

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. 水中運命に関する試験

4. 1. 1加水分解運命試験

(資料 M-15)

試験機関: Duphar B.V.(オランダ国)

[GLP 対応]

報告書作成年: 1988 年

供試標識化合物: ^{14}C -標識ジフルベンズロン

化学構造:

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)ウレア

放射化学的純度:

化学的純度:

比放射能:

供試水溶液: 以下の緩衝液を調製した。

pH 5緩衝液: 0.1 mol/Lフタル酸水素カリウム1500 mLおよび0.1 mol/L水酸化ナトリウム678 mLを再蒸留水で希釈して3Lとする。

pH 7緩衝液: 0.1mol/Lリン酸一水素カリウム1500 mLおよび0.1 mol/L水酸化ナトリウム873 mLを再蒸留水で希釈して3Lとする。

pH 9緩衝液: 0.025 mol/lホウ砂1500 mLおよび0.1mol/L希塩酸138 mLを再蒸留水で希釈して3Lとする。

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

試験方法: ガラス栓付きの 3 L 容の円錐形フラスコ 3 本を滅菌し、それぞれに各緩衝液 3 L を入れた。

^{14}C -標識供試化合物 1.8420 mg をアセトニトリル 100 mL に溶解し、この溶液 30 mL ずつを各緩衝液フラスコに入れて $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ の暗所で保存した。

したがって、処理条件は以下であった。

溶解補助剤: アセトニトリル

試験濃度: 供試化合物 184 $\mu\text{g/L}$ 、アセトニトリル 0.99% フラスコ(3L)内緩衝液への標識供試化合物処理量 553 μg

試験温度: $25\pm 1^{\circ}\text{C}$

試験期間および試料採取: 処理直後、処理開始 3 日、1 週、2 週、3 週および 4 週後に試料を採取した。

分析: 溶液の pH を測定後、採取した試料について液体シンチレーションカウンター(LSC)で放射能を測定した。試料中の供試化合物は HPLC/LSC で定量し、分解物は HPLC で分離して質量分析計で構造を解明した。加水分解試験と並行して、すべての緩衝液における添加回収試験を実施した結果、標識供試化合物の回収率は pH 5、7 および 9 全体で平均 96.6%、標準偏差 2.5%であった。

試験結果:

加水分解: 各時点における供試化合物の量、溶液中の割合および pH を表 1 に示す。

いずれの溶液においても pH 値は安定していた。pH 5 および pH 7 の溶液では、4 週間後における供試化合物減少率は 10%未満で、加水分解に対して安定と考えられた。pH 9 の溶液では、4 週間後に供試化合物が 54%に減少した。試験期間中、フラスコのガラス壁に ^{14}C の吸着が認められ、4 週間後の時点で測定した結果、pH 5 の溶液では ^{14}C 標識供試化合物処理量の 11%、pH 7 の溶液では 9%、pH 9 の溶液では 2%の吸着が認められ、HPLC 分析の結果、吸着した標識化合物はすべて未変化のジフルベンズロンであることが判明した。pH 9 の溶液ではこの吸着を回収率に含めても 95.4%となり、100%に満たないが、不足分は揮発性化合物が消失したものと考えられた。

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。

表1. 加水分解試験結果

緩衝液	処理後経過時間	フラスコ中の ¹⁴ Cの総量(μg)	¹⁴ C処理量に対する割合(%)	フラスコ中のDFB*量(μg)	¹⁴ C総量に対するフラスコ中DFB*の割合(%)	溶液のpH測定値
pH 5	処理直後	510.3	92.3	531.1	104.1	4.95
	3日後	490.3	88.7	501.0	102.2	4.97
	7日後	490.0	88.6	499.9	102.0	4.95
	2週後	416.5	75.3	420.5	101.0	4.98
	3週後	487.7	88.2	467.6	96.0	4.92
	4週後	490.2	88.6	468.6	95.6	4.93
pH 7	処理直後	459.3	83.1	485.0	105.6	6.96
	3日後	476.6	86.2	473.0	99.2	6.95
	7日後	504.5	91.2	483.9	95.9	6.94
	2週後	498.1	90.1	474.7	95.3	6.97
	3週後	475.7	86.0	462.5	97.2	6.92
	4週後	503.1	91.0	474.1	94.2	6.98
pH 9	処理直後	536.4	97.0	504.7	94.1	8.99
	3日後	509.0	92.0	460.0	90.4	8.95
	7日後	519.8	94.0	425.9	81.9	8.95
	2週後	493.8	89.3	336.7	68.2	8.95
	3週後	514.3	93.0	294.0	57.2	8.94
	4週後	516.7	93.4	280.4	54.3	8.96

* DFB: ジフルベンズロン

放射能回収率; 各試料採取時点における放射能回収率を表2に示す。4週間後の回収率は、フラスコのガラス壁に吸着された¹⁴Cを含めると95%以上であった。

表2. 放射能回収率

試料採取時期	pH5			pH7			pH9		
	溶液	フラスコ壁	合計	溶液	フラスコ壁	合計	溶液	フラスコ壁	合計
処理直後	92.3	/	/	83.1	/	/	97.0	/	/
3日後	88.7			92.0					
7日後	88.6			94.0					
2週後	75.3			89.3					
3週後	88.2			93.0					
4週後	88.6			11			99.6		

分解物の同定および分布: pH9の緩衝液中での主な分解物は

および

であった。これらの分解物は溶液中にそれぞれ

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。

クロマトグラム中の放射能の26%(4週間後)および15%(4週間後)認められ、質量分析法を用いて識別された。その他の2つの分解物が認められ、当初の¹⁴C-放射能の添加量のそれぞれ1%に相当した。これらの分解物の1つは、質量分析法で

と識別されたが、他の分解物は同定できなかった。溶液中の供試化合物、および極性分解物の分布を表3に示す。

加水分解経路は、およびを得るジフルベンズロン分子の開裂であると考えられた。

分解速度:各時点におけるpH9緩衝液中の供試化合物ジフルベンズロン量から算出した半減期は、32.5日であった。

表3. 加水分解試験における主な代謝物の分布

緩衝液	処理後経過時間	¹⁴ C 総量に対する フラスコ中の DFB*の割合 (%)	¹⁴ C 総量に対する フラスコ中の の割合 (%)	¹⁴ C 総量に対する フラスコ中の 極性化合物の割合 (%)
pH 5	処理直後	104.1	<3	<3
	3日後	102.2	<3	<3
	7日後	102.0	<3	<3
	2週後	101.0	<3	<3
	3週後	96.0	<3	<3
	4週後	95.6	<3	<3
pH 7	処理直後	105.6	<3	<3
	3日後	99.2	<3	<3
	7日後	95.9	<3	<3
	2週後	95.3	<3	<3
	3週後	97.2	<3	<3
	4週後	94.2	<3	<3
H 9	処理直後	94.1	3.7	3.1
	3日後	90.4	4.8	5.2
	7日後	81.9	9.5	9.2
	2週後	68.2	16.4	15.8
	3週後	57.2	21.2	20.5
	4週後	54.3	24.5	25.8

* DFB:ジフルベンズロン

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. 1. 2 加水分解運命試験

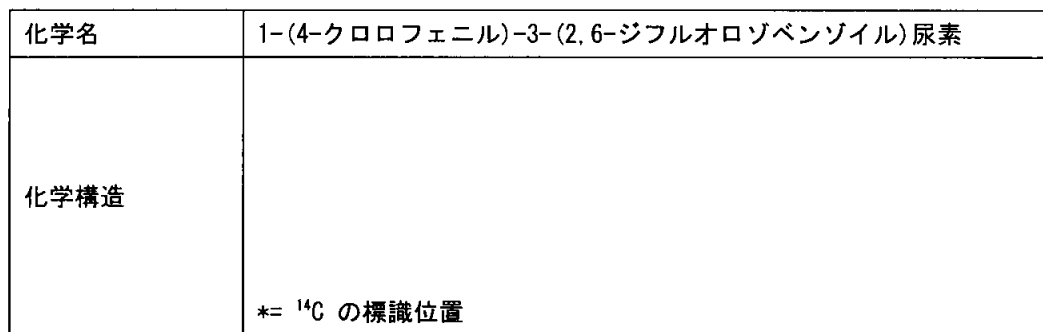
(資料 M-16)

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-ジフルオロベンゾイル)尿素
化学構造	 * = ¹⁴ C の標識位置
標識化合物名	[ジフルオロベンゾイル環-U- ¹⁴ C]ジフルベンズロン
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:

試験方法: pH 4.0 緩衝液を用いて 25±1°C の暗所で試験した。

供試水溶液:

0.05 M pH 4 緩衝液は下記の 0.05 M 酢酸溶液と 0.05 M 酢酸ナトリウム溶液を混合後、酢酸または NaOH で pH 4.0 ± 0.1 に調整した。窒素ガスを 5 分間バブリングして溶存酸素を除去した後 0.2 µm のフィルターでろ過滅菌した。

使用溶液	0.05 M 酢酸溶液	0.05 M 酢酸ナトリウム溶液
調製法	約 1.44 mL の氷酢酸/500 mL 水	約 2.05 g の酢酸ナトリウム/500 mL 水
容量	410 mL	90 mL

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。

試験溶液の調製：

試験溶液は無菌的に調製した。アセトニトリルで調製した $[^{14}\text{C}]$ ジフルベンズロンの施用液 310 μL を pH4 滅菌緩衝液に添加し、名目濃度 0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の試験溶液 200 mL を調製した。試験溶液 8 mL を滅菌褐色バイアルに分取し、蓋をして $25\pm 1^\circ\text{C}$ のインキュベーターでインキュベートした。試験溶液の実測濃度は 0.039 $\mu\text{g}/\text{mL}$ であった。

インキュベーション条件：暗所， $25\pm 1^\circ\text{C}$ ，最長 30 日間

試料採取時点：施用直後（0 日後），1，3，7，10，14，21 及び 30 日後

（各時点 2 連採取）

分析：

- 1) 滅菌性の確認：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。
- 2) pH の確認：調製した緩衝液、被験物質添加後 0 日及び 30 日後の試験溶液で pH を測定し、確認した。
- 3) 試験溶液：全試料を採取日に分析した。採取後、試料を混合し、LSC で直接分析した。分解物の特徴づけと同定は、参照標品との HPLC コクロマトグラフィー及び TLC コクロマトグラフィーで行った。

