

9.2 植物体内運命に関する試験

9.2.1 ぶどうにおける残留・代謝 (資料 No. M-2.1)

試験機関

報告書作成年 1995 年

標識化合物：

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名； 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

試験方法：

供試植物；ぶどう (品種：デラウェア)

栽培条件；ポット (a/7000) で生育させた結実初期の果実の付いたぶどうに ^{14}C -フラザスルフロンを土壌又は葉面に別々に処理し、薬剤処理後 10 週間、RI 温室内で栽培した。栽培条件は 120000 lux 以下の太陽光又は蛍光灯の光を一日 14 時間照射し、温度は昼間 27℃ 及び夜間 22℃ に保った。

薬剤処理；葉面処理区

標識化合物の 500 ppm 処理液 (溶媒：0.2% Tween20 を含むリン酸緩衝液, pH 7) を調製し、マイクロシリンジを用いて葉 1 枚あたり 20 μL (フラザスルフロン 10 μg) を葉の表面に処理した。処理葉は 1 本の枝につき中位の葉 1 枚とし、1 ポットにつき 5 枚の葉に処理した。1 ポットの植物体にフラザスルフロン 50 μg 処理したこととなり、これは圃場においてフラザスルフロンを 100 g ai/ha 処理した時、その 3 分の 1 が植物体に降りかかった場合に相当する。

土壌処理区

標識化合物の 30 ppm 処理液を調製し、ポットに植わったぶどうの根元の土壌表面に 5 mL (フラザスルフロン 150 μg) ずつピペットを用いて滴下した。この処理量は、圃場における 100 g ai/ha の処理量に相当する。

試料調製；土壌処理区は薬剤処理 4、8 及び 10 週間後に、また、葉面処理区は薬剤処理 8 及び 10 週間後に収穫し、果実、処理葉（葉面処理区のみ）、茎葉部、木部、根部及び土壌に分けた。処理葉は表面をアセトニトリルで洗浄したのち裁断し、80%アセトニトリルで抽出した。洗浄液及び抽出液の一部を取り、放射能を液体シンチレーションアナライザー（LSA）で測定し、全抽出放射能を求めた。残りの抽出液は酢酸エチルで分配し、水層はさらに Sep-Pak で分画したのち、各々の画分の放射能を測定した。抽出残渣中の放射能はサンプルオキシダイザーで燃焼したのち、LSA で測定した。抽出残渣中の放射能を明らかにするため、残渣を α -アミラーゼ、プロテアーゼ、EGTA(エチレンジアミン四酢酸)及び硫酸で処理を行い、それぞれの放射能を測定した。土壌は 80%アセトニトリルで抽出し、LSA で放射能を測定した。抽出残渣はサンプルオキシダイザーを用いて燃焼し、さらに抽出残渣の一部はソックスレー抽出を行ってそれぞれ放射能を測定した。

試験結果：

吸収移行及び残留；土壌処理区では果実中の残留放射能は全期間を通して 0.01 ppm 未満であった。又、薬剤処理 10 週間後において茎葉部、木部、根部及び土壌中の残留放射能は親化合物換算でそれぞれ 0.054~0.062 ppm、0.090~0.119 ppm、0.051~0.110 ppm 及び 0.082~0.085 ppm であった。土壌表面に処理した放射能の約 63%は土壌中に存在し、植物体へ吸収、移行した放射能は約 6%であった。全試験期間を通じて全放射能の回収率は 標識処理区で 70.3~87.1%、 標識処理区で 60.9~75.8% であった。葉面処理区では果実中の残留放射能は全期間を通して 0.02 ppm 未満であった。又、薬剤処理 10 週間後における残留放射能は茎葉部で 0.244~0.536 ppm (処理葉 8.8~22 ppm、非処理葉 0.007~0.015 ppm)、木部で 0.006~0.007 ppm、根部で 0.004~0.016 ppm、土壌で 0.003 ppm 以下であった。葉表面に処理した放射能は処理葉に 59~96%残り、各部位へ移行した放射能は処理放射能の 4%程度であった。全期間を通して全放射能の回収率は 標識処理区で 84.3~100.7%と高かったが、 標識処理区では 63.2~67.2%と低く、揮発性代謝物または CO₂ の生成が示唆された (表 1)。

