

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

## 2. 植物体内運命に関する試験

①  $^{14}\text{C}$  及び  $^3\text{H}$  標識ジフルベンズロンを用いた大豆における代謝試験 (資料 M-5)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1975 年

供試標識化合物:

比放射能

供試作物: 大豆

散布時期: 1973 年夏

方法: 検体を  $2\mu\text{m}$  以下の粒子になるよう湿式粉碎し、大豆 1 本当たり  $0.9\text{mg}(300\text{g}/\text{ha}$  に相当) を成葉 3 枚に塗布した。葉は塗布後 2、4 及び 9 週目、子実処理後 16 週目に採取し、アセトニトリルで抽出後、放射能を測定した。抽出残渣は燃焼法によりその放射能を測定した。代謝物は TLC で展開後とを標準品として用い UV とオートラジオグラフィにより同定した。また、検体の移行性を調べるため検体を葉にスポット状に処理し、処理葉のオートラジオグラムを作製した。

結果:

分析部位	投与量 (g/ha)	経過日数 (週)	核種	抽出物中回収率(%)	抽出物中ジフルベンズロン放射能(%)	抽出残渣中放射能(%)	$\frac{\text{ジフルベンズロン放射能}(\%) \times 100}{\text{抽出物中放射能}(\%)}$
葉	300	0	$^{14}\text{C}$	$99 \pm 1$	$99 \pm 1$	0.5	100
			$^3\text{H}$	$101 \pm 1$	—	—	
	300	2	$^{14}\text{C}$	$102 \pm 2$	$105 \pm 3$	0.5	103
			$^3\text{H}$	$104 \pm 1$	—	0.5	
	300	4	$^{14}\text{C}$	$100 \pm 3$	$95 \pm 3$	4.0	95
			$^3\text{H}$	$102 \pm 2$	—	4.0	
	300	9	$^{14}\text{C}$	$93 \pm 2$	$96 \pm 2$	4.0	103
			$^3\text{H}$	$95 \pm 1$	$95 \pm 1$	3.0	

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

以上の結果から、大豆の葉中のジフルベンズロンは極めて安定で有意な分解は認められなかった。

一方、大豆に子実から 0.02ppm という僅かな量の放射能が検出されたが、スポット状に処理した大豆の葉のオートラジオグラムからジフルベンズロンの移行性は認められなかったので大豆の子実への移行性はほとんど認められないと判断される。また、2 週目以降の処理葉から、  
または  
と思われる代謝物が極く微量確認された。ま

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

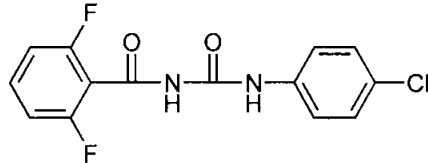
② ジフルベンズロンを用いたりんごにおける代謝試験

(資料 M-5)

試験機関:アグロ・カネショウ株式会社

報告書作成年:1986年

供試化合物:ジフルベンズロン 23.5%水和剤、



[組成] ジフルベンズロン原体 ;25.0%  
 鉱物質微粉 ;67.0%  
 界面活性剤等 ;8.0%

供試作物:りんご

方法:(散布方法)

検体を水で2000倍に希釈し、青森りんご試験場では2回散布(1985年9月13日、9月26日)及び3回散布(1985年8月28日、9月13日、9月26日)を行い、長野植防研では2回散布(1985年7月10日、7月24日)及び3回散布(1985年6月26日、7月10日、7月24日)を行った。

(分析方法)

最終散布の約1ヵ月後に採取した果実を粉碎後アセトンで抽出し、n-ヘキサンに転溶した。n-ヘキサンを脱水、濃縮後薄層クロマトグラフィーまたはフロリジルを充填したカラムクロマトグラフィーで精製後、高速液体クロマトグラフィーを用いて定量した。

結果:

植物 (部位)	散布濃度 及び量	試料 調製場所 (品種)	散布 回数	経過 日数	ジフルベンズロン 2回分析 の平均値 (ppm)	2回分析の平均値 (ppm)	2回分析の平均値 (ppm)
りんご (果実)	2000倍 500L/10a	青森 りんご試 (陸奥)	0	—	<0.005	<0.01	<0.01
			2	29	0.306	<0.01	<0.01
			3	29	0.216	<0.01	<0.01
	2000倍 600L/10a	長野 植防研 (つがる)	0	—	<0.005	<0.01	<0.01
			2	30	0.106	<0.01	<0.01
			3	30	0.110	<0.01	<0.01

以上の結果から、りんご果実中にはジフルベンズロンが確認されたが、代謝物は確認されなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

③  $^{14}\text{C}$  及び  $^3\text{H}$  標識ジフルベンズロン処理土壤に栽培した、いね及び小麦の代謝試験  
(根からの吸収)

(資料 M-6)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1976 年

供試化合物:

化学構造、標識位置

化学名

1-(4-クロロ-U- $^{14}\text{C}$  フェニル)-3-(2,6-ジフルオロ-G- $^3\text{H}$  ベンゾイル)尿素

放射化学的純度、比放射能、合成者

環-U- $^{14}\text{C}$ :

環-G- $^3\text{H}$

Philips-Duphar

供試土壤:

採取場所・土性名	クレー	シルト	砂	有機質含量	pH
Tollebeek 砂質壤土	14%	28%	58%	2.4%	6.8
's-Graveland 砂土	3%	4%	93%	2.5%	5.3%

供試作物:

いね: Maravelli

小麦: Ocra

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

## 方 法:

### 栽 培

供試作物を播種育成している 10L のポット当たり 0.5mg(50g/ha 相当量)のジフルベンズロンを土壌処理した。化合物は界面活性剤とともに湿式粉碎し、粒子径 2 $\mu$ m、0.1mg/mL 濃度の懸濁液とした。ポットは試験圃場内の天井ガラス製で壁面が金網のハウス内に移した。日中の平均気温は 20°C/1974 年、22°C/1975 年で平均相対湿度は 60~80%であった。

### サンプリング

試料採取は次の表の通りである。

年	作物	処理後の経過時間(週)	
		葉	土壌
1974	いね	2、5、10	2、5、10
1975	いね、小麦	8、15	6、18

### 分 析

葉、根及び土壌の試料はアセトニトリルで磨砕均質化して分離後、残渣を沸騰した 50%メタノールで再抽出した。小麦の種子は粉碎後沸騰したアセトニトリルで抽出後、残渣を沸騰 50%メタノールで再抽出した。残渣は燃焼分析を行い、抽出物は液体シンチレーションカウンターで分析した。ジフルベンズロン及び  
は逆同位体希釈法で同定・定量した。また、葉及び土壌の抽出液を 2 種の展開溶媒を用いた TLC で展開し、代謝物を同定した。

展開溶媒 1 クロロホルム:エタノール:酢酸=85:10:5 (v/v)

展開溶媒 2 酢酸エチル:ジクロロメタン=80:20 (v/v)

## 結 果:

「いね」とその土壌中のジフルベンズロン及び代謝物含量(ppm)の平均値は次の通りである。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

年	分析部位	経過時間(週)	抽出物			残渣		
			総 <sup>14</sup> C	ジフルベンズロン		総 <sup>3</sup> H	総 <sup>14</sup> C	総 <sup>3</sup> H
1974	葉	2	0.08	0.02		0.06	0.02	0.01
		5	0.22	0.02		0.07	0.01	<0.01
		10	0.26	<0.01-0.01		<0.01-0.04	0.02	<0.01
	土壌	2	0.028	0.010		0.013	0.009	0.011
		5	0.022	0.002		0.008	0.028	0.012
		10	0.027	0.004		0.006	0.014	0.007
1975	葉	8	0.34	<0.01		0.02	0.16	0.02
		15	0.22	<0.01		0.01	0.04	<0.01
	土壌	6	0.056	0.005		0.008	0.036	0.008
		18	0.013	0.001		0.002	0.015	0.002

—:未分析

「小麦」とその土壌中のジフルベンズロン及び代謝物含量(ppm)の平均値は次の通りである。

年	分析部位	経過時間(週)	抽出物			残渣		
			総 <sup>14</sup> C	ジフルベンズロン		総 <sup>3</sup> H	総 <sup>14</sup> C	総 <sup>3</sup> H
1975	葉	8	0.28	<0.01		0.10	0.24	0.03
	種子	15	0.006	—		0.003	0.012	0.001
	土壌	6	0.038	0.002		0.006	0.040	0.008
		18	0.019	0.001		0.003	0.050	0.009

—:未分析

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

「いね」の試験における物質収支は次の通りである。

年	処理量(mg)		経過時間 (週)	回収量 (mg)							
	<sup>14</sup> C	<sup>3</sup> H		分析部位	重量(g)	分画	<sup>14</sup> C	<sup>3</sup> H			
1974	0.50	0.47	10	茎葉部	106	抽出	0.03	0.002			
						残渣	0.002	<0.001			
				根部	53	抽出	0.003	0.014			
						残渣	0.004	0.003			
				土壌	12800	抽出	0.34	0.08			
						残渣	0.14	0.07			
合計 (回収率)						0.52 (104%)	0.17 (36%)				
1975	0.53	0.49	18	茎葉部	210	抽出	0.046	0.002			
						残渣	0.008	<0.002			
				土壌	16.7	抽出	0.22	0.03			
						残渣	0.25	0.03			
				合計 (回収率)						0.52 (98%)	0.06 (12%)

TLCによる代謝物の同定の結果は次の通りである。

分析部位	経過時間 (週)	展開溶媒	Rf 値			
		1	0	0.3	0.40	0.75
		2			0.20	0.65 (ジフルベンスロン)
小麦の葉	8		++	±	++	±
いねの葉	8		++	-	++	±
土壌	6		+	-	++	+

++, +, ±: スポットの濃淡により区別した。

-: スポットは認められなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

試験結果は以下のように要約される。

1. 50g/ha のジフルベンズロンを処理した土壌のいねと小麦の葉の総  $^{14}\text{C}$  は、0.2～0.6ppm、総  $^3\text{H}$  は、0.14ppm 以下であった。
2. 葉及び土壌中の代謝物は  $^{14}\text{C}$  の他、極性のある代謝物が認められ、 $^3\text{H}$  は土中濃度の約 10 倍であった。
3. 小麦の種子中の総  $^{14}\text{C}$  は 0.02ppm、総  $^3\text{H}$  は 0.004ppm であった。
4. いねを用いた物質収支試験における  $^{14}\text{C}$  回収率は 98、104%であったが、 $^3\text{H}$  回収率は  $^3\text{H}_2\text{O}$  の蒸発のため損失が大きく 36、12%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アグロカネショウ株式会社にある。

④ 水稲におけるジフルベンズロンの代謝

(資料 M-7)

試験機関 :Ricerca  
(米国) [GLP 対応]  
報告書作成年 :1997 年

供試標識化合物: [ <sup>-14</sup>C]ジフルベンズロン  
[ <sup>-14</sup>C]ジフルベンズロン

構造式:

\*: 標識位置

#: 標識位置

化学名: 1-(4-クロロフェニル)-3-(2,6-ジフルオロベンゾイル)尿素  
別名: ジフルベンズロン  
比放射能:  
放射化学的純度:

標識位置の選定理由:

供試植物: 水稲(品種:Mars)

供試水稲は、以下の条件を用いて温室内で栽培した。

栽培容器: 直径約 20 cm の円筒形のポリエチレン製ポット

土 壤: Van Ness 表土(米国オハイオ州において採取した壤土、有機物含量 2.19%、pH 7.2)

移 植: 播種後 28 日(3~5 葉期)の苗 1 株(植物 4~6 本)をポットに移植

湛 水 深: 3~5 cm(出穂後の 20~30 日間は減水し、収穫前 2 週間には落水した)

条 件: 温室内(温度:夜 21~日中 23°C、光周期:14 時間の明/10 時間の暗)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

方 法:

1) 散布処理液の調製

標識体を非標識体で希釈して、比放射能を と同様に HPLC で分析した後、両標識体を 1:1 で混合して試験に用いた。次項に示した通常及び過剰薬量試験用に、フロアブル剤のブランク製剤を用いて散布処理用の濃度の異なる(3 倍差)製剤を調製し、これを水で適切に希釈して最終濃度が 6 倍異なる 2 つの散布処理用溶液(共に、約 50 ガロン/エーカーの散布液量に相当)とした。

2) 散布処理薬量、時期及び方法

試験は、通常薬量及び過剰(6 倍)薬量を用いた 2 つの処理区及び対照区で構成した。以下に、薬剤処理区における試料調製の概要を示す。

区 名	処 理 薬 量 (有効成分のポンド/エーカー)	処理時期	処理方法
通常薬量	0.25	移植後 10 日 (3~5 葉期)	茎葉散布
過剰薬量	1.5		茎葉散布

薬剤処理は、上記の散布処理用溶液のそれぞれをサイフォン型エアロゾル散布器を用いて、それぞれの区の必要数のポットに移植した植物に茎葉散布して行った。対照区は無処理とした。

3) 試料の採取及び前処理

試験では、3つの時期に各区から水稻試料を採取した。その採取時期、採取方法及びその後の抽出前までの操作手順を下表に示す。

試料採取時期	試 料 名	採 取 方 法	その後の操作手順
処理後 0 日	葉 部	土壌表面の位置で、植物の一部を刈り取り	散布処理の確認のための燃焼(放射能測定のみ)
処理後 30 日	未成熟植物	土壌表面の位置で、植物全体を刈り取り	全体を細切して均質化
収穫期 (処理後 109 日)	成熟植物		一部を、穀粒及び基部(穀粒を採取した後の穂部を含む稲わら)に分別してプールし、粉碎または細切して均質化。 残りは冷蔵保存

4) 分析法(図 1 に、穀粒についての抽出・分析フローシートを示す)

① 穀粒試料についての操作手順

粉碎し均質化した穀粒試料約 50 g を、ホモジナイザーを用いてメタノール/水(4:1、試料 1 g

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

当り 5 mL の液量、酢酸 1% 添加)により抽出した。減圧ろ過後、抽出残渣をメタノールを用いて洗浄し、上記抽出操作をもう 1 回繰り返した。それぞれのろ液中の放射能を、液体シンチレーション計数(LSC)により測定した後、全ての抽出液を合わせて濃縮した。上記操作からの残渣を、アセトニトリル/水(1:1、試料 1 g 当り 5 mL の液量、1 N 塩酸添加)により同様に 1 回抽出した(均質化後に超音波処理を追加)。抽出液の総放射能含有量を LSC により測定した後に、濃縮した。抽出後の残渣は、風乾した後に燃焼して非抽出性放射能を測定した。上記で得られた 2 種の濃縮液について LSC により計数し、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)により分析した。

② 成熟期の茎部試料についての操作手順

細切し均質化した茎部試料約 10 g を、ホモジナイザーを用いてアセトニトリル(試料 1 g 当り 10 mL の液量)により抽出した。減圧ろ過後、抽出残渣をアセトニトリルを用いて洗浄し、上記抽出操作をもう 1 回繰り返した。それぞれのろ液中の放射能を、LSC により測定した後、両抽出液を合わせて濃縮した。上記操作からの残渣を、アセトニトリル/水(1:1、試料 1 g 当り 10 mL の液量)により同様に 2 回抽出した。抽出液について、それぞれ LSC により総放射能含有量を測定した後、濃縮した。上記操作からの残渣を、アセトニトリル/水(1:1、試料 1 g 当り 10 mL の液量、1 N 塩酸添加)により同様に 1 回抽出した(均質化後に超音波処理を追加)。抽出液について、LSC により総放射能含有量を測定した後、濃縮した。抽出後の残渣は風乾した後に、燃焼して非抽出性放射能を測定した。上記で得られた 3 種の濃縮液について、LSC により計数し HPLC により分析した。

③ 未成熟植物試料についての操作手順

細切し均質化した植物試料約 10~20 g を、ホモジナイザーを用いてアセトニトリル(試料 1 g 当り 5 mL の液量)により抽出した。減圧ろ過後、抽出残渣をアセトニトリルを用いて洗浄し、上記抽出操作をもう 1 回繰り返した。それぞれのろ液中の放射能を、LSC により測定した後、両抽出液を合わせて濃縮した。上記操作からの残渣を、アセトニトリル/水(1:1、試料 1 g 当り 10 mL の液量、酢酸 1% 添加)により同様に 1 回抽出した。抽出液について、LSC により総放射能含有量を測定した後、濃縮して上記茎部試料と同様に分析した。抽出後の残渣は真空乾燥した後に、燃焼して非抽出性放射能を測定した。

④ 代謝物の単離及び精製並びに特徴付け

代謝を受けていない親化合物及び代謝物を、過剰薬量区からの選抜した茎部及び穀粒抽出液から単離した。

親化合物:

茎部のアセトニトリル抽出液から、今回の試験に用いた数多くの HPLC 条件の中の 1 つを用

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

いて多数回注入して単離した。単離した画分の精製は、異なる HPLC 条件の幾つかを用いて行い、単離物の同定は親化合物標準品とのクロマトグラフィー及びマススペクトロメトリー (MS) により行った。

親化合物と同様の方法により茎部のアセトニトリル抽出液から単離し、精製及び同定した。

は、穀粒のメタノール:水:酢酸抽出液からも同様の方法により単離、精製及び同定した。

HPLC では分離しない穀粒及び茎部の水性抽出液中の画分:

両試料中の分離しない画分は、それぞれの抽出液を別々に酸(1.0 N 塩酸、80°C、1 時間)続いて塩基(1.0 N 水酸化ナトリウム、40°C、16 時間)加水分解処理した後に、HPLC 及び/または薄層クロマトグラフィー(TLC)により特徴付けした。

溶媒抽出後の残渣、その他の代謝物の抱合体及び他の酸処理後の単離物:

塩基または酸処理、HPLC による画分の採取、酢酸エチルとの分配、酵素(プロテアーゼ)処理、硫酸処理などを行った後に、同様に特徴付けした。

穀粒中の非抽出性残留の特徴付け:

常法により、タンパク質、デンプン及びリグニン画分へ分画して特徴付けした。糖についてはオサゾン誘導体化後に解析した。

#### ⑤ 放射能の検出及び測定

展開後の TLC プレート上の放射能の定量にはイメージングスキャナーを用い、未成熟植物、収穫期の穀粒及び茎部並びに各抽出後の残渣中の放射能の測定は、燃焼後の LSC 分析によった。

結 果:

#### 1) 総放射能残留

成熟期の穀粒(玄米)、茎部(稲わら)及び処理後 0 及び 30 日目に採取した未成熟植物中の総放射能残留(TRR)を、燃焼分析して測定した結果を次表に示した。

表 1 未成熟植物、穀粒及び茎部中の総放射能残留(3 連の平均)

試 料	親化合物相当の ppm	
	通常薬量区	過剰薬量区
未成熟植物( 0 日目)	132.6	755.0
未成熟植物( 30 日目)	0.901	16.646
成熟期の穀粒	0.091	0.663
成熟期の茎部	1.048	9.001

この結果は、茎部中の TRR が穀粒中の TRR の約 10~15 倍であり、処理した親化合物由来の

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

放射能の極めて少量部分が、茎葉部から穀粒に移行することを示している。成熟期の茎部中における残留が比較的低いのは、生長による希釈及び暴露された茎葉部からの老化による損失に起因するものである。

2) 穀粒及び茎部中の放射能残留の抽出性画分への分布

両試料中の放射能残留の抽出性画分への分布を下表に示した。

表 2 成熟期の植物中残留の抽出性画分への分布

試料	画分	通常薬量区		過剰薬量区	
		ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
穀粒	メタノール:水:酢酸	0.019	21.2	0.176	26.5
	アセトニトリル:水:塩酸	0.005	5.2	0.033	5.0
	非抽出性	0.062	67.9	0.401	60.5
	合計	0.086	94.3	0.610	92.0
茎部	アセトニトリル	0.538	51.3	5.599	62.2
	アセトニトリル:水:酢酸	0.169	16.1	1.395	15.5
	アセトニトリル:水:塩酸	0.038	3.6	0.306	3.4
	非抽出性	0.193	18.4	1.539	17.1
	合計	0.937	89.4	8.839	98.2

この結果から、穀粒中の TRR の約 26(通常薬量区)及び 32%(過剰薬量区)が抽出性であり、茎部中では両区共に大部分(71~81%)が抽出性であった。穀粒及び茎部試料から回収された総放射能残留は、表 1 に示した燃焼分析の値と良好に一致している。

3) HPLC によるプロファイル化の結果

穀粒;

水性メタノール及び水性アセトニトリル抽出液の放射能検出-HPLC によるクロマトグラムから、通常薬量と過剰薬量区の試料は類似したプロファイルを示すことが判明した。分離した主要な放射能成分は として同定された。残りの放射能成分は、2 つの領域中に幅広いピークとして溶出した。

茎部;

茎部抽出液の HPLC プロファイルは、両区で類似していた。同定された放射能成分は親化合物及び であり、残りの放射能成分は穀粒と同様であった。

未成熟植物;

30 日目の植物試料からのアセトニトリル抽出後の HPLC 分析により、これらの試料は代謝物の同定には適切ではないことが判明した。

4) 代謝物の同定

親化合物及び ;

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

上記のように、茎部のアセトニトリル抽出液及び穀粒の水性アセトニトリル抽出液中において確認された。

マイナーな代謝物：

上記の幅広いピークとして溶出した放射能成分を、前記した種々の処理により変換して解析した結果、  
 の茎部及び穀粒中での存在並びに  
 の茎部中での存在が確認された。また、  
 が、酸処理後に主として穀粒中で少量ながら同定された。

5) 穀粒抽出液中の代謝物分布

通常薬量区及び過剰薬量区の穀粒中における抽出性放射能残留の分布を次表 3-1 及び 3-2 に示した。

表 3-1 穀粒中の代謝物分布(通常薬量区)