半減期の算定：

緩衝液中のジフルベンズロンを施用放射能%で表示し、次式を用いて半減期を算出した。

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

$$\text{あるいは } \ln (C) = -k * t + \ln (C_0)$$

C：任意の時間における水中の被験物質濃度

C_0 ：0 時点における被験物質濃度

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) 滅菌状態の維持

0 及び 30 日後の試料で滅菌性が確認された。

2) pH の確認

被験物質添加前及び 0 日後の pH は 4.01, 30 日後試料の pH は 4.00 であった。

3) 分布及び分解

3)-1 物質収支

25 ± 1.0°C における pH 4 加水分解試料の物質収支を表 1 に示す。

pH 4 加水分解試料からの ¹⁴C 総回収率は 94.6~98.5%の範囲であり、総平均は 97.1%であった。

表 1 [¹⁴C]ジフルベンズロン処理 pH 4 加水分解試料における物質収支 (25°C)

試料	%AR	平均(%AR)	µg/mL	平均(µg/mL)
0 日後	97.0	97.3	0.038	0.038
	97.6		0.038	
1 日後	98.5	97.5	0.039	0.039
	96.5		0.038	
3 日後	97.9	98.1	0.039	0.039
	98.3		0.039	
7 日後	97.0	97.1	0.038	0.038
	97.1		0.038	
10 日後	96.6	96.7	0.038	0.038
	96.9		0.038	
14 日後	97.6	98.0	0.038	0.039
	98.4		0.039	
21 日後	94.6	94.9	0.037	0.037
	95.2		0.037	
30 日後	96.3	97.0	0.038	0.038
	97.6		0.038	

3)-2 pH 4.0 緩衝液中の放射能の分布及び経時変化

各採取時点における [¹⁴C]ジフルベンズロンの分布を、施用放射能%および ppm で表 2 に示し、減衰曲線を図 1 に示す。

[¹⁴C]ジフルベンズロンは、0 日後の 97.3% AR から、30 日後の 97.0% AR と一定であった。ジフルベンズロンの分解又は分解生成物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。

表2 $[^{14}\text{C}]$ ジフルベンズロン処理 pH 4 加水分解試料における放射能の分布 (2 連の平均値)

試料	ジフルベンズロン (% AR)	ジフルベンズロン (ppm)	水系 (% AR)	水系 (ppm)
0 日後	97.3	0.038	97.3	0.038
1 日後	97.5	0.039	97.5	0.039
3 日後	98.1	0.039	98.1	0.039
7 日後	97.1	0.038	97.1	0.038
10 日後	96.7	0.038	96.7	0.038
14 日後	98.0	0.039	98.0	0.039
21 日後	94.9	0.037	94.9	0.037
30 日後	97.0	0.038	97.0	0.038

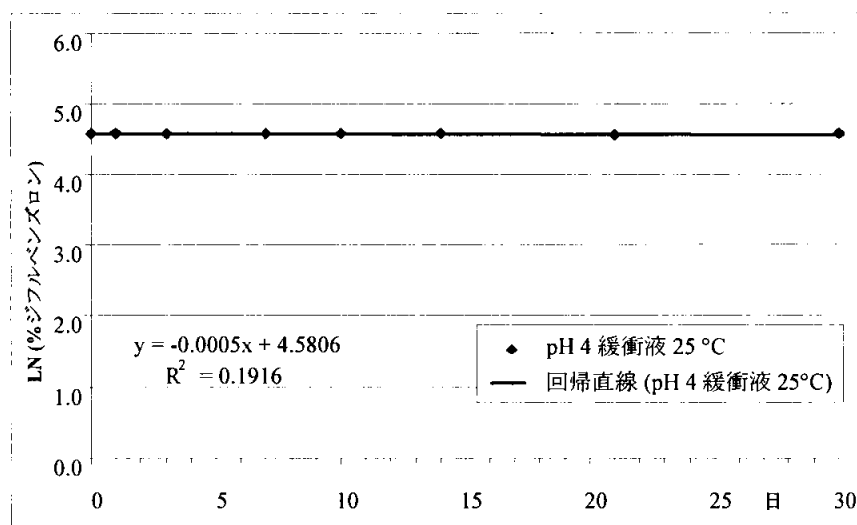


図1 pH 4 加水分解試料中の $[^{14}\text{C}]$ ジフルベンズロンの減衰曲線 (25°C)

4) ジフルベンズロンの同定

加水分解試料中の $[^{14}\text{C}]$ ジフルベンズロン残留物の同一性は、加水分解試料と非放射性ジフルベンズロン参照標準品との HPLC 同時注入により確認した。

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。

5) 推定半減期

直線回帰分析を用いて推定したジフルベンズロンの分解速度及び半減期を以下に示す。

pH	速度定数 (日 ⁻¹)	半減期 (日)	r ²
4	0.0005	1386	0.1916

25°C における pH 4.0 緩衝液中のジフルベンズロンの半減期は 1386 日であった。

以上の結果から、ジフルベンズロンは pH4 で加水分解的に安定である。

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。

4.2 水中光分解運命試験

[¹⁴C]ジフルベンズロンを用いた水中光分解運命試験

(資料 M-17)

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)	[¹⁴ C]ジフルベンズ ロン	[¹⁴ C] ジフルベンズロン
化学構造式及び標識部位 (*で表示)		
放射化学的純度		
比放射能		

標識位置の選定理由：

供試水：試験に用いた供試水について、次表にその特性をまとめる。

供試水	pH 5 緩衝液 (0.01M)	自然水 (湖水)
供試水の調製方法	0.01 M 酢酸溶液 148 mL + 0.01 M 酢酸ナトリウム溶液 352 mL	オハイオ州コンコードの クリア湖から採取 (約 4°C で冷蔵庫に保存)
採取日	—	2007 年 3 月 13 日
pH	5.1	8.1
溶存酸素 (mg/L)	—	10.1
電気伝導率 (mmhos/cm)	0.73	0.63
全蒸発残渣 (ppm)	—	320
全懸濁物質 (ppm)	—	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アグロカネショウ株式会社にある。

光源：キセノンアークランプ（750 W/m²に設定）

光照射装置；Suntest XLS+, Enhanced Model Tabletop Xenon Exposure System

分光分布；250~750 nm

光学フィルター；290 nm 未満の波長をカットするフィルターを使用

光強度；49.50 W/m²（波長範囲 300~400 nm）

総放射照度；38.5 MJ/m²（9 日間）

試験方法：

溶解補助剤の使用；有，<1%

試験濃度；名目濃度 0.040 µg/mL（水溶解度；約 0.2µg/mL）

実測濃度（滅菌 pH 5 緩衝液 0.040 µg/mL，滅菌自然水 0.041 µg/mL）

試験温度；25±2°C

試験期間；9 日間

試験容器；2 種類の石英製容器

試験容器 1；直径 6 cm，高さ 2 cm の蓋付容器（照射区及び暗所対照区用試料）

試験容器 2；直径 10 cm，高さ 5 cm の揮発性物質捕集装置接続用ジョイント付
（照射区揮発性物質捕集用試料）

供試水及び容器の滅菌；供試水は濾過滅菌（孔径 0.2 µm）。

石英製容器はメタノール及び滅菌水で洗浄し，数時間紫外線に曝露。その他全てのガラス器具はオートクレーブ滅菌。

試験溶液の調製；下表に示すように各標識体の施用液を各滅菌緩衝液又は滅菌自然水に添加し，
名目濃度 0.04 µg/mL の各試験溶液 200 mL を調製した。

標識体	施用液の濃度/アセトニトリル (µg/10 µL)	添加量 (µL)
[¹⁴ C]ジフルベンズロン	0.224	350
[¹⁴ C]ジフルベンズロン	0.308	260

試験系の調製；

照射区及び暗所対照区試料；試験容器 1 に上記調製試験溶液 8 mL（照射区）又は
4 mL（暗所対照区）を分注。

各容器は密封して照射区試料は光照射装置の温度制御の循環水中に光源から 39 cm
に静置。暗所対照区試料は環境チャンバー内の暗所に静置。

照射区揮発性物質捕集用試料；試験容器 1 に上記調製試験溶液 50 mL を分注後，光照射
装置の温度制御の循環水中に静置，捕集装置（エチレングリコール溶液 1 本及び
NaOH 溶液 2 本，各 100 mL）を接続し，CO₂フリーの過湿空気を通気した。

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ヨウ株式会社にある。

採取時点及び採取試料；表 1 に示す。

表 1 試験区の設計

採取試料	試験区	試料採取時点 (日)
滅菌 pH 5 緩衝液及 び滅菌自然水	照射区	0, 0.25, 1, 2, 3, 5, 9
	暗所対照区	0, 0.25, 1, 2, 3, 5, 9
揮発性物質	照射区 揮発性物質捕集用	0.25, 1, 2, 3, 5, 9

分析方法；各採取時点で、試料の放射エネルギーを LSC で測定した。さらに試料を高速液体クロマトグラフィー (HPLC-RAD) で直接分析し、放射能の特徴づけを行った。[

^{14}C ジフルベンズロン、[^{14}C ジフルベンズロン及び分解生成物は、参照標準品との HPLC 及び TLC コクロマトグラフィー分析により同定した。本分析法における HPLC 回収率は 90% 以上であった。また、溶液中の $^{14}\text{CO}_2$ は、 BaCl_2 で $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ を沈殿させて確認した。