抽出画分における放射能の分布；土壌処理区の果実及び茎葉部を 80%アセトニトリルで抽出し、さらに酢酸エチル-水分配を行った場合、酢酸エチル画分、水溶性画分及び抽出残渣中の放射能は各画分にほぼ均等に分布した (表 2)。一方、葉面処理区では果実部、処理葉及び他の茎葉部とも水溶性画分に占める放射能の割合が多く、水溶性代謝物の生成割合が多いことが推察された。処理葉では残留放射能の約 20%が葉表面の洗浄液に検出され、遊離した放射能は少なく、酵素処理後の抽出残渣は最終的に 10~17%であった。これらの放射能は ¹⁴C が抽出残渣の生体成分中に取り込まれているものと考えられる (表 3)。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表1 ぶどう及び土壌における残留放射能の濃度（親化合物換算、ppm）
及び分布（処理放射能に対する%）

経過週数	フザ [®] スルホン						フザ [®] スルホン					
	4		8		10		4		8		10	
単位	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
土壌処理区												
果実部	0.004	0.2	0.003	0.3	0.005	0.4	0.005	0.4	0.003	0.2	0.004	0.3
茎葉部	0.064	2.3	0.048	2.7	0.062	1.9	0.050	1.7	0.016	0.7	0.054	1.5
木部	0.082	0.7	0.009	0.1	0.090	1.5	0.011	0.1	0.028	0.5	0.119	2.1
根部	0.047	1.0	0.085	2.9	0.110	3.0	0.197	4.4	0.027	1.1	0.051	1.6
根部洗液	—	0.2	—	0.2	—	0.4	—	0.3	—	0.2	—	0.2
土壌	0.101	80.8	0.107	80.9	0.082	63.1	0.066	68.9	0.078	58.2	0.085	63.5
溶出液*	—	<0.1	—	<0.1	—	<0.1	—	<0.1	—	<0.1	—	<0.1
全 ¹⁴ C	—	85.2	—	87.1	—	70.3	—	75.8	—	60.9	—	69.2
葉面処理区												
果実部	—	—	0.010	1.4	0.019	1.1	—	—	0.010	0.7	0.005	0.4
茎葉部	—	—	1.046	82.4	0.536	98.3	—	—	0.626	61.5	0.244	60.5
処理葉	—	—	16.59	81.3	22.01	95.7	—	—	25.78	59.2	8.838	58.8
非処理葉	—	—	0.015	1.1	0.015	2.6	—	—	0.024	2.3	0.007	1.7
木部	—	—	0.010	0.2	0.007	0.2	—	—	0.008	0.3	0.006	0.3
根部	—	—	0.002	0.1	0.004	0.4	—	—	0.005	0.4	0.016	1.6
土壌	—	—	<0.001	0.2	<0.001	0.7	—	—	<0.001	0.3	0.003	4.4
溶出液*	—	—	—	<0.1	—	<0.1	—	—	—	<0.1	—	<0.1
全 ¹⁴ C	—	—	—	84.3	—	100.7	—	—	—	63.2	—	67.2

* : ぶどう植物体を植えたポットの下方より溶出した液

表2 ぶどう果実及び枝葉の放射能中の分布 (土壌処理)