代謝物	メタノール:水の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
抽出性残留の合計	0.019	21.2	0.005	5.2	0.024	26.4
親化合物	<0.001	0.2	-	-	<0.001	0.2
	0.014	15.3	0.001	1.5	0.015	16.8
分離しない領域	0.003	3.4	0.002	2.6	0.005	6.0
極性の多成分領域	0.002	1.8	0.001	0.7	0.003	2.5
分散した領域	<0.001	0.5	0.001	0.4	0.004	0.9

表 3-2 穀粒中の代謝物分布(過剰薬量区)

代謝物	メタノール:水の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
抽出性残留の合計	0.176	26.5	0.033	5.0	0.209	31.5
親化合物	0.002	0.3	-	-	0.002	0.3
	0.132	19.9	0.014	2.1	0.146	22.0
分離しない領域	0.023	3.5	0.014	2.2	0.037	5.7
極性の多成分領域	0.017	2.5	0.004	0.6	0.021	3.1
分散した領域	0.002	0.3	0.001	0.1	0.003	0.4

表 3-2(過剰薬量区)中で比較的大きな割合(対 TRR%:5.7%)を占めている“分離しない領域”を酸処理して解析した結果を、次表に示した。

申請者注)通常薬量区の“分離しない領域”を酸処理した分析は未実施。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

表 4 分離しない多成分領域の酸処理後の代謝物分布(過剰薬量区)

代謝物	メタノール:水の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合 計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
分離しない領域 全体(表 3 から)	0.023	3.5	0.014	2.2	0.037	5.7
	0.006	1.0	0.004	0.5	0.010	1.5
	0.012	1.8	0.008	1.2	0.020	3.0
	0.003	0.5	0.002	0.4	0.005	0.9

6) 茎部抽出液中の代謝物分布

通常薬量区及び過剰薬量区の茎部中における抽出性放射能残留の分布を次表 5-1 及び 5-2 に示した。

表 5-1 茎部中の代謝物分布(通常薬量区)

代謝物	アセトニトリル画分		アセトニトリル: 水:酢酸の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合 計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
抽出性残留の合計	0.538	51.3	0.169	16.1	0.038	3.6	0.744	71.0
親化合物	0.347	33.1	0.029	2.8	0.001	0.1	0.377	36.0
	0.177	16.9	0.077	7.4	0.022	2.1	0.276	26.4
分離しない領域	0.007	0.7	0.037	3.5	0.004	0.4	0.048	4.6
極性の多成分領域	-	-	0.015	1.4	0.007	0.7	0.022	2.1
分散した領域	0.007	0.6	0.011	1.0	0.004	0.3	0.021	1.9

表 5-2 茎部中の代謝物分布(過剰薬量区)

代謝物	アセトニトリル画分		アセトニトリル: 水:酢酸の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合 計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
抽出性残留の合計	5.599	62.2	1.395	15.5	0.306	3.4	7.300	81.1
親化合物	3.607	40.1	0.149	1.7	0.013	0.1	3.769	41.9
	1.786	19.8	0.616	6.8	0.183	2.0	2.585	28.6
分離しない領域	0.090	1.0	0.461	5.1	0.038	0.4	0.589	6.5
極性の多成分領域	0.012	0.1	0.109	1.2	0.050	0.6	0.171	1.9
分散した領域	0.104	1.2	0.060	0.7	0.022	0.3	0.186	2.2

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネシヨウ株式会社にある。

上記の表中で比較的大きな割合(対 TRR%:6.5%)を占めている“分離しない領域”を酸処理して解析した結果を、下表に示した。

表 6 分離しない多成分領域の酸処理後の代謝物分布

代謝物	アセトニトリル: 水:酢酸の画分		アセトニトリル: 水:塩酸の画分		合 計	
	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%	ppm	対 TRR%
分離しない領域 全体(表 5 から)	0.461	5.1	0.038	0.4	0.499	5.5
	0.091	1.0	0.007	0.1	0.098	1.1
	0.175	1.9	0.021	0.2	0.196	2.1
	0.213	2.4	0.008	0.1	0.221	2.5

7) 穀粒中の非抽出性残留の特徴付け(過剰薬量区を用いて実施)

表 2 に示したように、成熟期の穀粒中の非抽出性残留は TRR の 60.5%を占めていた。この非抽出性残留を特徴付けするために、前記の各加水分解処理を用いて抽出後の残渣から放射能残留を遊離した。結果を下表に示した。

表 7 様々な加水分解処理により穀粒の抽出後の残渣から遊離した放射能残留%の比較

処 理	加水分解して 得られた放射能%	燃烧して 得られた放射能%	回 収 率 %
6 N 塩酸	51.4	45.5	96.9
プロテアーゼ	14.3	96.9	111.1
1 N 水酸化ナトリウム	57.4	23.7	81.1
72%硫酸	54.7	29.2	83.9

遊離された放射能残留量は約 14~57%の範囲にあり、そのいずれも酢酸エチルとの分配では有機溶媒相に移行せず、親化合物または 及び のような有機溶媒に可溶性代謝物には相当しないことを示していた。

8) 穀粒中の非抽出性残留の天然物成分中への分布(過剰薬量区を用いて実施)

穀粒中の非抽出性残留を、タンパク質、デンプン(グルコース)及びリグニン画分へ分画した結果を下表に示した。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

表 8 化学的特徴付けによる穀粒中の非抽出性放射能残留物の分布

画 分	ppm	総非抽出性残留 中に占める%	対 TRR%
穀粒中の総非抽出性 残留(燃烧分析による)	0.401	100.0	60.5
グルコース	0.202	50.4	30.5
タンパク質	0.079	19.7	11.9
リグニン	0.156	39.0	23.6

この結果から、溶媒抽出後の穀粒残渣中に残っている放射能の大部分は、親化合物の完全な分解によって生じた小さな分子が、穀粒中のデンプンを構成しているグルコース中に再び同化されたものであることが判明した。

9) 想定代謝経路

水稻の穀粒(玄米)及び基部(わら)中において同定された放射能残留に基づいて、水稻中におけるジフルベンズロンの代謝経路を図 2 のように想定した。なお、及びは土壤代謝物でもあり、一部が取り込まれて植物中に残留した可能性も考えられる。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

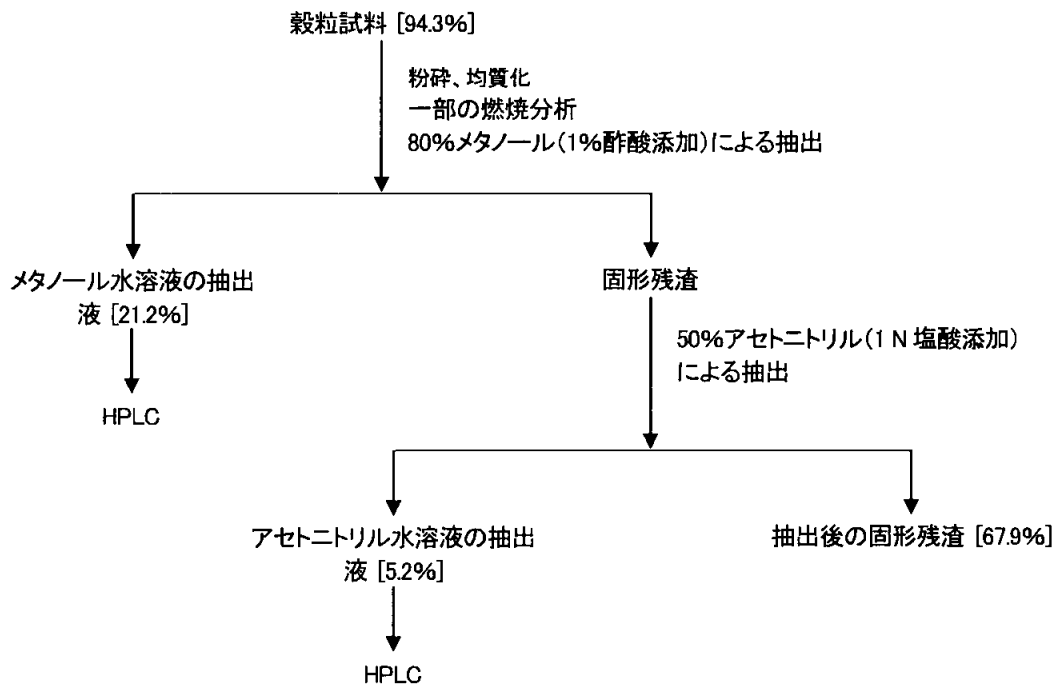


図1 成熟期穀粒の抽出・分析フローチャート

[ ] 内は、通常薬量区における放射能分布を示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

図 2 想定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

- ⑤  $^{14}\text{C}$  及び  $^3\text{H}$  標識ジフルベンズロンを処理した土壌で栽培した大豆、とうもろこし及びばれいしょの代謝試験

(資料 M-8)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1976 年

供試化合物:

化学構造、標識位置

化学名

1-(4-クロロ-U- $^{14}\text{C}$  フェニル)-3-(2,6-ジフルオロ-G- $^3\text{H}$  ベンゾイル)尿素

放射化学的純度、比放射能、合成者

環-U- $^{14}\text{C}$ :

環-G- $^3\text{H}$  :

Philips-Duphar

供試土壌:

Tollebeek 砂質土壌の土性は次の通りである。

クレー	シルト	砂	有機質含量	陽イオン交換容量	pH
14%	28%	58%	2.4%	14.3	6.8

供試作物:

とうもろこし Caldera ポットで3週間栽培後供試土壌の入った鉢に移した。

だいず Glycine Max ポットで3週間栽培後供試土壌の入った鉢に移した。

ばれいしょ Libertas 塊茎を供試土壌の入った鉢に直接植付けた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

方 法:

栽 培

10L 容量の 15 個の鉢に入った各 2kg の土壤に標識化合物 1.8mg 含有の懸濁液(粒子径 2  $\mu$ m 以下、5mL)を処理し、好氣的条件下の 20°C で水分含量は 40% に維持し、10 週間インキュベートした。10 週間後に無処理の土壤 10kg を各鉢に入れ混合し供試作物を植付けた。作物は 13~30°C (平均 21°C) の温室で、9 週間栽培した。無処理の土壤の鉢を対照群とした。

サンプリング

標識化合物処理後 0、2、8、15 及び 24 週に土壤を、植付け後 5 週(土壤処理後 15 週)及び 9 週(土壤処理後 19 週)に各作物の葉を採取した。植付け約 3 カ月後に各作物の葉、「だいず」の種子、「とうもろこし」の雌穂及び「ばれいしょ」の塊茎を採取した。

分 析

アセトニトリル中で磨砕均質化し、得られた残渣を熱 50%メタノールで 2 回抽出した。メタノール抽出後の残渣は燃焼分析にかけた。

抽出液の  $^{14}\text{C}$  と  $^3\text{H}$  は液体シンチレーション分析により、ジフルベンズロンは逆同位体希釈法により同定・定量した。また、抽出  $^{14}\text{C}$  を 2 種の展開溶媒を用いた TLC によりジフルベンズロン及び を同定・定量したが、 $^3\text{H}$  については微量のため TLC による検討は実施できなかった。

展開溶媒 1 クロロホルム:エタノール:酢酸=85:10:5 (v/v)