滅菌性の確認；0 時点及び最終時点でプレート培養法により確認した。

半減期の算出方法；ジフルベンズロンの分解速度を一次反応式とみなし、次式にデータを適合して算出した。

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

$$\text{あるいは } \ln (C) = -K * t + \ln (C_0)$$

C = 任意の時間における水中のジフルベンズロンの濃度

C_0 = 0 時点におけるジフルベンズロンの濃度

K = 速度定数

t = 日単位の時間

結 果：

1) [^{14}C ジフルベンズロン及び [^{14}C ジフルベンズロンの放射化学的純度

[^{14}C ジフルベンズロン；

[^{14}C ジフルベンズロン；

2) 試験系の pH 及び滅菌性の維持

(1) 試験系の pH

滅菌 pH 5 緩衝液：5.06~5.16, 滅菌自然水：7.47~7.85

(2) 滅菌性の確認：滅菌状態は試験期間中維持されていた。

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) 物質収支

(1) 滅菌 pH 5 緩衝液

結果を表 2-1~2-2 に示す。

① [¹⁴C]ジフルベンズロン試験系

照射区；放射能の回収率は、97.0% AR~99.9% AR であった。¹⁴CO₂は1日後から検出され、9日後に26.2% ARに達した。また揮発性有機物質が7日後に0.7%AR 検出された。
暗所対照区；放射能の回収率は、98.0% AR~99.5% AR であった。

② [¹⁴C]ジフルベンズロン試験系

照射区；放射能の回収率は、98.2% AR~100.6% AR であった。¹⁴CO₂は1日後から検出され、9日後に4.3% ARに達した。
暗所対照区；放射能の回収率は、98.4% AR~100.1% AR であった。

表 2-1 ジフルベンズロンを施用した滅菌 pH 5 緩衝液における物質収支 (%AR)

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区	
	水溶液	VOC	¹⁴ CO ₂	合計	水溶液	合計
[¹⁴ C]ジフルベンズロン試験系						
0	99.3	na	na	99.3	99.3	99.3
0.25	99.9	nd	nd	99.9	98.0	98.0
1	97.9	nd	1.4	99.2	98.8	98.8
2	93.8	nd	3.9	97.7	98.0	98.0
3	89.1	nd	7.9	97.0	98.0	98.0
5	82.6	nd	14.8	97.4	98.2	98.2
9	72.8	0.7	26.2	99.6	99.5	99.5
[¹⁴ C]ジフルベンズロン試験系						
0	99.5	na	na	99.5	99.5	99.5
0.25	100.6	nd	nd	100.6	98.6	98.6
1	98.9	nd	0.2	99.1	98.4	98.4
2	97.6	nd	0.6	98.2	99.2	99.2
3	97.7	nd	1.2	99.0	100.1	100.1
5	97.0	nd	2.2	99.2	98.4	98.4
9	95.4	nd	4.3	99.6	99.5	99.5

na = 適用なし, nd = 検出せず, 数値は2連の平均値, VOC: 揮発性有機物質

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 2-2 ジフルベンズロンを施用した滅菌 pH 5 緩衝液における物質収支 (ppm)

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区	
	水溶液	VOC	¹⁴ C ₂	合計	水溶液	合計
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系						
0	0.040	na	na	0.040	0.040	0.040
0.25	0.040	nd	nd	0.040	0.039	0.039
1	0.039	nd	0.001	0.040	0.040	0.040
2	0.038	nd	0.002	0.039	0.039	0.039
3	0.036	nd	0.003	0.039	0.039	0.039
5	0.033	nd	0.006	0.039	0.039	0.039
9	0.029	0.000	0.010	0.040	0.040	0.040
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系						
0	0.040	na	na	0.040	0.040	0.040
0.25	0.040	nd	nd	0.040	0.039	0.039
1	0.040	nd	nd	0.040	0.039	0.039
2	0.039	nd	0.000	0.039	0.040	0.040
3	0.039	nd	0.000	0.040	0.040	0.040
5	0.039	nd	0.001	0.040	0.039	0.039
9	0.038	nd	0.002	0.040	0.040	0.040

na = 適用なし, nd = 検出せず, 数値は 2 連の平均値, VOC: 揮発性有機物質

(2) 滅菌自然水

結果を表 3-1~3-2 に示す。

① [¹⁴C] ジフルベンズロン試験系

照射区: 放射能の回収率は, 96.5% AR~99.4% AR であった。¹⁴C₂ は 1 日後から検出され, 9 日後に 28.2% AR に達した。

暗所対照区: 放射能の回収率は, 97.3% AR~99.1% AR であった。

② [¹⁴C] ジフルベンズロン試験系

照射区: 放射能の回収率は, 96.1% AR~99.7% AR であった。¹⁴C₂ は 1 日後から検出され, 9 日後に 13.6% AR に達した。

暗所対照区: 放射能の回収率は, 98.1% AR~99.7% 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。

表 3-1 ジフルベンズロンを施用した滅菌自然水における物質収支 (%AR)

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区	
	水溶液	VOC	¹⁴ C ₂	合計	水溶液	合計
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系						
0	98.6	na	na	98.6	98.6	98.6
0.25	98.0	nd	nd	98.0	97.3	97.3
1	98.5	nd	0.5	99.0	98.3	98.3
2	94.9	nd	2.3	97.1	97.4	97.4
3	90.8	nd	5.9	96.8	99.1	99.1
5	82.2	nd	14.2	96.5	98.5	98.5
9	71.2	nd	28.2	99.4	98.1	98.1
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系						
0	99.7	na	na	99.7	99.7	99.7
0.25	98.2	nd	nd	98.2	98.1	98.1
1	98.6	nd	0.3	98.9	99.6	99.6
2	97.4	nd	0.9	98.3	99.0	99.0
3	94.8	nd	2.1	96.9	99.2	99.2
5	92.6	nd	5.2	97.8	98.9	98.9
9	82.5	nd	13.6	96.1	99.0	99.0

na = 適用なし, nd = 検出せず, 数値は 2 連の平均値, VOC: 揮発性有機物質

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 3-2 ジフルベンズロンを施用した滅菌自然水における物質収支 (ppm)

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区	
	水溶液	VOC	¹⁴ C ₂	合計	水溶液	合計
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験区						
0	0.040	na	na	0.040	0.040	0.040
0.25	0.040	nd	nd	0.040	0.040	0.040
1	0.040	nd	0.000	0.041	0.040	0.040
2	0.039	nd	0.001	0.040	0.040	0.040
3	0.037	nd	0.002	0.040	0.041	0.041
5	0.034	nd	0.006	0.040	0.040	0.040
9	0.029	nd	0.012	0.041	0.040	0.040
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験区						
0	0.041	na	na	0.041	0.041	0.041
0.25	0.040	nd	nd	0.040	0.040	0.040
1	0.040	nd	nd	0.041	0.041	0.041
2	0.040	nd	0.000	0.040	0.041	0.041
3	0.039	nd	0.001	0.040	0.041	0.041
5	0.038	nd	0.002	0.040	0.041	0.041
9	0.034	nd	0.006	0.039	0.041	0.041

na = 適用なし, nd = 検出せず, 数値は 2 連の平均値, VOC: 揮発性有機物質

4) 放射能の分布

水系試料を直接 HPLC で分析し, 放射性成分の分布を測定した。

(1) 滅菌 pH 5 緩衝液

結果を表 4-1~表 4-2 に示す。

① [¹⁴C] ジフルベンズロン試験系

照射区; ジフルベンズロンは 0 日後に 98.4% AR であったが, その後減少して 2 日後に 73.4% AR, 9 日後に 24.4% AR となった。極性分解物が 2 日後に 16.3% AR 検出され, 9 日後には最大 45.9% AR に増加した。その他は 1~3% AR であった。

暗所対照区; ジフルベンズロンは 0 日後に 98.4% AR 検出され, その後は 96.3~98.0% であった。その他は 1~2% AR であった。

② [¹⁴C] ジフルベンズロン試験系

照射区; ジフルベンズロンは 0 日後に 99.5% AR であったが, その後減少して 2 日後に 78.5% AR, 9 日後に 32.1% AR となった。及び極性物質が主要分解生成物であった。は 0.25 日に 4.4% AR が認められ, その後増加し, 9 日後には最大 54.3% AR となった。及び極性分解物が, 9 日後にそれぞれ 1.5% AR 及び 5.7% AR 認められた。その他は 1~2% 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。

暗所対照区；ジフルベンズロンは0日後に99.5% AR認められ、その後は98.4~100.1%であった。

表 4-1 [14C]ジフルベンズロンを施用した滅菌 pH 5 緩衝液における放射能の分布

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区		
	ジフルベンズロン	32分	28分	極性物質	ジフルベンズロン	32分	
	%AR						
0	98.4	0.8	nd	nd	98.4	0.8	nd
0.25	98.5	1.3	nd	nd	96.4	1.6	nd
1	92.7	1.8	nd	nd	97.2	1.6	nd
2	73.4	1.7	2.4	16.3	96.3	1.7	nd
3	56.1	0.7	2.8	29.6	96.4	1.6	nd
5	43.6	nd	2.8	36.1	96.5	1.7	nd
9	24.4	nd	2.4	45.9	98.0	1.5	nd
採取時点	ppm						
0	0.039	0.000	nd	nd	0.039	0.000	nd
0.25	0.039	0.001	nd	nd	0.038	0.001	nd
1	0.037	0.001	nd	nd	0.038	0.001	nd
2	0.029	0.001	0.001	0.006	0.038	0.001	nd
3	0.022	0.000	0.001	0.012	0.038	0.001	nd
5	0.017	nd	0.001	0.014	0.038	0.001	nd
9	0.010	nd	0.001	0.018	0.039	0.001	nd

nd = 検出せず、数値は2連の平均値

表 4-2 [14C]ジフルベンズロンを施用した滅菌 pH 5 緩衝液における放射能の分布

採取時点 (日)	照射区				暗所対照区	
	ジフルベンズロン		極性物質	28分	ジフルベンズロン	
	%AR					
0	99.5		nd	nd	99.5	
0.25	96.2		nd	nd	98.6	
1	86.1		nd	nd	98.4	
2	78.5		nd	nd	99.2	
3	69.3		nd	2.1	100.1	
5	51.7		nd	2.3	98.4	
9	32.1		5.7	1.8	99.5	
採取時点	ppm					
0	0.040		nd	nd	0.040	
0.25	0.039		nd	nd	0.040	
1	0.035		nd	nd	0.040	
2	0.032		nd	nd	0.040	
3	0.028		nd	0.001	0.040	
5	0.021		nd	0.001	0.040	
9	0.013		0.002	0.001	0.040	

nd = 検出せず、数値は2連の平均値

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

(2) 滅菌自然水

結果を表 5-1～表 5-2 に示す。

① [14C]ジフルベンズロン試験系

照射区;ジフルベンズロンは0日後に96.9%ARであったが、その後減少して2日後に71.4%AR、9日後に4.5%ARとなった。極性物質及び分散領域が主要分解生成物であった。極性分解物は2日後に13.5%AR検出され、9日後には最大47.5%ARに増加した。分散領域は3日後に23.2%AR検出され、5日後には26.9%ARに増加し、9日後には19.1%ARに減少した。28分の物質は2日後に最大8.4%AR検出されたが、9日後には検出されなかった。その他は1~2%ARであった。