経過週数	4		8		10	
単位	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
フラザスルフロン						
果実部						
アセトリル抽出画分	0.003	67.7	0.002	65.4	0.003	68.0*
酢酸エチル画分	0.001	30.9	0.001	28.1	0.001	33.2*
水溶性画分	0.002	36.8	0.001	37.3	0.002	34.8*
抽出残渣	0.001	32.3	0.001	34.6	0.002	32.0*
全 ^{14}C	0.004	100	0.003	100	0.005	100*
茎葉部						
アセトリル抽出画分	0.047	72.7	0.030	63.4	0.046	74.4
酢酸エチル画分	0.033	50.7	0.009	20.0	0.017	28.0
水溶性画分	0.014	22.0	0.021	43.4	0.029	46.4
抽出残渣	0.017	27.3	0.018	36.6	0.016	25.6
全 ^{14}C	0.064	100	0.048	100	0.062	100
フラザスルフロン						
果実部						
アセトリル抽出画分	0.004	79.8	0.002	61.9	0.002	57.9
酢酸エチル画分	0.002	31.8	0.001	19.0	0.002	44.8
水溶性画分	0.002	48.0	0.001	42.9	<0.001	13.1
抽出残渣	0.001	20.2	0.001	38.1	0.002	42.1
全 ^{14}C	0.005	100	0.003	100	0.004	100
茎葉部						
アセトリル抽出画分	0.040	79.2	0.009	53.5	0.036	67.5
酢酸エチル画分	0.022	44.0	0.004	22.1	0.017	31.9
水溶性画分	0.018	35.2	0.005	31.4	0.019	35.6
抽出残渣	0.010	20.8	0.007	46.5	0.018	32.5
全 ^{14}C	0.050	100	0.016	100	0.054	100

表3 ぶどう果実、処理葉及び非処理葉中の放射能中の分布（葉面処理）

経過週数	フラザスルフロン				フラザスルフロン			
	8		10		8		10	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
果実部								
アセトリル抽出画分	0.008	77.2	0.015	80.4	0.006	62.0	0.004	77.4
酢酸エチル画分	0.003	26.4	0.005	26.9	0.002	17.1	0.001	9.8
水溶性画分	0.005	50.8	0.010	53.5	0.004	44.9	0.003	67.6
抽出残渣	0.002	22.8	0.004	19.6	0.004	38.0	0.001	22.6
全 ¹⁴ C	0.010	100	0.019	100	0.010	100	0.005	100
処理葉								
洗浄液	3.50	21.1	3.61	16.4	5.13	19.9	1.494	16.9
吸収された ¹⁴ C	13.09	78.9	18.40	83.6	20.65	80.1	7.344	83.1
アセトリル抽出画分	10.02	60.4	14.13	64.2	14.33	55.6	4.967	56.2
酢酸エチル画分	4.23	25.5	7.00	31.8	7.09	27.5	1.918	21.7
水溶性画分	5.79	34.9	7.13	32.4	7.24	28.1	3.049	34.5
抽出残渣	3.07	18.5	4.27	19.4	6.32	24.5	2.377	26.9
全 ¹⁴ C	16.59	100	22.01	100	25.78	100	8.838	100
非処理葉								
アセトリル抽出画分	0.011	70.2	0.011	72.4	0.015	63.3	0.004	55.6
酢酸エチル画分	0.003	16.3	0.003	22.5	0.003	13.7	0.002	21.4
水溶性画分	0.008	53.9	0.008	49.9	0.012	49.6	0.002	34.1
抽出残渣	0.004	29.8	0.004	27.6	0.009	36.7	0.003	44.4
全 ¹⁴ C	0.015	100	0.015	100	0.024	100	0.007	100

表 4 土壌処理後の土壌中フラザスルフロンの分布 (%TRR, ppm)

経過週数	フラザスルフィン						1 フラザスルフィン					
	4		8		10		4		8		10	
単位	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
アセトニール抽出物	81.4	0.082	73.8	0.079	72.1	0.059	66.9	0.044	57.6	0.045	55.3	0.047
フラザスルフィン (A)	10.5	0.011	4.8	0.005	8.1	0.007						

表 5 土壌処理後の土壌中代謝物の分布 まとめ (%TRR, ppm)

経過週数	フラザスルフィン						フラザスルフィン					
	4		8		10		4		8		10	
単位	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
フラザスルフィン (A)	10.5	0.011	4.8	0.005	8.1	0.007	12.4	0.008	10.6	0.008	4.9	0.004