展開溶媒 2 ベンゼン:エタノール=90:10 (v/v)

結 果:

土壤に処理した  $^{14}\text{C}$ 、 $^3\text{H}$  及びジフルベンズロンの分析結果(ppm、2 反復平均)は次の表の通りである。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

土壌処理 後の経過 時間(週)	土 壤	抽 出 物			残 渣	
		<sup>14</sup> C	ジフルベン ズロン	<sup>13</sup> H	<sup>14</sup> C	<sup>3</sup> H
0	植付け前の鉢	0.9	0.9	0.9	<0.05	<0.05
2	植付け前の鉢	0.6	0.1	0.4	0.2	0.05
8	植付け前の鉢	0.4	<0.01	0.4	0.2	0.05
15*	とうもろこしの鉢	0.04	<0.01	0.03	0.08	0.02
	だいの鉢	0.04	<0.01	0.03	0.08	0.02
	ばれいしょの鉢	0.03	<0.01	0.03	0.07	0.02
24*	とうもろこしの鉢	0.01	—	0.005	0.08	0.01
	だいの鉢	<0.01	—	<0.005	0.12	0.01
	ばれいしょの鉢	0.02	—	<0.005	0.10	0.02

—:未分析 ※各々植付け後5および15週

植物中の放射能測定結果(ppm、5反復平均、但し5週は混合物)は次の通りである。

作 物	分析部位	植付け後の 経過時間(週)	抽 出 物		残 渣	
			<sup>14</sup> C	<sup>13</sup> H	<sup>14</sup> C	<sup>3</sup> H
だいず	葉	5	0.15	0.15	<0.01	0.01
		9	0.07	0.04	<0.01	<0.01
		13	<0.05	<0.02	0.06	0.01
	子実	13	<0.05	<0.02	0.07	0.02
とうもろこし	葉	5	0.09	0.02	<0.005	<0.005
		9	0.08	0.06	<0.005	<0.005
		16	<0.05	<0.02	<0.005	<0.005
	雌穂	16	<0.05	<0.02	<0.005	<0.005
ばれいしょ	葉	5	0.05	0.18	<0.005	<0.005
		9	0.09	0.14	<0.005	<0.005
		12	<0.02	<0.02	<0.005	<0.005
	塊茎	12	<0.005	<0.005	<0.002	<0.002

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

TLCによる代謝物の検索結果は次の通りである。

作物	分析部位	展開溶媒		TLCのRf値(2種の展開溶媒)		
		1	0			ジフルベンズロン
				0.43	0.55	0.75
		2	0	0.15	0.35	0.55
だいず	葉		++	+	-	-
	子実		+	-	-	±
とうもろこし	葉		±	+	+	±
	雌穂		-	±	±	-
ばれいしょ	葉		+	-	+	-
	塊茎		-	-	-	-

++、+、±:スポットの濃淡により区別した。

-:スポットは認められなかった。

本試験の結果は以下のように要約される。

1. 砂質土壌中のジフルベンズロンは8週後には検出限界以下(<0.01ppm)になり、その代謝が認められ、一部は土壌に吸着され、抽出されなかった。
2. ジフルベンズロンを処理した土壌中で栽培した「だいず」、「とうもろこし」及び「ばれいしょ」の葉中の放射能は5週後最高0.18ppmとなったが、時間とともに減少し約3ヵ月後はほとんど検出限界以下(<0.02ppmまたは<0.05ppm)となった。
3. 可食部位の放射能は「だいず」の抽出残渣中で<sup>14</sup>Cの0.07ppm、<sup>3</sup>Hの0.02ppmが認められたが、「とうもろこし」及び「ばれいしょ」では認められなかった。
4. の他に2種のマイナーな代謝物(Rf値0-0、0.55-0.35)がTLC上にわずかに認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

⑥  $^{14}\text{C}$  標識ジフルベンズロンの棉、土壌及び後作物における代謝試験

(資料 M-9)

試験機関: 米国農業研究所

報告書作成年: 1978 年

文献名: J. Agric. Food Chem. 26, 3 515~520(1978)

供試標識化合物:

化学構造、標識位置

化合物名

1-(4-クロロ- $U\text{-}^{14}\text{C}$  フェニル)-3-(2,6-ジフルオロ- $U\text{-}^{14}\text{C}$  ベンゾイル)尿素

比放射能

放射化学的純度

非標識標準化合物:

diflubenzuron [A]

供試作物: 棉(Stoneville 213) 前作物

小麦、コラード、はつかだいこん、ぶちいんげんまめ 後作物

供試土壌: 細砂質土壌



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

方 法:

1. 圃場の棉の葉における運命(1回処理)

$^{14}\text{C}$  標識化合物を5倍量の25%水和剤で希釈し、1000ppm濃度の懸濁液を調製して展葉した各葉の上側に100 $\mu\text{L}$ ずつマイクロシリンジを用いて均一に塗布した。処理後0、1、3、7、14及び21日に3葉を無作為に採取した。葉の表面に付着している化合物はメタノールで洗浄し、その後90%アセトンで葉の組織内化合物を2回抽出した。抽出残渣は燃焼法により放射能を測定した。各抽出液は放射能を測定後、TLCの二次元展開を行いオートラジオグラフィと標品との比較を行い位置を確認後放射能を液体シンチレーションカウンターで測定した。

2. 圃場の棉葉における運命(多数回処理)

圃場に一部を食草性害虫を防ぐためプラスチック製スクリーンで覆い1区1.7 $\text{m}^2$ の試験区を2区作った。1区は約5日間隔で6回(7月23日~8月16日)、他の区は10回(7月23日~9月4日)散布した。毎回 $^{14}\text{C}$ 標識化合物を20倍量の25%水和剤で希釈したジフルベンズロン70g、クroppオイル9.35L、水93.5L/ha相当量の懸濁液を散布した。9月23日に落葉を含むすべての葉を採取した。10月18日は新葉、種子、リント及び根の付いた茎を採取した。各試料は燃焼法により放射能を測定した。

3. 太陽光による分解

温室栽培した棉の葉上にクroppオイルの乳化液で希釈した500ppm濃度の $^{14}\text{C}$ -標識化合物(25%水和剤)100 $\mu\text{L}$ をマイクロシリンジで均一に処理した。棉は野外で最高28日太陽光に暴露し、夜間降雨を防ぐため保護した(14~28日の間に計画外の降雨量10mmがあった)。0、7、14及び28日に葉を採取してメタノールで洗浄し、洗浄液は液体シンチレーションカウンターで、洗浄後の葉中の放射能は燃焼法で測定した。シリカゲル板上に680dpm/ $\mu\text{g}$ の標識化合物をアセトン溶液で処理した。棉と同様太陽光に暴露し経時的に採取したシリカゲルをメタノールで抽出し、残渣とともに液体シンチレーションカウンターで放射能を測定した。

4. 土壌中の代謝

棉を収穫した後の各試験区の対角線上の3~5カ所から無作為に土壌コア(直径2.2 $\times$ 深さ22.9cm)を採取した。各土壌コアは深度により3分した。土壌は棉を抜き取り(10月)後1カ月、3カ月、6カ月、8カ月及び10カ月後に採取し、燃焼法により放射能を測定した。また、棉抜きと後6カ月に採取した土壌を酢酸エチル、アセトン、メタノール及び95%アセトンで順次抽出し、TLC、HPLC及び質量分析

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

を行い、代謝物を同定・定量した。1976年11月棉の植物標本を土壤に混合した。

#### 5. 後作作物及び雑草中の残留量

棉の植物標本を土壤に混和し、約3週間後小麦及びコラードの苗を植付け、翌年春には「はつかだいこん」及び「ぶちいんげんまめ」の種子を植え付けた。その他雑草も燃焼法によって放射能を測定した。

### 結 果:

1. 圃場の棉の葉に1回塗布した場合のジフルベンズロンの代謝・分解(%)は次表のとおりである。

経過日数	0	1	3	7	14	21*
葉の表面	98.2	89.6	88.6	89.2	87.4	22.7
葉の組織	1.8	2.8	2.5	2.2	4.8	6.8
抽出残渣	0.0	0.1	0.1	0.1	0.5	0.4
消 失	0.0	7.5	8.8	8.5	7.3	70.1

\*経過日数 14~21 日の間に約 76mm の降雨があった。

葉の表面及び内部の放射能は二次元 TLC でジフルベンズロンのみであることを確認した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

2. 葉に多数回塗布した棉の収穫時の部位別の残留量は次の通りである。

濃 度		ppm(乾重)ジフルベンズロン換算(±SE)	
分析部位	\ 散布回数	6 回	10 回
種 子 (酸によって綿毛を除去 したもの)	全 体	<0.01	0.02±0.1 (<0.01)
	種 皮	<0.01	<0.01 (0.02±0.01)
	種子内部	<0.01	<0.01 (<0.01)
実 綿	全 体	<0.01	0.02±0.00 (0.02±0.02)
	種 皮	<0.01	<0.01 (0.01±0.01)
	種子内部	<0.01	<0.01 (<0.01)
葉 (散布時)		37.62±3.93	106.91±17.38
新 葉 (散布後)		0.60±0.3	1.38±0.64
稈、根及び宿存がく		0.76±0.12	3.29±2.21
全 体		17.22±4.61	50.90±8.32
綿 花		0.23±0.40	0.52±0.44 (0.31±0.20)

( ) 内は裂けた蒴

3. 太陽光による分解

棉の葉上及びシリカゲル上の太陽光による変化(%)は次の通りである。

対象と分画 \ 経過日数		0	7	14	28
棉	葉の表面	97.7	78.6	64.5	55.7
	葉の組織	2.3	6.8	5.9	6.8
	消 失	0.0	14.6	29.6	37.5
シリカゲル	メタノール抽出物	99.7	—	70.9	46.4
	ゲル残留物	0.3	—	0.6	0.8
	消 失	0.0	—	28.5	52.8

—: 検査せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

4. 土壌中の経時的残留量(ppm±SE)は次の通りである。

散布回数	採取日\ 深土(cm)	1976年		1977年			
		10/20	11/23*	1/21	4/29	7/3	9/12
6回	0~7.5	0.07±0.02	0.1±0.02	0.04±0.01	0.05±0.01	0.04±<0.01	0.02±<0.01
	7.5~15.0	<0.01	<0.01	0.02±0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	15.0~22.5	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
10回	0~7.5	0.12±0.03	0.30±0.04	0.29±0.05	0.30±0.06	0.13±0.01	0.10±0.01
	7.5~15.0	<0.01	<0.01	0.05±0.02	0.14±0.03	0.03±<0.01	0.01±0.01
	15.0~22.5	<0.01	<0.01	0.02±0.01	<0.01	<0.01	<0.01

\* 1976年11月1日に採取した棉の検体の90%を土壌に混和した。

5. 後作物・雑草中の残留量は次表の通りである

作物・雑草名		収穫日	残留量(ppm)±SE	
			6回散布	10回散布
コラード		1977年3月1日	0.04±0.01	0.09±0.00
雑草*1		1977年3月1日	0.11±0.01	0.17±0.02
雑草*2		1977年3月1日	0.06±0.02	—
ぶちいんげんまめ	未熟	1977年4月5日	0.03±0.00	0.10±0.00
	さや	1977年4月29日	<0.01	<0.01
	さやを除く	1977年4月29日	0.02±0.01	0.12±0.01
	種子	1977年5月24日	<0.01	0.04±0.01
	包皮	1977年5月24日	0.03±0.01	0.11±0.01
	種子包皮を除く	1977年5月24日	0.03±0.01	0.16±0.01
はつかだいこん	はつかだいこん	1977年4月5日	0.05±0.01	0.16±0.01
	地上部	1977年4月5日	—	0.09±0.01
	根部	1977年4月5日	—	0.06±0.01
小麦	穂	1977年5月24日	<0.01	<0.01
	穂を除く部分	1977年5月24日	0.01±0.00	0.01±0.00

\*1 native grass \*2 native weeds



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

⑦  $^{14}\text{C}$  標識ジフルベンズロンを用いた後作物(たまねぎ、キャベツ、小麦)の残留試験

(資料 M-10)

試験機関: Analytical Development Co.