暗所対照区;ジフルベンズロンは0日後に96.9%AR認められ、9日後には91.6%ARに減少した。が2日後に2.2%AR検出され、9日後には5.1%ARに増加した。その他は0.7~1.7%ARであった。

② [14C]ジフルベンズロン試験系

照射区;ジフルベンズロンは0日後に99.7%ARであったが、その後減少して2日後に59.0%AR、9日後に8.9%ARとなった。が主要分解生成物であった。は0.25日に4.4%AR認められ、5日後に最大33.2%ARに増加し、9日後には27.5%ARに減少した。は2日後に4.3%AR検出され、3日後に6.7%ARに増加し、その後はほぼ同程度残存した(6.4~6.7%AR)。極性分解物は1日後に3.8%AR認められ、その後は徐々に増加し、9日後には最大37.9%ARに達した。その他は1.5~4.8%ARであった。

暗所対照区;ジフルベンズロンは0日後に99.7%AR認められ、9日後には92.6%ARに減少した。が3日後に3.4%AR検出され、9日後には6.4%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アグロカネショウ株式会社にある。

表 5-1 [14C] ジフルベンズロンを施用した滅菌自然水における放射能の分布

採取時点 (日)	照射区					暗所対照区		
	ジフルベンズロン	32分	28分	極性物質	分散領域	ジフルベンズロン	32分	
	%AR							
0	96.9	1.7	nd	nd	nd	96.9	1.7	
0.25	92.9	2.0	3.1	nd	nd	95.7	1.5	
1	89.8	1.0	7.6	nd	nd	97.6	0.7	
2	71.4	1.6	8.4	13.5	nd	93.9	1.4	
3	39.6	0.7	5.3	20.7	23.2	95.9	1.5	
5	21.0	nd	3.2	29.0	26.9	93.2	1.4	
9	4.5	nd	nd	47.5	19.1	91.6	1.4	
採取時点	ppm							
0	0.039	0.001	nd	nd	nd	0.039	0.001	
0.25	0.038	0.001	0.001	nd	nd	0.039	0.001	
1	0.036	0.000	0.003	nd	nd	0.040	0.000	
2	0.029	0.001	0.003	0.005	nd	0.038	0.001	
3	0.016	0.000	0.002	0.008	0.009	0.039	0.001	
5	0.009	nd	0.001	0.012	0.011	0.038	0.001	
9	0.002	nd	nd	0.019	0.008	0.037	0.001	

nd = 検出せず，数値は2連の平均値

表 5-2 [14C] ジフルベンズロンを施用した滅菌自然水における放射能の分布

採取時点 (日)	照射区					暗所対照区		
	ジフルベンズロン		22分		極性物質	28分	ジフルベンズロン	
	%AR							
0	99.7		nd		nd	nd	99.7	
0.25	91.4		nd		nd	2.3	98.1	
1	80.5		nd		3.8	4.0	99.6	
2	59.0		nd		9.9	4.1	99.0	
3	41.5		3.9		14.4	4.8	95.8	
5	21.0		3.7		25.9	2.3	95.2	
9	8.9		1.5		37.9	nd	92.6	
採取時点	ppm							
0	0.041		nd		nd	nd	0.041	
0.25	0.037		nd		nd	0.001	0.040	
1	0.033		nd		0.002	0.002	0.041	
2	0.024		nd		0.004	0.002	0.041	
3	0.017		0.002		0.006	0.002	0.039	
5	0.009		0.002		0.011	0.001	0.039	
9	0.004		0.001		0.016	nd	0.038	

nd = 検出せず，数値は2連の平均値

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

5) 放射性成分の同定及び特徴づけ

下表に同定又は特徴づけされた放射性成分を纏める。

化合物名	同定及び/又は特徴づけの方法と結果
[¹⁴ C] ジフルベンズロン	各参照標準品との HPLC 及び TLC コクロマトグラフィーにより同一性が確認された。
[¹⁴ C] ジフルベンズロン	
¹⁴ CO ₂	BaCl ₂ によるバリウム沈殿法で確認した。
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系で認められた分散領域	方法：逆相 HPLC で分散領域を単離し、イオンペアーカラムを用いた HPLC で再分析して、構成成分を分離した。 結果：19 個のピークが検出され、何れも個々には 2% AR 未満であった。
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系で認められた極性物質	方法：逆相 HPLC で極性物質を単離し、イオンペアーカラムを用いた HPLC で再分析して、構成成分を分離した。 結果：12 個のピークが検出され、何れも個々には 7.8% AR 未満であった。
[¹⁴ C] ジフルベンズロン試験系で認められた極性物質	方法：逆相 HPLC で極性物質を単離し、イオンペアーカラムを用いた HPLC で再分析して、構成成分を分離した。 結果：11 個のピークが検出され、何れも個々には 6.1% AR 未満であった。

6) 推定半減期 (DT50) 及び 90%消失時間 (DT90)

ジフルベンズロンの水中における分解を一次反応キネティクスとみなして求めた DT50 及び DT90 値を表 6-1 に、日本の春の東京の太陽光に換算した DT50 及び DT90 値を表 6-2 に、また減衰曲線を図 1-1～図 1-4 に示す。

光分解により滅菌自然水中のジフルベンズロンは、急速に分解し、その半減期 (DT50) は 2.0～2.5 日、DT90 は 6.6～8.3 日であった。また滅菌 pH 5 緩衝液中のジフルベンズロンの光分解も急速で、その半減期 (DT50) は 4.3～5.5 日、DT90 は 14.3～18.2 日であった。

これを春の東京における自然太陽光下に換算すると、ジフルベンズロンの DT50 及び DT90 は、滅菌 pH 5 緩衝液中では、27.4～35.0 及び 91.0～115.8 日、滅菌自然水中では 12.7～15.9 日及び 42.0～52.8 日であった。

一方、暗所対照区試料中のジフルベンズロンは、滅菌自然水では半減期が 85～112 日と比較的安定であり、分解は 10%未満であった。さらに滅菌 pH5 緩衝液では半減期が 1386～1733 日と極めて安定であり、分解は 3%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。

表 6-1 ジフルベンズロンの DT50 および DT90

[¹⁴ C] ジフルベンズロン	速度定数 (日 ⁻¹)	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)	r ²
照射区 pH 5 緩衝液	0.1613	4.3	14.3	0.9848
照射区 自然水	0.3515	2.0	6.6	0.9801
暗所対照区 pH 5 緩衝液	0.0005	1386	4606	0.0157
暗所対照区 自然水	0.0062	112	371	0.7056
[¹⁴ C] ジフルベンズロン	速度定数 (日 ⁻¹)	DT ₅₀ (日) 測定値	DT ₉₀ (日) 測定値	r ²
照射区 pH 5 緩衝液	0.1264	5.5	18.2	0.9857
照射区 自然水	0.2774	2.5	8.3	0.9895
暗所対照区 pH 5 緩衝液	0.0004	1733	5758	0.0238
暗所対照区 自然水	0.0082	85	281	0.8554

表 6-2 春の東京におけるジフルベンズロンの DT50 および DT90

[¹⁴ C] ジフルベンズロン	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)
照射区滅菌 pH 5 緩衝液	27.4	91.0
照射区滅菌 自然水	12.7	42.0
[¹⁴ C] ジフルベンズロン	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)
照射区滅菌 pH 5 緩衝液	35.0	115.8
照射区滅菌 自然水	15.9	52.8