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 6 葉面処理後の葉中フラザスルフロン及び代謝物の分布 (%TRR)

経過週数	フラザスルフロン		フラザスルフロン	
	8	10	8	10
洗浄液	21.1	16.4	19.9	16.9
フラザスルフロン(A)	9.8	8.1	16.1	12.2

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 7 葉面処理後の葉中フラザスルフロロン及び代謝物の分布 まとめ

経過週数 単位	8		10		8.		10.	
	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
フラザスルフロロン (A)	12.0	1.991	9.6	2.113				

9.2.2 ぶどうの果実中における代謝 (資料 No. M-2.2)

試験機関

報告書作成年 1995 年

標識化合物：

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名： 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試作物： ぶどう (品種：デラウェア)市販品

ぶどう果実は一房に約 100 個の粒が結実しており、1 粒分の重量は約 1 g であった。
ぶどう果実の房はハサミを用いて約 5 等分したものをを用いた。

試験方法：

薬剤処理：¹⁴C-フラザスルフロン 100 ppm 溶液(溶媒：0.01M リン酸緩衝液, pH 7)を調製し、
処理液とした。マイクロシリンジを用いて処理液を果実 1 粒につき 1 μ L (0.1 μ g)ず
つインジェクションした。ぶどう果実 1 房 100 g に対し、処理溶液 100 μ L をイン
ジェクションし、フラザスルフロンを 0.1 ppm 処理した。処理したぶどう果実は 25℃
のインキュベーター内に静置した。

試料調製：試料は薬剤処理 1、7、14 及び 28 日後に採取し、80%アセトニトリル水溶液で抽出
したのち濾過して抽出液を得た。抽出液は一部を分取して、液体シンチレーション
アナライザー (LSA)を用いて放射能を測定し、全抽出放射能量を求めた。残りの抽
出液は酢酸エチルで液-液分配し、酢酸エチル層及び水層について LSA で放射能を
測定した。残りの酢酸エチル層は HPLC、TLC の分析に供した。水層はさらに
Sep-Pak (t C₁₈)を用いて素通り画分とメタノール溶出画分とに分画し、LSA で放射
能を測定するとともに、HPLC、TLC 分析に供した。抽出残渣は未抽出の放射能を
測定するため、サンプルオキシダイザーを用いて燃焼させた。

試験結果： ぶどう果実を 80%アセトニトリルで抽出した場合、全期間を通して 88.7%以上の放射能が抽出された。それらを酢酸エチル-水分配を行った結果、70.8%以上の放射能が酢酸エチル層に分配され、水層には最高で 17.9%が分配された。フラザスルフロンは薬剤処理 1 日後に果実中放射能の 47.3~57.4%にまで代謝され、また 28 日後にはわずかに 1.5~3.0%残存するのみであったことから、フラザスルフロンは果実中で極めて速やかに代謝された。

表 ^{14}C -フラザスルフロンをインジェクションしたぶどう果実中の
フラザスルフロン及び代謝物の分布 (%TRR)

経過日数	フラザスルフロン				フラザスルフロン			
	1	7	14	28 (ppm)	1	7	14	28 (ppm)
酢酸エチル画分 フラザスルフロン(A)	57.4	20.0	11.1	1.5 (0.002)	47.3	15.4	3.8	3.0 (0.003)

9.2.3 ぶどうにおける代謝試験 (資料 No. M-2.3)

試験機関

報告書作成年 1996 年 [GLP 対応]

標識化合物：

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名：1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試植物： ぶどう

