または0.1N水酸化ナトリウム溶液を用いてpH 7.0に調整。

pH 9.0；0.1Mホウ酸/0.1M塩化カリウム溶液750 mL+0.1N水酸化ナトリウム溶液318 mLに精製水を加えて1.5 Lとし、0.1Mホウ酸/0.1M塩化カリウム溶液または0.1N水酸化ナトリウム溶液を用いてpH 9.0に調整。

試験方法：「OECD法(111 pHの関数としての加水分解)」に準じた。

予備試験；各pHの緩衝液に検体を溶解した試験溶液(1 µg/mL)の一部を試験管に分取し、50±1℃の恒温器内の暗所で5日間保持した後、MCPBエチル、MCPB酸およびMCPAの分析に供した。

長期試験；各pHの緩衝液に検体を溶解した試験溶液(1 µg/mL)の一部を試験管に分取し、pH 1.2では37±1℃で2日間、pH 4.0および7.0では25±1℃および40±1℃で60日間、pH 9.0では25±1℃で21日間ならびに40±1℃で3日間、各温度に設定した恒温器内の暗所で保持して、経時的にMCPBエチル、MCPB酸およびMCPAの分析に供した。

分析方法：酸性条件下でジエチルエーテルで抽出し、脱水・濃縮した後、ジアゾメタンで分解生成物MCPB酸およびMCPAをメチル化、窒素気流による乾固後、アセトニトリルに溶解してUV検出器付き高速液体クロマトグラフ

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

イー(検出波長230 nm)で定量(検出限界は、3分析対象化合物とも0.05 µg/mL)。

結 果：

予備試験；50℃で、5日間保持後のMCPBエチルの分解率は、pH 1.2および9.0では100%、pH 4.0で15%、pH 7.0で23%であった。pH 1.2および9.0では分解したMCPBエチルの大部分が分解生成物MCPB酸として検出されたが、pH 7.0では8%のみ検出され、pH 4.0では検出されなかった。

また、分解生成物MCPAは、いずれのpHにおいても検出されなかった。

長期試験；各試験温度におけるMCPBエチルの各緩衝液中の推定半減期は、以下の通りであった。

MCPBエチルの推定半減期

試験温度	pH 1.2	pH 4.0	pH 7.0	pH 9.0
25℃	—	1年以上	340日	9.1日
40℃	—	200日	84日	35時間
37℃	19時間	—	—	—

25℃条件下においては、pH 9.0では時間の経過とともに親化合物MCPBエチルが減少し、分解生成物MCPB酸が顕著に増加した。pH 7.0では30日および60日後に極わずかにMCPB酸が検出されたが、pH 4.0ではMCPB酸は検出されなかった。

40℃条件下においては、MCPB酸の検出量はpH 9.0>pH 7.0>pH 4.0であり、いずれも親化合物の減少に伴って生成量が増加した。

37℃、pH 1.2の条件下では親化合物の減少に伴い、MCPB酸が時間の経過とともに検出された。

分解生成物MCPAは、いずれの温度条件、緩衝液中でも検出されなかった。

以上の結果から、MCPBエチルは、アルカリ性および強酸性の条件下において、短時間に加水分解され、エステル結合が開裂したMPCB酸が生成された。しかし、さらに分解されたMCPAは検出されなかった。一方、中性および弱酸性の条件下では、加水分解は遅かった。また、MCPBエチルの加水分解は、温度による影響が認められ、高温条件下でより速く分解された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

3. 水中光分解試験

(資料No. 物化-14)