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

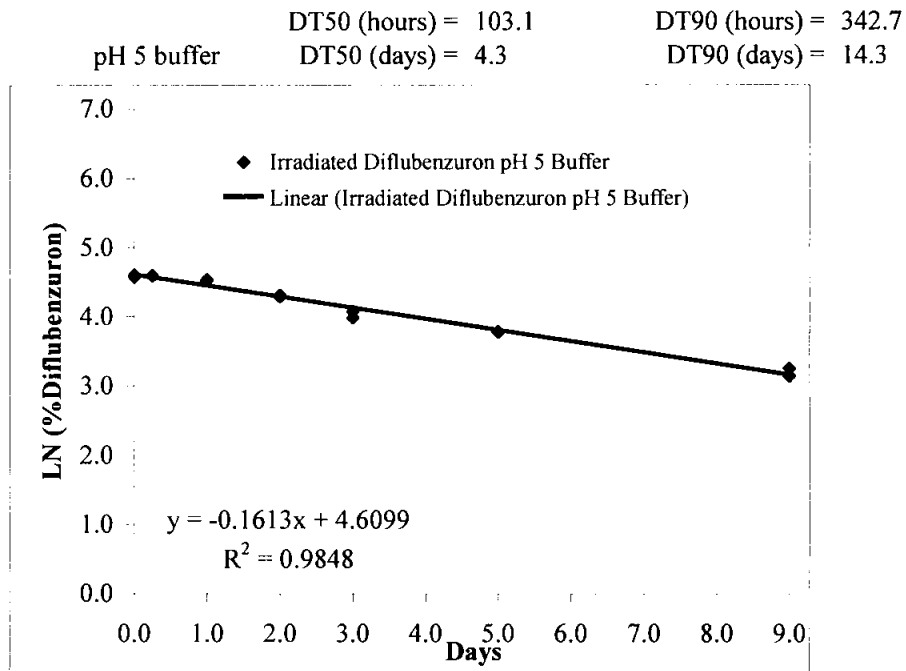


図 1-1 照射区 pH 5 緩衝液中の [¹⁴C]ジフルベンズロンの減衰曲線

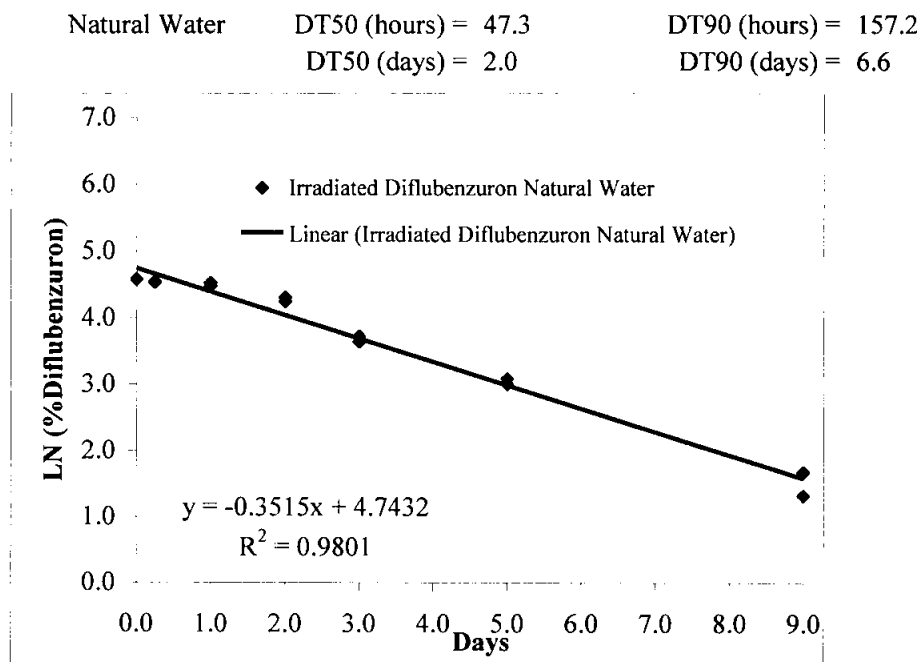


図 1-2 照射区自然水中の [¹⁴C]ジフルベンズロンの減衰曲線

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。

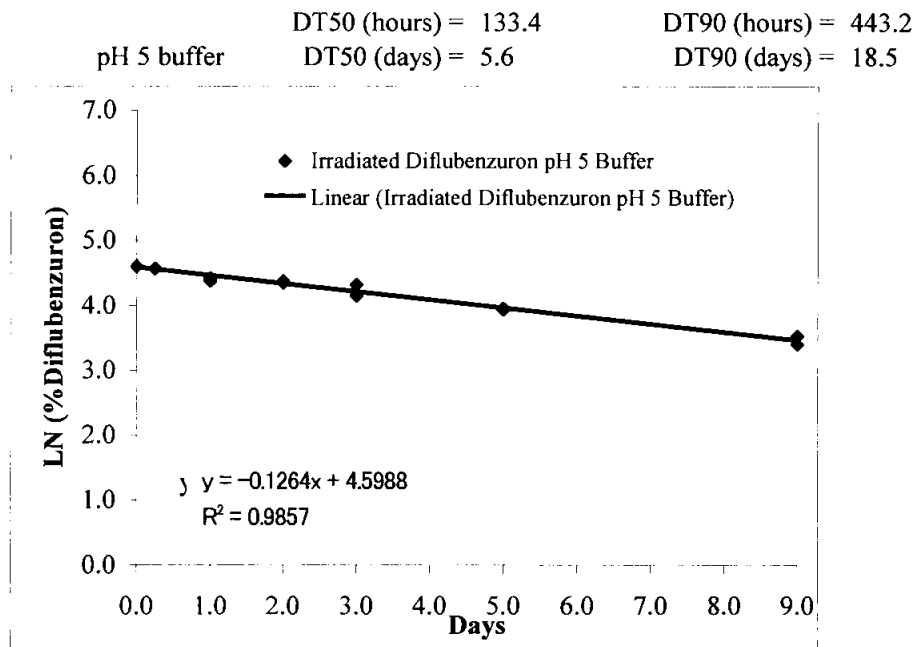


図 1-3 照射区 pH 5 緩衝液中の [¹⁴C] ジフルベンズロンの減衰曲線

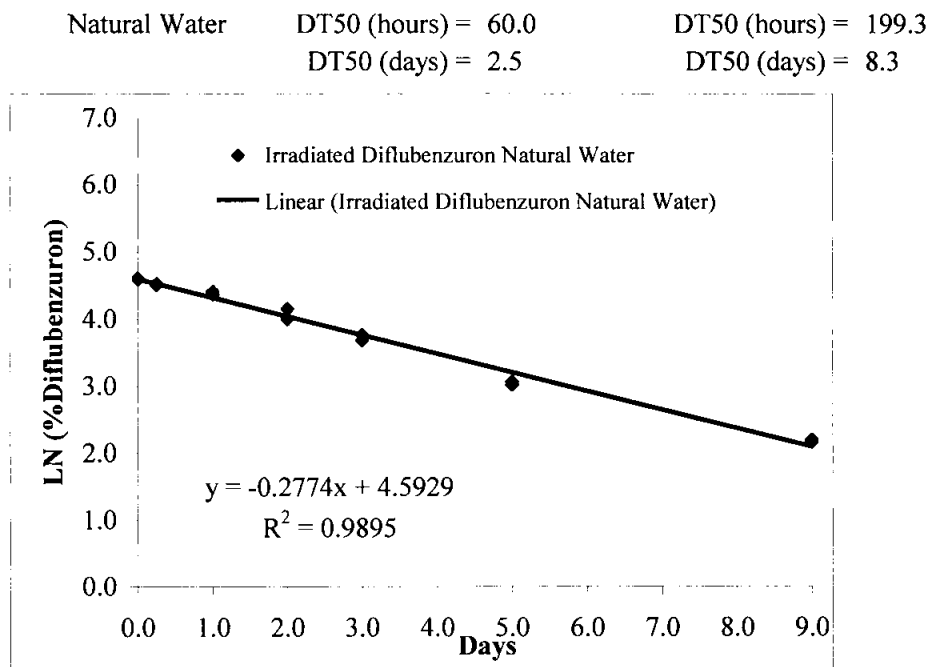


図 1-4 照射区自然水中の [¹⁴C] ジフルベンズロンの減衰曲線

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。

7) 想定分解経路

ジフルベンズロンは pH 5 緩衝液および自然水中で広範囲に光分解した。

光分解により、尿素の NH_2 が開裂して NH_3 が形成され、次に加水分解により CO_2 が形成された。さらにジフルベンズロンおよび/あるいはその分解物の光分解により多数の極性分解生成物が形成され、酸化的分解により $^{14}\text{CO}_2$ が生成された。またジフルベンズロンの $\text{C}-\text{C}$ の分解は極めて急速で、中間生成物は検出されなかった。ジフルベンズロンの想定光分解経路を図 2 に示す。

図 2 滅菌 pH 5 緩衝液および滅菌自然水におけるジフルベンズロンの想定光分解経路

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

5. 土壤吸着性試験

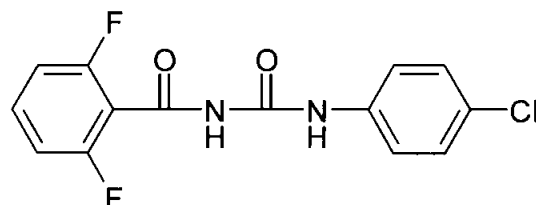
①ジフルベンズロンの土壤吸着試験

(資料 M-18)

試験機関：日本食品分析センター

報告書作成年：2001年

供試化合物：ジフルベンズロン



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

純度：

供試土壤：

土壤番号	No. 8	No. 14	No. 16	No. 20	
採取場所	日植防高知	日植防牛久	和歌山県農試	日植防宮崎	
土壤群名	灰色低地土 (沖積鈣質土壤)	淡色黒ボク土	灰色低地土	砂丘未熟土	
土性	軽埴土	シルト質埴壤土	軽埴土	砂土	
砂%	41.7	26.2	36.1	90.1	
シルト%	31.9	50.9	28.8	5.2	
粘土%	26.4	22.9	35.1	4.7	
有機炭素含有率 OC%	1.24	2.25	2.17	0.96	
pH	H ₂ O	6.4	6.8	6.1	6.2
	CaCl ₂	5.2	5.6	4.7	4.6
	KCl	-	5.9	-	-
陽イオン交換容量 C.E.C. meq/100g	9.8	21.4	14.3	6.4	

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

試験方法:

1) 試験溶液の調製

被験物質 10mg を 500mL の三角フラスコに量り取り、0.01mol/L 塩化カルシウム溶液 300mL を加えたものを 2 組用意し、室温で 8 時間激しく振とうした後、1 時間超音波処理した。これらを混合し、ディスポーザブルフィルターでろ過した後、等量の 0.01mol/L 塩化カルシウム溶液で希釈したものを調整溶液とした。この調製溶液の実測濃度を下表に記載する。

使用した試験	実測値 ($\mu\text{g/mL}$)	平均値 ($\mu\text{g/mL}$)
スクリーニング試験(吸着)	0.0350, 0.0345	0.0348
スクリーニング試験(脱着)	0.0362, 0.0366	0.0364

2) スクリーニング試験(吸着)

あらかじめ 100mL の共栓付遠心管に試験土壌 10g(乾土相当量)を量り取り、水 10mL を加え密栓して室温で 24 時間以上放置して平衡化した。これに調製溶液 40mL を加え密栓して $25\pm 2^\circ\text{C}$ の恒温水槽で 16 時間振とうした。終了後、2000rpm で 20 分間遠心分離した後、水相 40mL を分取し、分析に供した。試験は各試験土壌につき 2 反復行った。同時に対照として、水 10mL を加え室温で 24 時間以上放置した試験土壌に 0.01mol/L 塩化カルシウム溶液 40mL を加えたもの及び試験土壌なしで調製溶液 40mL を加えたものを同様に操作した。

3) 物質収支

試験系での被験物質の収支を確認するために、スクリーニング試験(吸着)において水相を分取した後の遠心管内容物を分析に供した。水相及び土壌中の被験物質量の含量を求め、これを水相の分析操作の回収率で補正した初期添加量で除して各試験系での物質収支を算出した。

4) スクリーニング試験(脱着)