Seyval Blanc grapes (温室内試験に使用)、2 年樹

外部から購入し、1995 年 6 月 22 日に直径約 9 インチのポットに植え付け、温室内で栽培した。

Thompson Seedless grapes (圃場試験に使用)、6 年樹

1995 年 1 月末にぶどう園から採取して直径 19 インチのポットに移植した。ポットはラベルごとに囲いで分け、設置した。

試験方法： 通常のフラザスルフロン使用量 50 g (有効成分)/ha に基づき、以下に示す各群を設定した。

試験	標識位置	処理量 (g/ha)		供試植物数	
		前期	後期		
圃場試験	無処理対照	—	—	4	
	2 回処理	ピリジン環	50	50	4
	1 回処理	ピリジン環	50	—	4
	2 回処理	ピリミジン環	50	50	4
	1 回処理	ピリミジン環	50	—	4
温室内試験	無処理対照	—	—	4	
	2 回処理	ピリジン環	50	50	4
	1 回処理	ピリジン環	—	50	2
	2 回処理	ピリミジン環	50	50	2
	1 回処理	ピリミジン環	—	50	2

試験溶液の調製；温室内試験及び圃場試験いずれにおいても、供試標識化合物のアセトニトリル溶液を容器に秤取り、窒素気流下で溶媒を除去して乾固させた。これに 25%DG 製剤補助成分入りの水溶液を加えて製剤を調製し、脱イオン水で希釈して試験溶液とした。

処理方法；温室内試験では、希釈液 25 mL を各ポットの土壌表面に滴下処理した。前期処理は供試植物の出芽期で 1995 年 7 月 21 日に、後期処理は前期処理の 7 週間後、9 月 5 日に実施した。圃場試験においても希釈液 25 mL を土壌表面に滴下処理した。前期処理は供試植物の出芽期 1995 年 4 月 7 日に、後期処理は 6 月 2 日に実施した。

試料採取時期；温室内試験では後期処理 34 日後 (1995 年 10 月 9 日) に、圃場試験では後期処理 85 日後 (1995 年 8 月 26 日) に、各 1 回、成熟植物から果実、葉及びつるを採取した。但し、圃場試験のピリジン標識体処理植物については、成熟果実が得られなかった。

試験結果：

残留放射能；ぶどうの成熟果実及び葉の残留放射能濃度を表 1 に示す。圃場試験でピリジン標識体を 1 回処理及び 2 回処理した植物では成熟果実が得られなかった。温室内試験及び圃場試験のいずれにおいても成熟果実中の濃度は極めて低く、最大 2.6 ppb であった。

代謝；果実中の残留放射能が極めて微量であったこと、又、果実と葉の LSC 及び HPLC プロファイルが類似していたことから、代謝物の同定には葉試料を用いた。果実試料では 87.7%、葉試料は 75.9%以上の放射能が抽出された。2 回処理したぶどう果実及び葉試料における各放射性成分の割合を表 2 に示す。

表 1. 残留放射能濃度 (ppb)

処理回数	試料	温室内試験		圃場試験	
1回	果実	0.8	1.2	Nf	ND
2回	果実	0.7	2.1	Nf	2.6
	葉	18.9	47.1	164.2	51.5

ND：検出限界未満

Nf：成熟果実が得られなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 2. 前期及び後期、合計 2 回処理ぶどう果実及び葉中の放射性成分濃度 (ppb)及び総残留放射能に対する割合 (%TRR)

試料部位	標識位置 単位	温室内試験				圃場試験			
		ppb	%	ppb	%	ppb	%	ppb	%
		果実					成熟果実が得られなかった。		
葉	フラザスルフロ	0.4	2.04	0.5	1.16	0.4	0.22	0.3	0.59

9.2.4 さとうきびにおける残留・代謝 (資料 No. M-2.4)

試験機関

報告書作成年 1995 年

標識化合物:

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名; 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

試験方法:

供試植物; さとうきび (品種: 農林 8 号)

栽培条件; ポットで 5 葉期まで生育させたさとうきびの葉面に ^{14}C -フラザスルフロンを処理し、薬剤処理後 16 週間、RI 温室内で栽培した。さとうきびは 1991 年と 1994 年(1991 年の試験で葉害による影響により一部試料が採取できなかったため、処理量を下げ、再度実施した)に栽培し、それぞれ試験を実施した。栽培条件は 120000 lux 以下の太陽光または蛍光灯の光を一日 14 時間照射し、温度は昼間 27℃及び夜間 22℃に保った。