報告書作成年: 1976 年

供試標識化合物:

化学構造、標識位置

化合物名

1-(4-クロロ-U- $^{14}\text{C}$  フェニル)-3-(2,6-ジフルオロ-U- $^{14}\text{C}$  ベンゾイル)尿素

比放射能

放射化学的純度

供試作物:

たまねぎ、キャベツ、小麦

方法:

2×6 フィート(61×183cm)の試験区に地中 15 インチ(33cm)まで鉄板で区画し、1975 年 8 月 20 日及び 9 月 4 日に  $^{14}\text{C}$  標識ジフルベンズロン含有の 25%水和剤を有効成分として 0.06 ポンド/エーカー(6.6g/10a)の割合で計 2 回、1 エーカー当たり 55 ガロン(51 L/10a)の懸濁液として土壤表面に均一に散布した。1975 年 11 月初めに供試作物 3 種を植付け、1976 年 1 月の第 3 週に葉を少量採取、細切し分析するまで  $-10^{\circ}\text{C}$  で保存した。分析は燃焼法により放射能を測定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

結 果:

各作物 2 検体の平均は次表の通りである。

作 物	平均 dpm	対照区との差	dpm/gr	ppm ジフルベンズロン 換算
対照(大豆)*	50.5	—	—	—
たまねぎ	77	26.5	89.9	<0.01
キャベツ	85	34.5	117.8	<0.01
小 麦	48	-2.5	ND	—

\*対照に標準品を添加した時の回収率は 109、100%であった。

本試験の結果は次のように要約される。

ジフルベンズロンは処理した土壌で栽培した、たまねぎ、キャベツ及び小麦中に吸収・移行することはなく、代謝物を含めたジフルベンズロンの残留量は 0.01ppm 以下であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

⑧ ジフルベンズロンの土壌代謝物  $^{14}\text{C}$  標識  
の植物代謝試験(取込み及び移行)

を用いたトマト及びそらまめ

(資料 M-11)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1978 年

供試標識化合物:

化学構造、標識位置、化合物名

比放射能

供試作物:

トマト 栄養液で 6 週間栽培

そらまめ 栄養液で 10 週間栽培

方 法:

1) 木質部汁液及び栄養液中の濃度

栄養液で 6 週間栽培させたトマトを根から 10cm の位置で切断し、 $^{14}\text{C}$  標識

(以下 )0.7mg/L を含む栄養液に浸漬し根圧による木質部汁液を

採取した。同様に処理したトマトを脱イオン水中に浸漬し対照とした。試験期間中の  
栄養液はエアレーションを行った。栄養液及び木質部汁液を 1、2、3、6 日後に採取し、  
放射能を液体シンチレーションカウンターにより測定した。また、植物を浸漬せずにエ  
アレーションを行った栄養液中の放射能も測定した。試験は 3 連制で実施した。

2) 吸収・分布

そらまめ(I);

1mg/L 含む栄養液に 4 日及び 7 日浸漬し、莖葉部及び根部に分け試料を還流  
温度のアセトニトリルで 2 回、50%メタノールで 1 回抽出し、放射能を測定した。抽出残  
渣は燃焼法により測定した。7 日間浸漬した植物の抽出液は、濃縮後 TLC で代謝物  
の確認を行った。

そらまめ(II);



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

0.5mg/L を含む栄養液に 3 日間浸漬した区及びその後 を含まない栄養液に 3 日間浸漬した区の茎葉部及び根部に分けて分析した。

の検出のため分析過程で の分解を防ぐため、(I)とは異なり温室でアセトニトリル抽出後、還流温度で 2 回再抽出した。試料中の放射能は液体シンチレーションカウンター及び燃焼法により測定した。

### 3) 代謝物の定量

TLC 及び逆同位体希釈法により分析した。

## 結 果:

- 1) トマトにおける木質部汁液及び栄養液中の 濃度(ppm)の結果は次の通りである (3 本平均)。

経過日数	栄養液	木質部汁液	植物浸漬しない 栄養液
0	0.69	—	0.69
1	0.50	0.01	0.70
2	0.49	0.12	0.71
3	0.49	0.23	0.75
6	0.50	0.36	0.84

1、2、3、6 日目の木質部汁液中濃度は栄養液中濃度の 2、24、47、72%であった。植物浸漬しない対照の栄養液中の濃度の上昇はエアレーションによる水の蒸発による。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

2) そらまめにおける取込み及び分布割合(%)の概要は次の通りである(3本平均)。

経過日数	処理量 ( $\mu\text{g}/\text{植物}$ )	栄養液か らの取込 み量 (%)	取込み量に対する割合(%)				
			茎葉部		根部		
			抽出	残渣	抽出	残渣	
I	3	225	27	77	2	13	8
	7	225	59	82	2	11	5
II	3	133	24	78	3	16	3
	3*	133	17	87	8	3	2

\*3日間 栄養液浸漬後、3日間 の入っていない栄養液に浸漬。

3) 代謝物 の定量結果は次の通りである。

	$\mu\text{g}/\text{L}$	$\mu\text{g}/\text{植物}$	投与量に対する%
	0日の栄養液	1.3	—
3日後の栄養液	0.7	—	0.11
茎葉部抽出物	—	<0.07	<0.3
根部抽出物	—	<0.07	<1.3
茎葉部抽出物*	—	<0.07	<0.3
根部抽出物*	—	<0.07	<9.5

\* 浸漬後、3日間栄養液に浸漬

本試験の結果は以下のように要約される。

- ジフルベンズロンの代謝物の1つの は植物の根より速やかに吸収され、  
根部における濃度の3~5倍茎葉部に存在した。
- の代謝物と想定される は根部・茎葉部には存  
在せず、 $^{14}\text{C}$ の大半は 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アグロカネショウ株式会社にある。

⑨ ジフルベンズロンの主要代謝物<sup>14</sup>C 標識  
試験(根からの吸収)

を用いたトマトの植物代謝

(資料 M-12)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1978 年

供試化合物:

化学構造、標識位置

化合物名

比放射能

供試作物: トマト

方法: 6週間栄養液で生育させたトマトを根部から10cmの位置で切断し、<sup>14</sup>C 標識  
1.8mg/L を含む栄養液中に浸漬し、木質部汁液を採取した。同様に  
処理したトマトを蒸留水中に浸漬し、対照とした。試験期間中の栄養液はエアレーシ  
ョンを行った。栄養液及び木質部汁液を1、2、3、6日後採取し、放射能を液体シンチ  
レーションカウンターで計測した。試験は3連制で実施した。また、同様に処理したト  
マトと溶液をデシケーター中(密閉系)に6日間置き、CO<sub>2</sub>を捕集し、放射能を測定し  
た。

結果: 溶液及び木質部汁液の 経日変化は次表の通りであった。

経過日数	(ppm)	
	溶 液	木質部汁液
0	1.78	—
1	1.47	0.01
2	—	0.01
3	1.20	0.02
6	0.87	0.03

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

6日後の溶液と<sup>14</sup>C<sub>2</sub>の放射能の割合(%)は次の通りである。

測定部分	対 照 (植物なし)	植物浸漬
溶 液	99.5	32.6
<sup>14</sup> C <sub>2</sub>	1.7	34.7

の水溶液は6日間安定であり蒸発もしないことを確認している。また、対照と比較して木質部汁液の量及びトマトの存在によって影響を受けなかった。

本試験の結果は次のように要約される。

は植物に由来する酵素により脱炭酸される。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

### 3. 土壌中運命に関する試験

①  $^{14}\text{C}$  及び  $^3\text{H}$  標識ジフルベンズロンを用いた土壌及び水中における代謝試験

(資料 M-13)

試験機関: Philips-Duphar(オランダ)

報告書作成年: 1975 年

供試標識化合物:

化合物番号	化学構造、標識位置	化学名	放射化学的純度	比放射能 (mCi/mmol)
I				
II				

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

供試非標識化合物：

供 試 土 壤：7種の畑地土壌及び3種の湛水土壌は次表のとおりである。

採取場所	土性名	粘土	シルト	砂	有機質含量	pH(KCl)
Tollebeek	砂壤土 I	14	28	58	2.4	6.8
Hatzenbuhl	砂壤土 II	6	7	87	3.8	7.2
Schinnen	シルト質埴壤土	16	77	7	2.3	6.0
's-Graveland	砂 土 I	3	4	93	2.5	5.3
Hatzenbuhl	砂 土 II	3	3	94	0.6	7.7
Ophemert	埴 土	55		45	5.9	5.9
Boskoop	泥 炭 土	62		18	24.4	5.1
Nederhorst	湛 水 埴 土	34	63	3	7.6	7.2
den Berg	湛水泥炭土	13	28	28	30.6	4.7
Tollebeek	湛水砂壤土	12	36	52	3.2	7.4

供 試 水：天然水は湛水埴土と湛水泥炭土を採取した場所；Nederhorst den Berg の汚染されていない掘から採取した。

試 験 方 法：

1. 土 壤

(1) 好気的実験

実験1；最大容水量の40%になるように土壤水分を調整した後、3種類の畑地土壌(砂壤土I、シルト質埴壤土及び砂土I)各100gを300mLの三角フラスコに入れ、平均粒子径 $2\mu$ にした標識化合物IIとIIIの1:1混合物の懸濁液を有効成分として $1\mu\text{g}/\text{土壤}1\text{g}$ の割合で添加した。フラスコはポリエチレン製の箱に入れ、暗黒中で $20\pm 1^\circ\text{C}$ に保った。箱の内側はぬれた濾紙で覆い、試験期間中土壤が乾燥するのを防いだ。また、 $^{14}\text{CO}_2$ と揮発性有機分解物を捕集するため、グリコールモノエチルエーテルとエタノールアミンの容量比1:4の溶液を入れた2個の洗気びんをフラスコに連結した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

実験 2; 2 種類の畑地土壌(砂壤土 II 及び砂土 II)各 100g に平均粒子径  $2\mu$  にした標識化合物 II を添加し、その後は実験 1 と同様の操作をした。