スクリーニング試験(吸着)と同様の吸着操作を行い、水相を分取した後の遠心管に 0.01 mol/L 塩化カルシウム溶液 40mL を加えて密栓し、 $25\pm 2^\circ\text{C}$ の恒温水槽で 16 時間振とうした。終了後、2000rpm で 20 分間遠心分離し、水相 40mL を分取した。遠心管に再度 0.01mol/L 塩化カルシウム溶液 40mL を加え、脱着操作を再度繰り返した。分取した水相は各々別々に分析に供した。スクリーニング試験(吸着)と同様の吸着操作によって得られた水相中の被験物質濃度及び脱着操作によって得られた水相中の被験物質濃度から吸着された被験物質に対する脱着された被験物質の割合及び脱着されなかった被験物質の割合を算出した。

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。

5) 分析方法

高速液体クロマトグラフィー(HPLC)で分析した。最小検出量は、水相で 1.0 ng、土壌で 0.8 ng で、検出限界は水相で 0.0005 $\mu\text{g/mL}$ で、土壌では 0.008 $\mu\text{g/g}$ であった。

結 果:

スクリーニング試験(吸着)の結果から算出された各土壌の 25°Cにおける吸着係数 K' は 23.74 ~132.64、有機炭素吸着係数 K'_{oc} は 2473~7500 であった。また、土壌への吸着率は 82.5~95.6%であった。物質収支(回収率)は、74.8~91.0%であった。下記に吸着及び脱着のスクリーニング試験結果を記載した。

スクリーニング試験(吸着)結果

土壌番号 採取場所 土性	No. 8 日植防高知 軽埴土	No. 14 日植防牛久 シルト質埴壤土	No. 16 和歌山県農試 軽埴土	No. 20 日植防宮崎 砂土
初期添加量 (μg)	1.392 1.392	1.392 1.392	1.392 1.392	1.392 1.392
土壌重量 (水分を含む) (g)	19.59 19.66	21.04 21.10	19.73 19.66	19.55 19.66
土壌中水分量 (mL)	9.59 9.66	11.04 11.10	9.73 9.66	9.55 9.66
水相濃度 C_e ($\mu\text{g/mL}$)	0.0013 0.0015	0.0023 0.0013	0.0017 0.0007	0.0053 0.0043
土壌中濃度 X/m ($\mu\text{g/g}$)	0.130 0.129	0.124 0.129	0.128 0.133	0.110 0.115
土壌吸着率 A (%)	95.3 94.5	91.4 95.1	93.8 97.4	80.7 84.3
平均値	94.9	93.2	95.6	82.5
吸着係数 K' (25°C)	100.00 86.00	53.91 99.23	75.29 190.00	20.75 26.74
平均値	93.00	76.57	132.64	23.74
有機炭素含有率 OC%	1.24	2.25	2.17	0.96
有機炭素吸着係数 K'_{oc} (25°C)	7500	3403	6112	2473

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。

スクリーニング試験(脱着)結果

土壌番号 採取場所 土性	No. 8 日植防高知 軽埴土	No. 14 日植防牛久 シルト質埴壤土	No. 16 和歌山県農試 軽埴土	No. 20 日植防宮崎 砂土
初期添加量 (μg)	1.456 1.456	1.456 1.456	1.456 1.456	1.456 1.456
吸着後水相濃度 C_e ($\mu\text{g/mL}$)	0.0015 0.0016	0.0017 0.0018	0.0009 0.0011	0.0048 0.0045
吸着後土壌中水分量 (mL)	9.48 9.79	10.78 10.92	9.70 9.68	9.40 9.49
1回目脱着後水相濃度 C_1 ($\mu\text{g/mL}$)	0.0008 0.0008	0.0009 0.0009	0.0005 0.0005	0.0025 0.0022
2回目脱着後水相濃度 C_2 ($\mu\text{g/mL}$)	0.0005 0.0005	0.0005 0.0005	0.0005 0.0005	0.0016 0.0017
吸着後土壌中濃度 X/m ($\mu\text{g/g}$)	0.135 0.134	0.134 0.133	0.138 0.137	0.119 0.120
脱着されたジフルヘンズロン の割合 D (%)	2.8 2.7	2.8 2.4	2.3 2.1	10.0 9.4
平均値	2.8	2.6	2.2	9.7
脱着されなかったジフルヘ ンズロンの割合 R (%)	97.1 97.5	96.9 97.6	97.6 97.7	89.6 90.5
平均値	97.3	97.2	97.6	90.0

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。

6. 生物濃縮性試験

ジフルベンズロンの生物濃縮性試験

(資料 M-19)

試験機関 : Analytical Bio-Chemistry Laboratories
(米国)[GLP 対応]
報告書作成年 : 1989 年

供試標識化合物: [¹⁴C]ジフルベンズロン

* 放射能標識位置

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

標識位置:

比放射能:

放射化学的純度:

標識位置の選定理由:

供試魚: ブルーギル(Lepomis macrochirus)

放飼匹数: 各 120 匹(対照区および処理区)

試験開始時の齢期、体重および体長: 1 年未満、6.0±0.91 g、59±2.3 mm

蓄養・順化: 取込段階と同一の飼育条件下で、14 日間にわたって蓄養し、健康状態を観察したもの(従って、特に順化期間は設けなかった)。

供試水: 末尾の表 1 に記載した特性を有する深井戸水を希釈用水として用い、補助溶媒アセトンに溶解した供試化合物原液を処理区水槽に流水法により送液し、およびアセトンのみを含有させて対照区水槽に送液して飼育水とした。

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ヨウ株式会社にある。

試験方法:

試験期間: 取込段階 28 日間、排泄段階 14 日間

試験濃度: 処理区—設定値 0.01 mg/L(28 日間の平均実測値 0.0093 mg/L、補助溶媒アセトンの最終濃度:0.1 mL/1480 mL)対照区—0 mg/L(アセトンを上記濃度で含む希釈用水のみ)

試験濃度の選定理由:

試験容器: 100 L ガラス製水槽(供試水の充填量:70 L)

試験温度: 20~21°C(処理区の実測値)

試験 pH: 7.8~8.0(処理区の実測値)

溶存酸素: 7.6~9.3 mg/L(処理区の実測値、上記水温における飽和の 90~110%)

照明条件: 16 時間の明条件

給 餌: 市販の魚類用飼料(約 3.0 g/日/水槽)

魚の観察: 2 回/日

送液装置: 比例式希釈装置および 2 連装シリンジ式ディスペンサー(送液量:287 mL/分/水槽、換水率:70 L を約 5.9 回/日)

試料の採取: 両区の水槽から以下の時点に試料を採取して(代謝物特徴付け用を除く)、分析に供試した。

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 2 試料の採取スケジュール

試料	採取量	採取時期(各段階開始後の経過日数)	
		取込段階	排泄段階
水	10 mL×2 点	0、0.17、1、3、 7、14、21、28	1、3、7、10、14
魚	各 3 匹(部位別、全体分析用)		

分析方法：

分析対象：試験水並びに魚の切り身(可食部：胴体の筋肉、外皮、骨格)、全体および内臓(非可食部：ひれ、頭部、体内器官)(可食部：非可食部=49:51)

分析法：魚試料は、燃焼後に液体シンチレーション計数を用いた放射能測定(水試料は、直接測定)

放射能成分の分離および定量：本試験では放射能成分を分離しては定量せず、放射能測定値を全て供試化合物によるとみなして解析した。

試験結果：

魚の一般状態：全試験期間を通じて、死亡または異常な行動は観察されなかった。

水中および魚体中濃度並びに生物濃縮係数の経時的変化：

供試化合物の水中および魚体中濃度の経時的な実測値を、次頁の表 3 に示した。28 日間の取込段階中の供試化合物の水中濃度はほぼ一定しており、範囲は 0.0054~0.011 mg/L であった。取込および 14 日間の排泄段階を通じて、魚による供試化合物の安定した取込および排泄状況がみられた。魚の部位別の取込および排泄の推移を次頁の図 1 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。

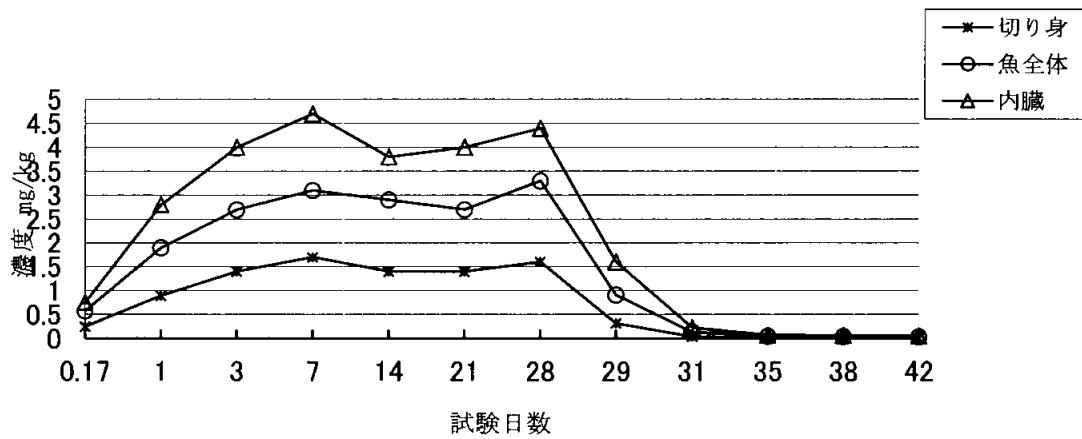


図1 ブルーギルによるジフルベンズロンの取込／排泄

表3 処理区についての測定結果

試験段階	経過日数	総放射能濃度(供試化合物として)							
		水		魚の切り身		魚全体		魚の内臓	
		実測値 mg/L	ランニング平均 mg/L	mg/kg	生物濃縮係数	mg/kg	生物濃縮係数	mg/kg	生物濃縮係数
取込	0	0.0094	—	—	—	—	—	—	—
	0.17	0.0054	0.0074	0.25	34	0.58	78	0.75	100
	1	0.0070	0.0073	0.89	120	1.9	260	2.8	380
	3	0.010	0.0080	1.4	180	2.7	340	4.0	500
	7	0.011	0.0086	1.7	200	3.1	360	4.7	550
	14	0.0099	0.0088	1.4	160	2.9	330	3.8	430
	21	0.011	0.0091	1.4	150	2.7	300	4.0	440
	28	0.011	0.0093	1.6	170	3.3	350	4.4	470
排泄	1	0.0015	—	0.32	—	0.91	—	1.6	—
	3	0.0002	—	0.044	—	0.14	—	0.23	—
	7	<0.0001	—	0.013	—	0.047	—	0.071	—
	10	<0.0001	—	0.014	—	0.045	—	0.067	—
	14	<0.0001	—	0.012	—	0.038	—	0.056	—