試験機関：

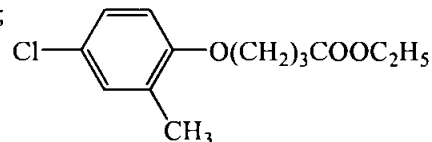
報告書作成年：

供試化合物：一般名；MCPBエチル

化学名；2-メチル-4-クロルフェノキシ酪酸エチル

純度；

構造式；



供試水： 自然水)および滅菌精製水を用いた。

試験方法： 供試水にMCPBエチルを溶解した試験溶液(1 µg/mL)を調製し、石英ガラス製試験管に入れて25±2°Cの条件下でキセノン光を連続照射した。

照射0、1、2、4、6、8時間後に溶液を採取し、MCPBエチル濃度を測定した。対照試験として暗所対照区を設定し、自然水は4、8、12、24、32時間後、滅菌精製水は1、2、3、5、7日後に溶液を採取し、MCPBエチル濃度を測定した。

分解生成物MCPB酸およびMCPAについても同時に分析した。

光源；特殊UVガラスフィルター(290nm以下の光をカット)付キセノンランプ

照度；紫外部(300~400nm) 36.4W/m²

紫外可視部(300~800nm) 412~413W/m²

分析方法： 酸性条件下でジエチルエーテルで抽出し、脱水・濃縮した後、ジアゾメタンで分解生成物MCPB酸およびMCPAをメチル化し、窒素気流による乾固後、アセトニトリルに溶解してUV検出器付き高速液体クロマトグラフィー(検出波長230 nm)で定量(検出限界は、3分析対象化合物とも0.05 µg/mL)。

結果： 光照射区では、MCPBエチルは、自然水中および滅菌精製水中のいずれの条件下においても急激に分解した。

また、暗所対照区の自然水中においては、MCPBエチルは、時間とともに分解した。

一方、暗所対照区の滅菌精製水中においては、MCPBエチルの分解速度は遅く、試験期間中の分解率は15%以下であった。

各条件下におけるMCPBエチルの推定半減期は以下の通りであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

MCPBエチルの推定半減期

供試水	光照射区	暗所対照区
自然水	4.2時間	17時間
滅菌蒸留水	4.3時間	1年以上

分解生成物MCPB酸は、暗所対照区の自然水中において、親化合物MCPBエチルの減少に伴って検出されたが、光照射区の自然水および滅菌精製水ならびに暗所対照区の滅菌精製水においては検出されなかった。

一方、分解生成物MCPAは、いずれの条件下においても検出されなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

4. 生物濃縮性試験

(資料No. 物化-17)

試験機関：

[G L P 対応]

報告書作成年：

被験物質：MCPB (エチル) 原体 ()

供試生物：コイ (学名 *Cyprinus carpio*)

濃度区各29尾、対照区12尾、全長：7.5~9.8 cm、年齢：当才魚

方 法：暴露条件 連続流水式

暴露期間 28日間暴露(28日間で定常状態に達したため)

試験濃度区 第1濃度区 9.21 µg/L

第2濃度区 0.921 µg/L

試験液の調製 第1濃度区 被験物質1.00 gと を
に溶解して1 Lに定容し、被験物質濃度
921 mg/Lの原液を調製した。

第2濃度区 被験物質100 mgと を
に溶解して1 Lに定容し、被験物質濃度
92.1 mg/Lの原液を調製した。

対照区 を に溶解し
て1 Lに定容し、HCO-40濃度1000 mg/Lの原液を調
製した。

試験水量 各原液0.02 mL/分および試験用水2000 mL/分の割合で試験水槽
に2880 L/日を供した。

試験水槽 70 L容ガラス製水槽

設定濃度	被験物質濃度	分散剤濃度	
第1濃度区	9.21 µg/L	10 µg/L	10 µL/L
第2濃度区	0.921 µg/L	10 µg/L	10 µL/L
対照区	—	10 µg/L	10 µL/L

環境条件

試験区 (µg/L)	試験温度 (°C)	溶存酸素濃度 (mg/L)	pH
9.21	24.0~24.1	8.1~8.2	7.7、7.8
0.921	23.8~24.0	7.9~8.2	7.7、7.8
0	24.1~24.3	8.2	7.8、7.8