実験 3; 3 種類の畑地土壌(砂土 I、埴土及び泥炭土)各 100g に平均粒子径を  $10\mu$  にした標識化合物 I を添加し、その後は実験 1 と同様の操作をした。

## (2) 嫌気の実験

実験 1; 砂壤土 I (畑地土壌)の 100g を窒素で密封した 300mL の三角フラスコに入れ、平均粒子径  $2\mu$  にした標識化合物 II と III の 1:1 混合物を添加し、その後は好気の実験と同様の操作をした。

実験 2; 3 種類の湛水土壌(泥炭土、埴土及び砂壤土)各 100g を 500mL の三角フラスコに入れ、平均粒子径を  $2\mu$  にした標識化合物 II と III の 1:1 混合物を添加後、天然水 300mL を加え、その後は好気の実験と同様の操作をした。

## (3) 加熱殺菌実験

砂土 I (畑地土壌)を  $120^{\circ}\text{C}$  で 1 時間、24 時間間隔で 2 回加熱殺菌し、標識化合物 II を  $1\mu\text{g/g}$  (1ppm) の濃度で添加後  $20^{\circ}\text{C}$  に保った。

## 2. 天然水

天然水(pH 約 7)1.8L を 2L の三角フラスコに満たし、0.1ppm になるように標識化合物 IV のアセトン溶液を加え、通気して好気的狀態に保った。

上記実験でジフルベンズロンを土壌及び水に処理後一定期間毎に土壌及び水の残留放射能を液体シンチレーションカウンターと燃焼法により測定し、代謝物は TLC、質量分析法及び同位体逆希釈法で同定した。

## 試験結果:

1) 土壌及び水中の分解;

結果の概要を次表に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

(1) 土壌中

試験の種類	実験	化合物名	平均粒子径	土壌の種類	ジフルベンズロンの半減期
好氣的 実験	1	II + III	2 $\mu$	砂壤土 I	3 日
				シルト質埴壤土	$\leq$ 4 日
				砂土 I	$\leq$ 4 日
	2	II	2 $\mu$	砂壤土 II	4 日
				砂土 II	3 日
	3	I	10 $\mu$	砂土 I	約 16 週間
埴土				約 12 週間	
泥炭土				約 8 週間	
嫌氣的 実験	1	II + III	2 $\mu$	砂壤土 I	$\leq$ 4 日
				湛水泥炭土	$\leq$ 6 日
	2	II + III	2 $\mu$	湛水埴土	$\leq$ 4 日
				湛水砂壤土	$\leq$ 3 日
加熱殺菌実験		II	—	砂壤土 I	4 週間後の ジフルベンズロン 回収率 (殺菌) 94% (無殺菌) 2%

(2) 水中

化合物番号	ジフルベンズロンの半減期
	約 4 週間

上記の結果からジフルベンズロンの分解は平均 2  $\mu$  の粒子径で好氣的、嫌氣的あるいは畑地、湛水土壌の種類にかかわらず半減期は 3~6 日と短かった。しかしながら粒子径が平均 10  $\mu$  になると半減期は 8~16 週間と長くなった。また、ジフルベンズロンは加熱殺菌した土壌中での分解は遅く、分解は主に微生物によるものと考えられる。

また、水中ではジフルベンズロンの分解は土壌中と比べ遅く、半減期は約 4 週間であった。

2) 代謝物の同定

(i) 土壌

供試した畑地土壌(砂壤土 I、II、砂土 I、II 及びシルト質埴壤土)ではジフルベンズロンの主な代謝物は 及び であ



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

り、その他に微量の が認められたが、短時間で、  
に分解した。この化合物は脱炭酸及び環開裂を受け半  
減期約 4 週間で CO<sub>2</sub>と水に分解する。また、 は時間とともに  
土壌に結合する化合する化合物に半減期 2~3 カ月で分解し、土壌結合物を無水酢  
酸と過熱したところ、一部の土壌から が検出された。

(2) 水

天然水を用いたジフルベンズロンの主な代謝物は、土壌に場合と同様、  
及び であった。

本試験の結果は次のように要約される。

1. ジフルベンズロンの好氣的及び嫌氣的土壌中で 3~6 日の半減期で分解した。嫌氣性湛水  
土壌中も同様の分解速度であった。
2. 土壌中の主な分解は微生物によるものであった。
3. 天然水中の分解は土壌中より遅く半減期は約 4 週間であった。
4. ジフルベンズロンの粒子径は分解速度に著しく影響し、平均粒子径 10 μ の土壌中の半減期は 8  
~16 週間となった。
5. 土壌及び水中の主な代謝物は 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アグロカネショウ株式会社にある。

② 好氣的土壤中運命試験

(資料 M-14)

試験機関 : Ricerca Biosciences, LLC (米国)

[GLP 対応]

報告書作成年 : 2008 年

供試標識化合物 :

化学名	1-(4-クロロフェニル)-3-(2,6-ジフルオロゾベンゾイル)尿素	
名称	ジフルベンズロン	
標識化合物名 (2種類の標識化合物を使用)	[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズ ロン	[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズロン
略称	[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズロン	[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズロン
化学構造式及び標識部位 (*で表示)		
ロット番号		
放射化学的純度		
比放射能		

標識位置の設定理由:

供試土壌 : 土壌の仕様及び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。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

表1 供試土壌の物理化学的特性

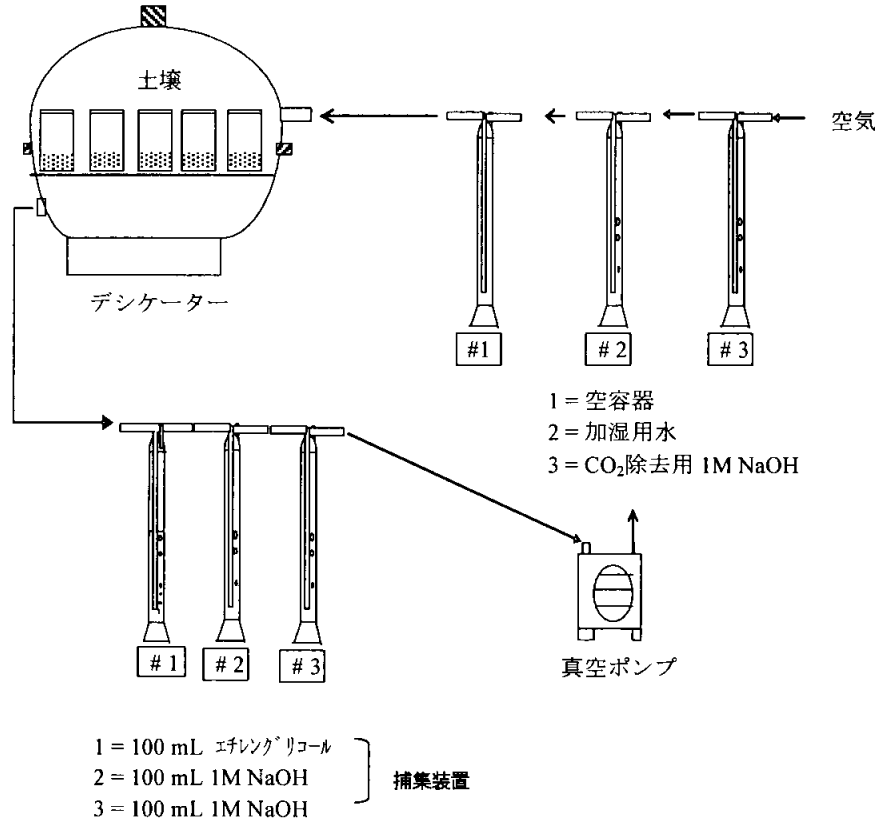
入手先	埼玉県農林総合研究センター園芸研究所 畑地圃場	
採取年月日 / 入手年月日	2007年4月25日 / 2007年6月21日	
pH (水)	6.9	
pH (KCl)	5.6	
pH (CaCl <sub>2</sub> )	6.2	
陽イオン交換容量 (cmol <sub>c</sub> /kg)	13.6	
有機炭素 (腐植 <sup>1</sup> ) (%)	0.86 (1.48)	
最大容水量 (%)	52.22	
粘土鉱物	クロライト, バーミキュライト	
粒径, 重量%	砂礫 (2.0 - 1.0 mm)	0.1
	粗砂 (1.0 - 0.5 mm)	0.6
	中砂 (0.5 - 0.25 mm)	2.8
	細砂 (0.25 - 0.10 mm)	16.0
	微粒砂 (0.10 - 0.05 mm)	22.3
	シルト (0.05 - 0.002 mm)	45.2
	粘土 (<0.002 mm)	13.0
土性 (USDA 分類)	壤 土	

<sup>1</sup>腐植 = (有機炭素) x 1.724

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。試験系を通気装置付きのデシケーターに入れ、CO<sub>2</sub>フリーの加湿空気を通気して 25±2°C, 暗所で一定期間インキュベートした。適切な採取時点で土壌試料及び/又は揮発性物質捕集液を採取し、採取試料中の放射能を分析した。装置の概要を図1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アグロカネショウ株式会社にある。

図1 通気及び捕集装置の概要



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

下表に試験設計を概略する。

		非滅菌土壌試験系	滅菌土壌試験系
試験容器		プラスチック広口瓶	ガラス広口瓶
土壌量		乾土 25.93 g 相当(土壌層 2.5 cm)	乾土 25.93 g 相当 (土壌層 3.0 cm)
土壌の滅菌処理		なし	オートクレーブ滅菌 (1回/日 x 3日)
土壌水分量の調整 <sup>1)</sup>		最大容水量の 50%	
平衡化期間		施用前 2 週間 (25±2°C, 暗所, CO <sub>2</sub> フリーの加湿空気を通気)	
施用液		[ <sup>14</sup> C]ジフルベンズロンの 23.3 µg/25 µL アセトニトリル溶液	
名目施用濃度		0.9 ppm (最大慣行施用量 823 g a. i. /ha に基づく)	
施用方法		施用液 25 µL を各容器に添加 (23.64 µg/容器/25.93 g 乾土)	
施用濃度実測値		[ <sup>14</sup> C]ジフルベンズロン : 0.912 µg/g [ <sup>14</sup> C]ジフルベンズロン : 0.913 µg/g	
捕集装置の接続		有	無
インキュベーション		25±2°C, 暗所, CO <sub>2</sub> フリーの加湿空気を通気	25±2°C, 暗所
		120 日間	30 日間
採取時点	土壌試料	施用直後, 7, 14, 30, 60, 90 及び 120 日後	施用直後, 7 及び 30 日後
	捕集液 <sup>2)</sup>	7, 14, 30, 60, 90 及び 120 日後	適用なし