注: この表における生物濃縮係数は試料採取当日における値であり、その組織中濃度をその日を含む水中濃度のランニング平均で除して得たものである。

—: 該当せず

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。

結果のまとめ: 上記の結果を基にして、魚の部位別生物濃縮係数の範囲、最終的な生物濃縮係数、組織中濃度および排泄率などをまとめて、以下の表 4 に示した。予測通り、内臓部位への濃縮性が大きく、切り身はその 50%未満であった。上記に示した図 1 にみられるように、各部位への濃縮および排泄状況は互いにほぼ並行関係にあった。

表 4 結果のまとめ

魚の部位	取 込 段 階				排 泄 段 階	
	1 日間の生物濃縮係数	最終日(28 日目)の生物濃縮係数(倍)	この期間中の組織中濃度の範囲 (mg/kg)	最終日(28 日目)の組織中濃度(mg/kg)	最終日(14 日目)の組織中濃度 (mg/kg)	排泄率 (%)
切り身	34~200	170	0.25~1.7	1.6	0.012	99
全 体	78~360	350	0.58~3.3	3.3	0.038	99
内 臓	100~550	470	0.75~4.7	4.4	0.056	99

結果の解析: 2コンパートメント(水および魚)を想定したコンピュータモデリング・プログラム(BIOFAC)を用いて、表 3 に記載の魚全体についての数値を解析した結果を下表に示した。

表 5 コンピュータモデリングによる魚全体についての解析結果

項 目	推 定 値
取込の速度定数	370 (±57)mg/kg 魚/mg/L 水/日
排泄の速度定数	1.2 (±0.18)/日
50%排泄に要する期間	0.60 (±0.09)日
生物濃縮係数	320 (±70)
定常状態への 90%到達期間	2.0 (±0.31)日

このモデルから得られた生物濃縮係数計算値は、3、7、14、21 および 28 日目(定常状態)における魚全体についての実測した生物濃縮係数平均値 336 倍の 95.2%であった。

結 論: 以上の取込および排泄データから、本化合物は試験の 7 日目までに定常状態に到達し、清浄な水に戻すと 14 日間のうちに平均 99%が体外に排泄されると推測された。今回採用した 2 コンパートメントモデルは、本化合物の取込/排泄の動態をほぼ正確に表した。

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 用いた水の化学的特性

項 目	数 値
硬 度	CaCO ₃ として 260~280 mg/L
アルカリ度	CaCO ₃ として 278~332 mg/L
pH	7.7~8.2
電気伝導率	455~522 μ Mhos/cm
全有機炭素	< 1.0 ppm
懸濁物質	0.7~1.6 ppm
塩 素	< 0.05 ppm
金属、塩化炭化水素、有機リン系農薬 および PCB など	全て所定濃度未滿

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. その他(参考試験)

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。

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。

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。

代謝分解のまとめ

ジフルベンズロンの動物、植物、土壌及び水中における代謝・分解、残留並びにモデルエコシステムにおける挙動の要約は下記の通りであり、代謝経路及び結果の概要は次頁に示した。

1. 動物体内における代謝

ジフルベンズロンをラットに経口投与した時、血中濃度は速やかに上昇し、4時間で最高値に達しその後徐々に減少し、血中濃度の生物学的半減期は14時間であった。また、組織中の残留濃度も4時間で最高値を示し、残留濃度の高かった臓器は血液循環量の多い肝臓、肺、心臓、脾臓及び脂肪であったが、その後急速に減少した。投与量に対する割合は最高濃度を示した肝臓で0.25%(168時間後)であった。また、組織中の分布は投与量により影響を受けなかった。

投与後24時間以内に90%、168時間までに97%以上が糞尿中に排泄された。排泄の経路として投与の30%が消化管より吸収され、うち15%が胆汁中に排泄され、これと合わせて75~96%が糞中に排泄され、呼気中の排泄は認められなかった。この傾向は反復投与によっても変わらなかった。

尿中及び胆汁中で同定・定量された代謝物は多く認められたものから以下のとおりであり、主として尿素部位の加水分解が認められた(資料 M-1, M-3)。

*: 特定できなかった

資料M-3において、同定された および の同定に不確かさが認められたため、資料M-4 でさらに詳細な代謝物の同定が実施された。その結果、ラットにおけるジフルベンズロンの主要な代謝物は、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。

であった。

は、TRR の約 3%を占めていた。

ジフルベンズロンの代謝経路中で中心となっている代謝物は、

に水酸化を受けた代謝物の であり、その後この部位への他の反応が続いた。従って、 は同じく に水酸化を受けた代謝物と共に、尿中の TRR のそれぞれ 3.24 及び 0.9%を占めていた。以上 の主要代謝物 の他に、 個のマイナー代謝物が同定されたが、それぞれは尿中の TRR の 0.1~2%を占めていたに過ぎなかった。

この試験の結果から、 及び はラットにおける代謝物ではないことが明らかになり、共に約 0.4 ppb 未満であった。さらにこれらの N-水酸化誘導体も検出されなかった。

また、乳牛においてもラット同様に糞尿中に投与の大部分が排泄され、主な代謝物は であった(資料 M-2)。

2. 植物体内における代謝

大豆の葉に塗布し、9 週目までの葉中の放射性残留物は、ジフルベンズロンが 95%以上であり、また、塗布後 16 週目の大豆の実中には極く微量(0.02ppm; 検出限界値)の放射性残留物しか認められなかったこと、及び葉上の放射性の移行が認められなかったことから移行性はほとんどないと考えられる(資料 M-5)。

棉の葉に処理したジフルベンズロンは 14 日後で 5%が内部組織に移行したが 87%は葉面上に残留しており、蒸散等による消失は 7%であった。葉面及び内部組織中には代謝物は認められなかった。また、棉全体に 10 回散布後 1カ月の種子及び新葉を分析したところ、種子中の放射能は認められず新葉への移行(処理葉の 1~2%)もほとんど認められなかった(資料 M-9)。

土壌処理後に稲及び小麦を植付け、8 週後の葉には微量の親化合物が認められ(検出限界以下)他、 が確認された。 のその時の濃度は約 0.2 ppm であった(資料 M-8)。

同様に大豆、とうもろこし、ばれいしょを植付け可食部への吸収移行を確認したところ吸収移行はほとんど認められなかった(資料 M-9)。

また、水稻へ移植後 10 日に茎葉散布した結果、茎部および穀粒からジフルベンズロンおよび が確認された。また、 が

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。

茎部および穀粒から、が茎部からそれぞれマイナーな代謝物として確認された。(資料M-7)

土壌中の主要代謝物及びに「トマト」及び「そらまめ」を浸漬したところは速やかに茎葉に移行し、は速やかに脱炭酸された(資料 M-11、M-12)。また、後作作物(たまねぎ、キャベツ、小麦、ぶちいんげんまめ、はつかだいこん)の可食部位の残留量は「はつかだいこん」を除き(0.09ppm)検出限界以下であった(資料 M-9、M-10)。

3. 土壌中における代謝

7種類の畑地土壌及び3種類の湛水土壌に添加した場合、ジフルベンズロンの半減期は3~6日と短く、主な代謝物は及びであり、その他に微量のが同定された(資料 M-1、M-13)。

散布の際土壌に落下したジフルベンズロンはその大部分が表層より7.5cmの深度に分布しており、野外条件でも下層への浸透は少なく、約80%が親化合物であった。代謝物としてが検出された(資料 M-9)。

滅菌および非滅菌畑地壤土を用いた好氣的土壌中運命試験(資料 M-14)の結果、[¹⁴C]及び[¹⁴C]ジフルベンズロンを処理した非滅菌土壌における半減期は、各々9.95及び8.83日で、滅菌土壌における半減期は、各々385及び866日であった。代謝経路としては、ジフルベンズロンは好氣的土壌条件下で急速に代謝され、主に及びを形成し、それらはさらに分解し、二酸化炭素にまで無機化され、また、土壌結合残留物として固定化された。投与量に対する放射能回収率は、[¹⁴C]で平均97%以上、[¹⁴C]で平均99%以上であった。

4. 葉面上及びシリカゲル板上の光分解

棉葉及びシリカゲル板上のジフルベンズロンの太陽光による分解は少なく、28日後においても、約50%が表面に残留しており98%以上が親化合物であった(資料 M-9)。

5. 水中における代謝

加水分解運命試験(資料 M-15、16)の結果、pH 4、5、7の溶液では、4週間後における供試化合物減少率は10%未満で、加水分解に対して安定と考えられた。pH9条件下

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。

では、分解がみられ半減期は約 4 週間であり、主な代謝物は
と
であった。

水中光分解運命試験(資料 M-17)の結果、滅菌自然水中のジフルベンズロンは、急速に分解し、その半減期(DT50)は2.0~2.5日、DT90は6.6~8.3日であった。また滅菌 pH 5 緩衝液中のジフルベンズロンの光分解も急速で、その半減期(DT50)は4.3~5.5日、DT90は14.3~18.2日であった。

これを春の東京における自然太陽光下に換算すると、ジフルベンズロンの DT50 及び DT90 は、滅菌 pH 5 緩衝液中では、27.4~35.0 及び 91.0~115.8 日、滅菌自然水中では 12.7~15.9 日及び 42.0~52.8 日であった。

想定代謝経路としては、光分解により、尿素の が開裂して
が形成され、次に加水分解により が形成された。さらにジフルベンズロンおよび/あるいはその分解物の光分解により多数の極性分解生成物が形成され、酸化的分解により $^{14}\text{CO}_2$ が生成された。またジフルベンズロンの
の分解は極めて急速で、中間生成物は検出されなかった