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

照明時間 白色蛍光灯による人工照明、14時間明/10時間暗

供試魚の観察 供試魚の健康状態等を1日に2回(休日は1回)目視観察した。

魚体中の被験物質濃度分析 第1及び第2濃度区は暴露期間中に5回(暴露7日後、10日後、14日後、19日後及び28日後)、1回当たり採取尾数は4尾とし、2群(2尾1群)に分けて行った。

対照区は試験開始前及び試験完了後の2回、1回当たり採取尾数は4尾とし、2群(2尾1群)に分けて行った。

試験水中の被験物質濃度分析 第1及び第2濃度区では暴露開始前、暴露当日(0日後)及び魚体中の被験物質濃度分析と同時に行った。

魚体中及び試験水中の被験物質分析方法 試験水中及び魚体中の被験物質分析は、被験物質を加水分解して得られる生成物(4-(4-クロロ-2-メチルフェノキシ)酪酸(略称:MCPB酸)を分析対象とし、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)により行った。

魚体中の脂質含量 第1及び第2濃度区について、魚体中の被験物質濃度分析と同一試料について測定を行った。対照区は試験開始前及び試験完了後に行った。

結 果

(1) 魚体中の被験物質濃度(単位 ng/g)

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	取込期間(日後)				
	7	10	14	19	28
9.21	502	548	501	589	707
	496	511	542	673	439
平均*	499	530	522	631	573
0.921	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2
	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2
平均*	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2	≤ 52.2

* : 申請者が算出した平均値

魚体中の被験物質濃度は、第1濃度区では439~707 ng/gであった。第2濃度区では全ての分析検体において、供試魚中の被験物質定量下限濃度である52.2 ng/g以下(不検出)であった。

(2) 試験水中の被験物質濃度(単位 $\mu\text{g/L}$)

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	取込期間(日後)						平均 (標準偏差)
	0	7	10	14	19	28	
9.21	9.26	9.24	8.97	9.05	9.30	10.0	9.30 (0.365)
0.921	0.930	0.929	0.901	0.897	0.918	0.960	0.923 (0.0231)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本化薬株式会社にある。

試験水中の被験物質濃度は、第1濃度区では8.97~10.0 µg/L(平均9.30 µg/L)であった。第2濃度区では0.897~0.960 µg/L(平均0.923 µg/L)であった。
 試験水中の被験物質濃度は、設定値の97%以上が保持され、また、被験物質濃度の変動は測定値の平均に対して±20%以内に保たれた。

(3) 濃縮係数

① 濃縮倍率

試験区 (µg/L)	取込期間(日後)				
	7	10	14*	19*	28*
9.21	54	60	55	65	75
	54	56	60	74	46
平均	54	58	57	69	61
0.921	≤57	≤57	≤57	≤57	≤57
	≤57	≤57	≤57	≤57	≤57

* : 定常状態

第一濃度区については、14、19及び28日後における濃縮倍率(平均)はその3回の分析における濃縮倍率の平均値に対して変動が20%以内であったため、定常状態に達したと判断した。

② BCF_{ss}

試験区 (µg/L)	魚体中濃度(Cf)				水中濃度(Cw)			
	14	19	28	平均	14	19	28	平均
9.21	522	631	573	575	9.05	9.30	10.0	9.45
0.921	≤52.2	≤52.2	≤52.2	≤52.2	0.897	0.918	0.960	0.925

定常状態における濃縮倍率

第1濃度区 61倍

第2濃度区 —

(4) 観察

供試魚の外観観察等では異常は認められなかった。

(5) 脂肪含量(単位 %)

試験区 (µg/L)	試験 開始前	取込期間(日後)					試験 完了後
		7	10	14	19	28	
9.21	/	4.43	2.14	4.70	4.80	4.09	/
		4.15	3.45	3.71	4.52	5.56	
0.921	/	3.52	5.03	4.32	5.57	4.60	/
		3.93	4.42	6.18	6.12	4.56	
0	4.87	/	/	/	/	/	4.04