<sup>1)</sup> 試験期間中, 水分量をモニタリングして初期値に調整

<sup>2)</sup> 採取後, 新鮮溶液と交換

分析方法 ; 揮発性物質捕集液は LSC 分析した。

土壌試料は採取後, 図 2 に示す抽出操作を行い分析した。

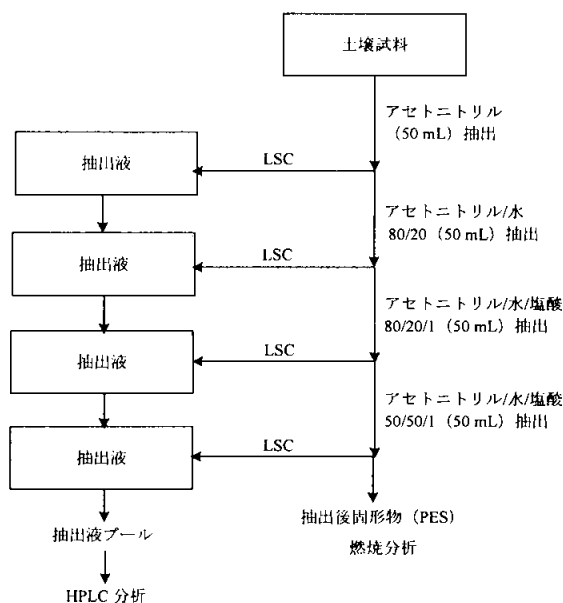


図 2 抽出操作の概要

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

また、図3に示す方法により、土壌抽出後固形物中の結合残留物の特徴付けを行い、ヒューミン、フミン酸、フルボ酸画分の放射能を測定した。

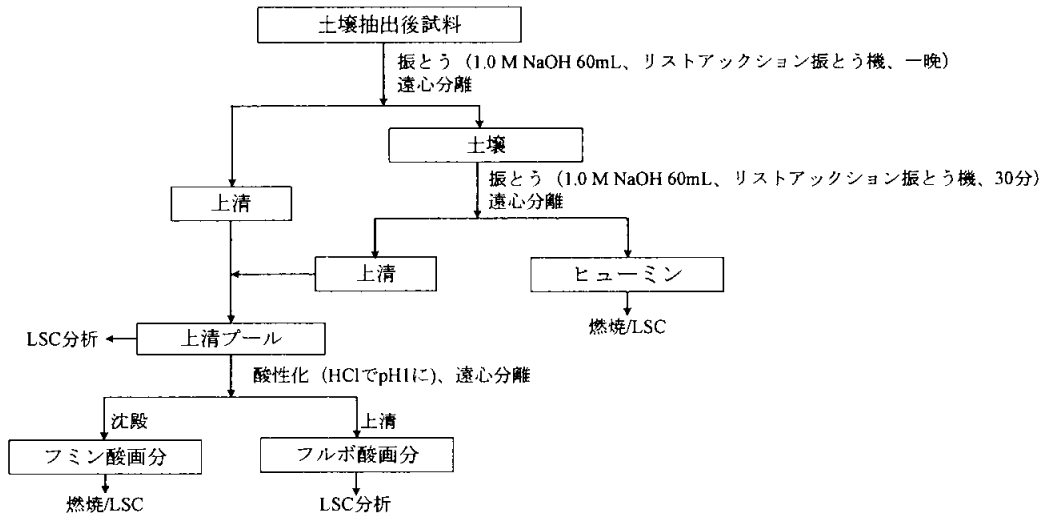


図3 土壌腐植の分画

$^{14}\text{CO}_2$ の確認；塩化バリウム沈殿法により確認した。

分解物の特徴づけ及び同定；土壌抽出液試料と参照標品とのHPLC及びTLCコクロマトグラフィーにより同定した。

半減期の算定方法；以下の式を用い、親化合物及び代謝物のDT50及びDT90を推定した。

非滅菌土壌：非線形回帰式を用いた。

$$C = C_0 (1 + \beta t)^{-\alpha} \text{ (Gustafson 式)}$$

ここで C：任意の時間における土壌中の被験物質濃度  
 $C_0$ ：被験物質の初期濃度  
 $\alpha$ ：定数（無次元）、 $\beta$ ：定数（日<sup>-1</sup>）  
 t：時間（日）

滅菌土壌：線形回帰式を用いた。

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

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

ここで C：任意の時間における土壌中の被験物質濃度  
 $C_0$ ：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アグロカネショウ株式会社にある。

結 果：

1) 土壌の微生物活性

プレート培養法により、土壌中の微生物活性を測定し、試験期間中、微生物活性が維持されていたことが確認された。

2) 物質収支

[<sup>14</sup>C]ジフルベンズロンの物質収支を表2に示す。

[<sup>14</sup>C]ジフルベンズロンを施用した非滅菌土壌及び滅菌土壌における放射能の回収率は、それぞれ94.1~102.7%AR（総平均97.7%AR）及び96.0~99.9%AR（総平均98.0%AR）であった。

[<sup>14</sup>C]ジフルベンズロンを施用した非滅菌土壌及び滅菌土壌における放射能の回収率は、それぞれ90.9~106.4%AR（総平均99.1%AR）及び99.6~104.2%AR（総平均101.9%AR）であった。

表2 [<sup>14</sup>C]ジフルベンズロン施用の好氣的土壌における物質収支

施用標識体	試料	採取時点 (日)	回収率 (%AR)		平均 (%AR)	総平均 (%AR)			
[ <sup>14</sup> C] ジフルベンズロン	非滅菌土壌	0	100.0	101.3	100.6	97.7			
		7	102.7	99.4	101.0				
		14	95.9	98.7	97.3				
		30	96.1	95.9	96.0				
		60	95.5	95.7	95.6				
		90	94.1	96.6	95.3				
		120	99.0	96.7	97.9				
	滅菌土壌	0	98.5	99.9	99.2	98.0			
		7	97.9	99.1	98.5				
		30	96.3	96.0	96.1				
		[ <sup>14</sup> C] ジフルベンズロン	非滅菌土壌	0	102.1		101.2	101.6	99.1
				7	90.9		100.3	95.6	
				14	100.5		100.6	100.5	
	30			99.1	91.5	95.3			
60	99.4			95.4	97.4				
90	104.8			103.5	104.1				
120	104.0			106.4	105.2				
滅菌土壌	0	104.2	99.6	101.9	101.9				
	7	101.7	102.0	101.9					
	30	102.6	101.2	101.9					

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

3) 分布

3)-1 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試験系

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンの施用土壌における放射能の分布を表3に示す。

表3 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用の好氣的土壌における放射能の分布

滅菌/ 非滅菌	採取時点 (日)	抽出液	結合 残留物	CO <sub>2</sub>	揮発性 有機物	総回収
%AR						
非滅菌	0	99.4	1.3	na	na	100.6
	7	94.2	6.0	0.9	nd	101.0
	14	84.2	11.3	1.8	nd	97.3
	30	75.9	16.5	3.6	nd	96.0
	60	69.1	19.8	6.8	nd	95.6
	90	53.7	32.0	9.7	nd	95.3
	120	55.0	31.7	11.2	nd	97.9
滅菌	0	98.6	0.6	na	na	99.2
	7	97.8	0.7	na	na	98.5
	30	94.9	1.2	na	na	96.1
ppm						
非滅菌	0	0.906	0.012	na	na	0.917
	7	0.858	0.054	0.008	nd	0.921
	14	0.767	0.103	0.017	nd	0.887
	30	0.692	0.151	0.033	nd	0.875
	60	0.663	0.181	0.062	nd	0.872
	90	0.629	0.292	0.088	nd	0.869
	120	0.489	0.289	0.102	nd	0.892
滅菌	0	0.899	0.005	na	na	0.904
	7	0.892	0.006	na	na	0.898
	30	0.865	0.011	na	na	0.876

na=該当なし, nd: 検出されず, 表中数値は2反復の平均。

(1) 非滅菌土壌

抽出性放射能は0日後の99.4%ARから90日後には53.7%ARに減少し、その後は一定に推移した(120日後、55.0%AR)。結合残留物は、7日後の6.0%ARから90日後に32.0%ARに増加し、その後は一定に推移した(120日後、31.7%AR)。 $^{14}\text{CO}_2$ は7日後に検出され、120日後には11.2%ARとなった。

(2) 滅菌土壌

抽出性放射能は、0日後の98.6%ARから30日後には94.9%ARに減少した。全採取時点における結合残留物は、約1%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アグロカネショウ株式会社にある。

3)-2 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試験系

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用土壌における放射能の分布を表4に示す。

表4 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用の好氣的土壌における放射能の分布

滅菌/ 非滅菌	採取時点 (日)	抽出液	結合 残留物	$\text{CO}_2$	揮発性 有機物	総回収
%AR						
非滅菌	0	100.5	1.1	na	na	101.6
	7	58.6	17.7	19.3	<0.1	95.6
	14	45.4	24.2	30.9	<0.1	100.5
	30	22.4	24.5	48.3	<0.1	95.3
	60	10.9	24.3	62.2	<0.1	97.4
	90	8.9	26.3	68.9	<0.1	104.1
	120	7.4	26.1	71.7	<0.1	105.2
滅菌	0	101.3	0.6	na	na	101.9
	7	101.1	0.8	na	na	101.9
	30	101.0	0.9	na	na	101.9
ppm						
非滅菌	0	0.918	0.010	na	na	0.928
	7	0.535	0.162	0.176	<0.001	0.873
	14	0.415	0.221	0.282	<0.001	0.918
	30	0.205	0.224	0.441	<0.001	0.870
	60	0.100	0.222	0.568	<0.001	0.889
	90	0.081	0.240	0.629	<0.001	0.951
	120	0.067	0.239	0.654	<0.001	0.960
滅菌	0	0.925	0.005	na	na	0.930
	7	0.923	0.007	na	na	0.930
	30	0.922	0.008	na	na	0.930

na : 該当なし, nd : 検出されず, 表中数値は2反復の平均。

(1) 非滅菌土壌

抽出性放射能は0日後に100.5%ARであり、その後減少して7日後に58.6%AR、120日後に7.4%ARとなった。結合残留物は0日後に1.1%ARが検出され、7日後に17.7%ARとなり、以降は約25%ARと一定に推移した。 $^{14}\text{CO}_2$ は7日後に19.3%ARが検出され、その後増加して120日後には71.7%ARとなった。

(2) 滅菌土壌

抽出性放射能は、0日後に101.3%AR、30日後でも101.0%ARであった。全採取時点における結合残留物は、約1%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アグロカネショウ株式会社にある。