6. モデルエコシステムにおける挙動

モデルエコシステム内のソルガムにジフルベンズロンを塗布し、この処理葉をヒトリガの幼虫に摂食させ、プランクトン、ミジンコ、藻類、巻貝、蚊の幼虫、カダヤシの生存する水系に検体が食物連鎖をするようにした。各生物を取り出し、ジフルベンズロンの濃縮性を確認した結果、最も高い濃縮性を示した蚊の幼虫を捕食するカダヤシ中では、ジフルベンズロンは代謝分解を受けその濃縮性は認められなかった(資料 参 M-20)。

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。

代謝分解物の概要-1-1 (動物) (数値は代謝物の割合(%))

代謝分解物		A 親化 合物		備 考	
動物	ラット	実験 1	尿(0~144 時間)	—	14C-標識化合物と3H-標識化合物の平均値
			糞(0~144 時間)	—	
			カルカス(72 時間)	—	
		実験 2	胆汁(0~72 時間)	—	
			尿(0~72 時間)	—	
			糞(0~72 時間)	—	
	マウス	5mg/kg 1 回	尿(0~24 時間)	3.9	尿と糞は加水分解物について構成比(%)を記載
			糞(0~24 時間)	88.8	
			胆汁(0~24 時間)	7.4	
		100mg /kg 1 回	尿(0~24 時間)	4.4	
			糞(0~24 時間)	96.3	
		5mg/kg 15 日間	尿(0~24 時間)	4.2	
糞(0~24 時間)	96.5				

(注) —: 確認を行っていない。 +: 確認を行ったが、未検出。 *: (3H-標識)

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。

代謝分解物の概要-1-2 (動物) (数値は代謝物の割合(%))

代謝分解物				A 親化 合物		投与 量に 対す る回 収率 (%)	備 考
動物	ラット	112 mg/kg	尿 (96h)	-		2.13	
			糞 (96h)	-		66.6	
			ケージ 洗浄 液	-		0.02	
			カーカ ス	-		0.09	

(注) -: 確認を行っていない。 +: 確認を行ったが、未検出。 *: (³H-標識)

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。

代謝分解物の概要-1-3 (動物) (数値は代謝物の割合(%))

代謝分解物		A 親化 合物		備 考	
動 物	乳 牛	尿 (0~24 時間)	0		
		糞 (0~24 時間)	58.6		
		牛乳 (0~24 時間)	52.0		
		血液 (3 日後)	—		
	組 織 (7 日後)	肝 臓	—		その他の組織 は 無残留
		皮 膚	—		

(注) —: 確認を行っていない。 +: 確認を行ったが、未検出。 *: (³H-標識)

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。

代謝分解物の概要-2-1 (植物)

代謝分解物			A 親化 合物		備 考		
植 物	・ 一 回 処 理 大豆	葉	2 週間後	105		¹⁴ Cと ³ Hの平 均値	
			4 週間後	105			
			9 週間後	105			
		実 (16 週間後)	—				
	稲	0.5mg/鉢 (土壌処理)	葉 (15 週間後)	<3.6 (<0.01)		抽出物中の 残留濃度 (ppm)	
			土壌 (18 週間後)	3.1 (0.001)			
	小麦	0.5mg/鉢 (土壌処理)	葉 (8 週間後)	<1.5 (<0.01)			
			土壌 (6 週間後)	2.2 (0.002)			
	大豆	1.8mg/鉢 (土壌処理)	葉(13 週間後)	+			回収率は ¹⁴ C 濃度を記 載 (ppm)
			子実(13 週間後)	trace			
			土壌(15 週間後)	5.9 (<0.01)			
	とうも ろこし	1.8mg/鉢 (土壌処理)	葉(16 週間後)	trace			
雌穂(16 週間後)			+				
土壌(15 週間後)			9.1 (<0.01)				
ばれい しょ	1.8mg/鉢 (土壌処理)	葉(12 週間後)	trace				
		塊茎(12 週間後)	+				
		土壌(15 週間後)	6.7 (<0.01)				

数値は代謝物の TRR に占める割合(%) ()内は放射能濃度(ppm)を表す。

(注) —:確認を行っていない。 +:確認を行ったが、未検出。 *:(³H-標識)

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。

代謝分解物の概要-2-2 (植物)

代謝分解物			A 親化 合物		備 考	
植 物	棉	70g/ha 10回散布	種子 (散布後1ヵ月)	<0.01 ppm		土壌は抽出 量に対する 割合(%)
			土壌 (散布後7ヵ月)	81		
		500ppm 溶 液 100 μL/ 葉塗布	葉(28日後) (光分解)	54.6		
	稲	1.5ポンド/ エーカー	穀粒	0.3 (0.002)		
茎部			41.9 (3.769)			

数値は代謝物の TRR に占める割合(%) ()内は放射能濃度(ppm)を表す。

(注) -: 確認を行っていない。 +: 確認を行ったが、未検出。 *: (³H-標識)

※抱合体を含む

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

代謝分解物の概要—3-1（土壌中）（数値は代謝物の割合(%)）

代謝分解物		A 親化 合物	投与量に 対する回収 率(%)	備 考
土 壤	畑 地 砂 壤 土	好氣的 (4 週間後)	2	投与量に 対する回収率 (%)は ^{14}C と ^3H の平均値
		(26 週間後)	<1	
	嫌氣的 (4 週間後)	2		
		(26 週間後)	1	

数値は代謝物の割合(%)

(注) -: 確認を行っていない。 +: 確認を行ったが、未検出。 *: (^3H -標識)

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。

代謝分解物の概要-3-2 (土壤中) (数値は代謝物の割合(%))

代謝分解物		抽出液		投与量に対する回収率 (%)	備考		
		A 親化合物					
好氣的土壤	畑地壤土 [An- ¹⁴ C]ジフルベンスロン	非滅菌土壤	0	98.0	100.6		
			7	63.8	101.0		
			14	34.9	97.3		
			30	12.1	96.0		
			60	1.1	95.6		
			90	2.4	95.3		
			120	1.4	97.9		
		滅菌土壤	0	97.4	99.2		
			7	94.8	98.5		
			30	92.2	96.1		
		畑地壤土 [Bz- ¹⁴ C]ジフルベンスロン	非滅菌土壤	0	100.5	101.6	
				7	55.1	95.6	
				14	37.8	100.5	
				30	13.0	95.3	
	60			3.1	97.4		
	90			-	104.1		
	120			-	105.2		
	滅菌土壤		0	101.3	101.9		
			7	101.1	101.9		
			30	98.8	101.9		

数値は代謝物の割合(%)

(注) - : 該当なし nd: 検出されず

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。

代謝分解物の概要－4－1(水 中) (数値は代謝物の割合(%))

代謝分解物		A 親化 合物		投与量に 対する回 収率(%)	備 考
加 水 分 解	(4 週間後)	46		109	
	(8 週間後)	19		110	
	(12 週間後)	9		103	

数値は代謝物の割合(%)

(注) ー:確認を行っていない。 +:確認を行ったが、未検出。 *:(³H-標識)

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。

代謝分解物の概要－4－2(水 中) (数値は代謝物の割合(%))

		経過日数	A 親化 合物		投与量に 対する回 収率(%)	備 考
加 水 分 解	pH4	0日	97.3		97.3	
		1日	97.5		97.5	
		3日	98.1		98.1	
		7日	97.1		97.1	
		10日	96.7		96.7	
		14日	98.0		98.0	
		21日	94.9		94.9	
		30日	97.0		97.0	
	pH5	0日	104.1		92.3	4週間 後の回 収率 は、フ ラスコ のガラ ス壁に 吸着さ れた 14Cを 含めた 値。
		3日	102.1		88.7	
		7日	102.0		88.6	
		2週間	101.0		75.3	
		3週間	96.0		88.2	
		4週間	95.6		99.6	
	pH7	0日	105.6		83.1	
		3日	99.2		86.2	
		7日	95.9		91.2	
		2週間	95.3		90.1	
		3週間	97.2		86.0	
		4週間	94.2		100	
pH9	0日	94.1		97.0		
	3日	90.4		92.0		
	7日	81.9		94.0		
	2週間	68.2		89.3		
	3週間	57.2		93.0		
	4週間	54.3		95.4		

(注) ー:該当なし

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

代謝分解物の概要-4-3(水中) (数値は代謝物の割合(%))

				経過 日数	A 親化 合物		投与量 に 対する 回収率 (%)	備 考
水 中 光 分 解	[An-14C] シフル ヘンズロン	pH5	照射区	0	98.4		99.3	
				0.25	98.5		99.9	
				1	92.7		99.2	
				2	73.4		97.7	
				3	56.1		97.0	
				5	43.6		97.4	
				9	24.4		99.6	
				9	98.0		99.5	
		滅菌 自然 水	照射区	0	96.9		98.6	
				0.25	92.9		98.0	
				1	89.8		99.0	
				2	71.4		97.1	
				3	39.6		96.8	
				5	21.0		96.5	
				9	4.5		99.4	
				9	91.6		98.1	

(注) - : 該当なし 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アグロカネショウ株式会社にある。

代謝分解物の概要-4-3(水 中)のつづき (数値は代謝物の割合(%))

				経過 日数	A 親化 合物		投与量 に 対する 回収率 (%)	備 考
水 中 光 分 解	[Bz-14C] ジフル ヘンズロン	pH5	照射区	0	99.5		99.5	
				0.25	96.2		100.6	
				1	86.1		99.1	
				2	78.5		98.2	
				3	69.3		99.0	
				5	51.7		99.2	
				9	32.1		99.6	
				9	99.5		99.5	
		滅菌 自然 水	照射区	0	99.7		99.7	
				0.25	91.4		98.2	
				1	80.5		98.9	
				2	59.0		98.3	
				3	41.5		96.9	
				5	21.0		97.8	
				9	8.9		96.1	
				9	92.6		99.0	

(注) - : 該当なし 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アグロカネショウ株式会社にある。

ジフルベンズロンの動植物等における代謝分解経路

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

〔附〕 ジフルベンズロンの開発年表