薬剤処理; 標識化合物を 10%アセトニトリル及び 0.2% Tween20 を含む水溶液に溶かし、200 ppm (1991 年)、150 ppm (1994 年)処理液を調製した。マイクロシリンジを用いて葉 1 枚あたり 200 μL (フラザスルフロン 40 μg (1991 年)、30 μg (1994 年))の処理液を葉の表面に処理し、1 ポットにつき 5 枚の葉に処理した (フラザスルフロン 200 μg (1991 年)、150 μg (1994 年))。この処理量は圃場における 100 g ai/ha 処理量の 30 ~40%が植物体に降りかかった場合に相当する。

試料調製; さとうきびは薬剤処理 8 及び 16 週間後に収穫し、処理葉、非処理葉、茎部、根部及び土壌に分けた。処理葉は表面をアセトニトリルで洗浄したのち、各植物部位を 80%アセトニトリルで抽出し、洗浄液及び抽出液中の放射能を液体シンチレーションアナライザー (LSA)で測定し、全抽出放射能を求めた。残りの抽出液は酢酸エチルで分配し、水層さらに Sep-Pak C_{18} で分画したのち各々の画分の放射能を測定した。抽出残渣中の放射能を明らかにするため、残渣を α -アミラーゼ、プロテアーゼ、EGTA、硫酸等で処理を行い、それぞれの放射能を測定した。土壌、根部及び抽出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

残渣はサンプルオキシダイザーを用いて燃焼し、それぞれ放射能を測定した。

試験結果：

吸収移行及び残留；1991年試料では、茎中の残留放射能の平均濃度は全期間を通して0.024 ppm以下であった。又、薬剤処理16週間後において葉部、根部及び土壌中の残留放射能の濃度は親化合物換算でそれぞれ、0.121 ppm、0.040 ppm及び<0.001 ppmであった。葉表面に処理した放射能の大部分は処理部位に存在し、他の植物体部位へ移行した放射能は約20～30%であった。全試験期間を通して全放射能の回収率は
フラザスルフロン処理区で103.1%、
フラザスルフロン処理区で54.0～54.3%であった。1994年試料では茎中の残留放射能の平均濃度は全期間を通して0.006 ppm以下であった。又、薬剤処理16週間後において葉部、根部及び土壌中の残留放射能濃度は、それぞれ0.401～0.481 ppm、0.019～0.020 ppm及び0.002 ppm以下であった。葉表面に処理した放射能は処理部位に大部分残り、各部位へ移行した放射能は処理放射能の約10%程度であった。全期間を通して全放射能の回収率は
標識処理区で79.4～81.1%、Pm標識処理区で75.7～87.7%であった。

抽出画分における放射能の分布；1991年試料の莖部、処理葉及び非処理葉を80%アセトニトリルで抽出し、さらに酢酸エチル-水分配を行った結果、酢酸エチル画分に占める放射能の割合が比較的多かった。また、
標識処理区と
標識処理区とを比較した場合、
標識処理区の抽出残渣に占める放射能の割合が多かった。一方、1994年試料では莖部、処理葉及び非処理葉とも水溶性画分に占める放射能の割合が多く、水溶性代謝物の生成割合が多いことが伺われた。また、
標識処理区では抽出残渣に占める放射能の割合も多かった。処理葉では残留放射能の約20～30%が葉表面の洗浄液に検出され、残りは葉中に存在した。

代謝物；薬剤処理葉において、葉面洗浄液ではフラザスルフロンが残留放射能の14.8～31.4%で最も多く比較的安定して表面に残留した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表1 ^{14}C -フラザスルフロンを葉面処理したさとうきびにおける
残留放射能の濃度(親化合物換算、ppm)及び分布(処理放射能に対する%)