4) 抽出性放射能の特徴づけ

4)-1 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試験系

土壌抽出液を HPLC で分析し、抽出性放射能の分布を求め、特徴づけを行った。結果を表 5 に示す。

表 5 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用の土壌抽出液中放射能の分布

滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	ジフル ベンズ ロン		22.8 分	24.8 分	25.8 分	30.5 分	2.9 分	極性 成分	その他
%AR										
非滅菌	0	98.0		nd	nd	nd	1.4	nd	nd	
	7	63.8		nd	nd	nd	nd	nd	nd	
	14	34.9		nd	nd	1.4	nd	nd	nd	
	30	12.1		nd	nd	4.1	nd	nd	nd	
	60	1.1		0.7	nd	1.7	nd	nd	1.2	
	90	2.4		nd	nd	nd	nd	0.1	0.6	
	120	1.4		nd	nd	nd	nd	nd	0.1	
滅菌	0	97.4	/	/	/	/	/	/	/	nd
	7	94.8	/	/	/	/	/	/	/	3.1
	30	92.2	/	/	/	/	/	/	/	nd
ppm										
非滅菌	0	0.893		nd	nd	nd	0.013	nd	nd	
	7	0.582		nd	nd	nd	nd	nd	nd	
	14	0.318		nd	nd	0.013	nd	nd	nd	
	30	0.110		nd	nd	0.037	nd	nd	nd	
	60	0.010		0.007	nd	0.016	nd	nd	0.011	
	90	0.022		nd	nd	nd	nd	0.001	0.006	
	120	0.013		nd	nd	nd	nd	nd	0.010	
滅菌	0	0.887	/	/	/	/	/	/	/	nd
	7	0.864	/	/	/	/	/	/	/	0.028
	30	0.840	/	/	/	/	/	/	/	nd

nd : 検出されず、表中数値は 2 反復の平均。

(1) 非滅菌土壌

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンは 0 日後に 98.0%AR が認められたが、60 日後には 1.1%AR に減少し、その後は一定に推移した。主要分解生成物は であり、7 日後に 30.3%AR が検出され、60 日後に最大 64.3%AR となり、その後減少して 120 日後には 51.7%AR となった。その他の微量成分は何れも 4.5%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アグロカネショウ株式会社にある。

(2) 滅菌土壌

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンは0日後に平均97.4%が認められ、その後減少して30日後には92.2%ARとなった。

4)-2 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試験系

土壌抽出液をHPLCで分析し、抽出性放射能の分布を求め、特徴づけを行った。結果を表6に示す。

表6 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用の土壌抽出液中の放射能の分布

滅菌/ 非滅菌	採取 時点 (日)	ジフル ベンズ ロン		18.3分	23.2分	その他	2.9分	極性 成分
%AR								
非滅菌	0	100.5		nd	nd	nd	nd	nd
	7	55.1		nd	0.3	nd	nd	1.9
	14	37.8		nd	0.4	nd	nd	3.6
	30	13.0		2.5	nd	nd	2.8	2.5
	60	3.1		nd	nd	2.9	1.4	3.5
	90	na		na	na	na	na	na
	120	na		na	na	na	na	na
滅菌	0	101.3						
	7	101.1						
	30	98.8						
ppm								
非滅菌	0	0.918		nd	nd	nd	nd	nd
	7	0.503		nd	0.003	nd	nd	0.017
	14	0.345		nd	0.004	nd	nd	0.033
	30	0.119		0.023	nd	nd	0.025	0.023
	60	0.028		nd	nd	0.027	0.013	0.032
	90	na		na	na	na	na	na
	120	na		na	na	na	na	na
滅菌	0	0.925						
	7	0.923						
	30	0.902						

na : 該当なし, nd : 検出されず, 表中数値は2反復の平均。

(1) 非滅菌土壌

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンは0日後に100.5%ARが認められたが、60日後には3.1%ARに減少し、その後は検出されなかった。主要分解生成物は であり、14日後に最大3.7%に達したが、60日後には検出されなかった。その他の微量成分は何れも5.0%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アグロカネショウ株式会社にある。

(2) 滅菌土壌

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンは 0 日後に 101.3%AR が認められ、その後減少して 30 日後には 98.8%AR となった。

5) 代謝物の同定及び/又は特徴づけ

ジフルベンズロン は参照標準品と抽出液との HPLC 及び TLC コクロマトグラフィーにより同定した。

6) 未抽出性残留物の特徴づけ

土壌の抽出後固形物 (PES) を図 3 のスキームに従って分析し、未抽出性放射能を特徴づけた結果を表 7 に示す。

表 7 未抽出性残留物の特徴づけ (単位: %AR)

PES 試料		PES 初期値, %AR	フルボ酸	フミン酸	ヒューミン
[ $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試料	14 日後試料	11.0	4.8	4.6	1.6
	120 日後試料	31.8	13.3	12.6	5.9
[ $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン試料	14 日後試料	23.4	13.3	7.0	3.1
	120 日後試料	24.9	15.0	8.1	1.7

7) 分解速度

7)-1 ジフルベンズロン

ジフルベンズロンの分解速度パラメーターを、[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン及び[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンを施用した非滅菌好氣的土壌では、それぞれ 120 日間及び 60 日間のデータを用いて、また滅菌好氣的土壌では 30 日間のデータを用いて求めた。

結果を表 8 に要約する。また、非滅菌好氣的土壌におけるジフルベンズロンの減衰曲線をそれぞれ図 4 及び 5 に示す。

[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン及び[  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロンを施用した非滅菌好氣的土壌における半減期は、それぞれ 9.95 及び 8.83 日であり、滅菌好氣的土壌における半減期は、それぞれ 385 及び 866 日であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

表 8 好氣的土壤におけるジフルベンズロンの DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub> 値

[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズロン	非滅菌 好氣的土壤	Gustafson パラメーター	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)	r <sup>2</sup>
		$\alpha = 4084.6$ $\beta = 0.000017$	9.95	33.06	0.9967
	滅菌 好氣的土壤	速度定数 (日 <sup>-1</sup> )	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)	r <sup>2</sup>
		0.0018	385	1279	0.5301
[ <sup>14</sup> C ] ジフルベンズロン	非滅菌 好氣的土壤	Gustafson パラメーター	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)	r <sup>2</sup>
		$\alpha = 3.8948$ $\beta = 0.02207$	8.83	36.53	0.9926
	滅菌 好氣的土壤	速度定数 (日 <sup>-1</sup> )	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)	r <sup>2</sup>
		0.0008	866	2879	0.2897

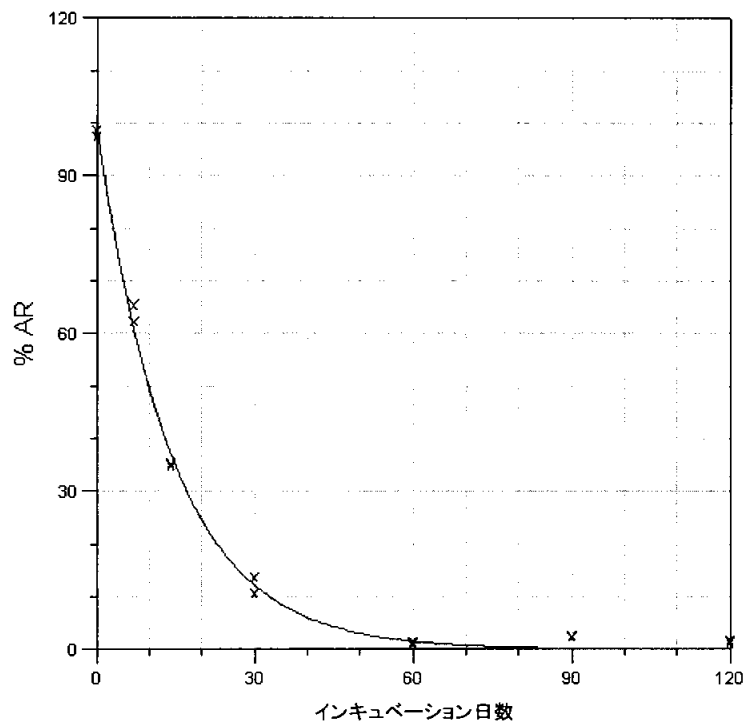


図 4 [ <sup>14</sup>C ] ジフルベンズロン施用の非滅菌好氣的土壤におけるジフルベンズロンの減衰

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

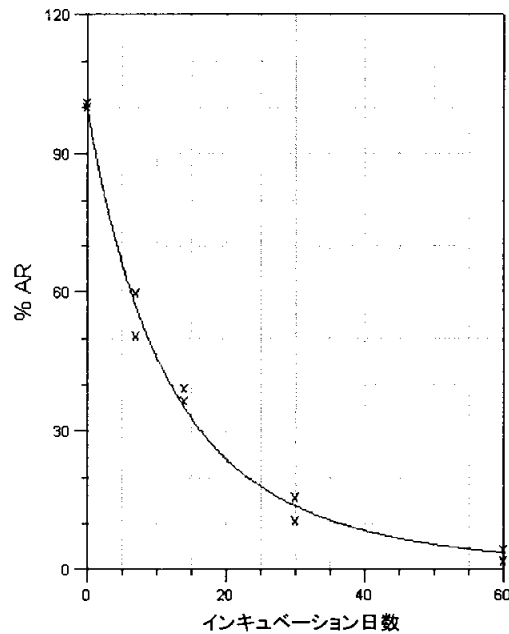


図5 [  $^{14}\text{C}$  ]ジフルベンズロン施用の非滅菌好氣的土壤における  
ジフルベンズロンの減衰

7)-2

[  $^{14}\text{C}$  ]ジフルベンズロン施用の非滅菌好氣的土壤について、60日後から120日後までのデータを非線形回帰分析して、 $\text{DT}_{50}$ 及び $\text{DT}_{90}$ を推定した。結果を表9に、減衰曲線を図6に示す。

の半減期は145.3日であった。

表9 非滅菌好氣的土壤における  $\text{DT}_{50}$ 及び $\text{DT}_{90}$ 値

試料	Gustafson パラメーター	$\text{DT}_{50}$ (日)	$\text{DT}_{90}$ (日)	$r^2$
非滅菌好氣的土壤	$\alpha = 4622.02$ $\beta = 0.000001$	145.3	482.7	0.7484

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はアグロカネショウ株式会社にある。

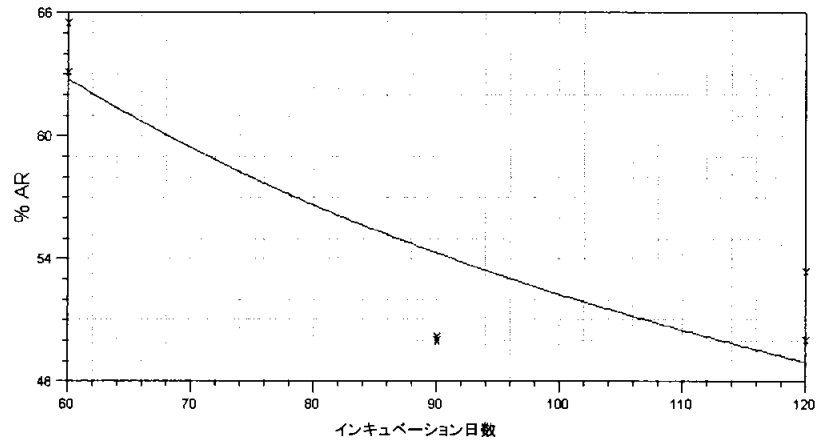


図6 [  $^{14}\text{C}$ ]ジフルベンズロン施用の非滅菌好氣的土壤における の減衰

8) 想定代謝分解経路

ジフルベンズロンは好氣的土壤条件下で、急速に代謝された。ジフルベンズロンは主にアミド結合の加水分解で代謝され、及び を形成した。及び はさらに分解し、二酸化炭素にまで無機化され、また土壤結合残留物として固定化された。想定代謝経路を図7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アグロカネショウ株式会社にある。

以上の結果より、ジフルベンズロンは好氣的土壤条件下で自然土壤系から消失すると推測された。