経過週数	フラザスルフロン				フラザスルフロン			
	8		16		8		16	
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%
1991年試料								
茎部	0.024	9.8	—	—	0.016	5.7	0.006	6.1
処理株	0.189	6.8	—	—	0.111	3.7	0.663	4.1
非処理株	0.008	3.0	—	—	0.006	2.0	0.002	2.0
葉部	0.507	88.4	—	—	0.309	43.0	0.121	42.6
処理株	4.869	81.7	—	—	3.244	36.9	10.63	36.2
処理葉	27.28	72.3	—	—	11.59	30.9	16.81	30.1
非処理葉	0.664	9.4	—	—	0.689	6.0	3.79	6.1
非処理株	0.042	6.7	—	—	0.048	6.1	0.018	6.4
根部	0.032	1.9	—	—	0.036	2.9	0.040	2.4
土壌	<0.001	3.1	—	—	<0.001	2.7	<0.001	2.9
全 ^{14}C	—	103.1	—	—	—	54.3	—	54.0
1994年試料								
茎部	0.004	0.4	0.001	0.3	0.006	0.2	0.002	0.3
葉部	0.863	73.0	0.401	67.7	1.32	81.1	0.481	70.3
処理葉	5.87	70.5	18.51	65.1	7.30	79.1	19.53	67.1
非処理葉	0.034	2.5	0.016	2.6	0.039	2.0	0.022	3.2
根部	0.026	2.7	0.019	1.9	0.036	3.1	0.020	2.0
土壌	0.001	5.1	0.002	9.5	≤0.001	3.3	0.001	3.0
全 ^{14}C	—	81.1	—	79.4	—	87.7	—	75.7

表2 ^{14}C -フラザスルフロンを葉面処理したさとうきびの茎部、処理葉部及び非処理葉中の放射能の分布 (1991年試料)

経過週数	フラザスルフロンの分布				フラザスルフロンの分布			
	8		16		8		16	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
茎部								
7セトトリル抽出画分	0.139	73.4	—	—	0.066	59.2	0.379	57.2
酢酸 I 画分	0.106	56.2	—	—	0.033	30.0	0.278	42.0
水溶性画分	0.033	17.2	—	—	0.032	29.2	0.101	15.2
抽出残渣	0.050	26.6	—	—	0.045	40.8	0.284	42.8
全 ^{14}C	0.189	100	—	—	0.111	100	0.663	100
処理葉								
洗浄液	—	40.5	—	—	—	22.1	—	18.5
7セトトリル抽出画分	14.04	51.5	—	—	6.46	55.8	7.57	45.1
酢酸 I 画分	10.53	38.6	—	—	4.15	35.8	4.54	27.0
水溶性画分	3.52	12.9	—	—	2.32	20.0	3.04	18.1
抽出残渣	2.18	8.0	—	—	2.57	22.1	6.13	36.4
全 ^{14}C	27.27	100	—	—	11.59	100	16.81	100
非処理葉								
7セトトリル抽出画分	0.531	79.9	—	—	0.492	71.4	2.17	57.2
酢酸 I 画分	0.333	50.1	—	—	0.359	52.1	1.47	38.8
水溶性画分	0.198	29.8	—	—	0.133	19.3	0.70	18.4
抽出残渣	0.133	20.1	—	—	0.197	28.6	1.624	42.8
全 ^{14}C	0.664	100	—	—	0.689	100	3.79	100

表3 ^{14}C -フラザスルフロンを葉面処理したさとうきびの茎部、処理葉部及び非処理葉中の放射能の分布 (1994年試料)

経過週数	フラザスルフロン				フラザスルフロン			
	8		16		8		16	
	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR
茎部								
7-トリオール抽出画分	0.003	67.9	0.001	70.7	0.003	55.9	0.001	49.5
酢酸 I 画分	0.001	20.7	<0.001	15.1	0.001	14.3	<0.001	7.8
水溶性画分	0.003	47.2	0.001	55.6	0.002	41.6	0.001	41.7
抽出残渣	0.001	32.1	<0.001	29.3	0.003	44.1	0.001	50.5
全 ^{14}C	0.004	100	0.001	100	0.006	100	0.002	100
処理葉								
洗浄液	—	33.4	—	26.8	—	24.1	—	18.8
7-トリオール抽出画分	3.07	52.3	8.88	53.8	3.57	48.9	8.22	42.1
酢酸 I 画分	1.26	21.4	4.44	26.9	1.38	18.9	3.69	18.9
水溶性画分	1.81	30.9	4.44	26.9	2.19	30.0	4.53	23.2
抽出残渣	0.85	14.4	3.20	19.4	1.97	27.0	7.64	39.1
全 ^{14}C	5.87	100	16.51	100	7.30	100	19.53	100
非処理葉								
7-トリオール抽出画分	0.024	69.6	0.010	64.6	0.021	54.9	0.009	40.1
酢酸 I 画分	0.009	24.7	0.003	17.7	0.006	15.8	0.003	11.9
水溶性画分	0.015	44.9	0.008	46.9	0.015	39.1	0.006	28.2
抽出残渣	0.010	30.4	0.006	35.4	0.018	45.1	0.014	59.9
全 ^{14}C	0.034	100	0.016	100	0.039	100	0.023	100

表 4 茎中のフラザスルフロロン及び代謝物の分布（茎中の全放射能に対する%TRR）
1991年試料

経過週数 単位	8		16		8		16	
	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
フラザ [*] スルフロロン (A)	35.7	0.067	NA	NA	10.0	0.011	23.2	0.154

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表5 処理葉中の代謝物分布（処理葉中の全放射能に対する%TRR）

標識位置	1991年試料				1994年試料			
	8	16	8	16	8	16	8	16
洗淨液								
フザリソロン(A)	31.4	NA	18.4	16.1	29.3	24.8	20.3	14.8
酢酸エリトール								
フザリソロン(A)	24.1	NA	17.0	11.6	9.4	5.4	5.7	4.3

表6 処理葉中の主要代謝物分布（処理葉中の全放射能に対する%TRR）まとめ

標識位置	1991年試料				1994年試料			
	8	16	8	16	8	16	8	16
フザリソロン(A)	55.5	NA	35.4	27.7	38.7	30.2	26.0	19.1

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

標識位置	1991年試料				1994年試料			
	8	16	8	16	8	16	8	16
洗浄液								
フサ ⁺ スルホン(A)	8.563	NA	2.133	2.706	1.720	4.094	1.482	2.890
酢酸 ⁺ フル画分								
フサ ⁺ スルホン(A)	6.572	NA	1.970	1.950	0.552	0.892	0.416	0.840

表 8 処理業中の主要代謝物分布 (ppm) まとめ

標識位置	1991年試料				1994年試料			
	8	16	8	16	8	16	8	16
フサ ⁺ スルホン(A)	15.135	NA	4.103	4.656	2.272	4.986	1.898	3.730

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表9 非処理葉中の代謝物分布（非処理葉中の全放射能に対する%、ppm）

標識位置								
経過週数	8		16		8		16	
単位	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
酢酸エチル画分								
7α-スルホン(A)	28.2	0.187	NA	NA	32.8	0.226	28.1	1.065

9.2.5 さとうきび幼植物における残留代謝 (資料 No. M-2.5)

試験機関

報告書作成年 1995 年

標識化合物：

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名： 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

試験方法：

供試植物；さとうきび (品種：農林 8 号)

栽培条件；人工気象器内で静置し、12000 Lux の人工光を 1 日 14 時間連続照射した。温度は昼間 27℃、夜間 22℃に保った。

薬剤処理；5 葉期のさとうきび幼植物の地上部を茎のところで切断し、¹⁴C-フラザスルフロンを 1 ppm 含むリン酸緩衝液 (pH 7) 10 mL の入った試験管に移植し、人工気象器内に静置した。幼植物は 8 時間茎部より薬剤を取り込ませた後、春日井水耕液の入った三角フラスコに移植し、人工気象器内に戻した。

試料調製；試料は 8 時間の薬剤処理直後、1、2 および 4 日後に採取し、80%アセトニトリル水溶液で抽出したのち濾過して抽出液を得た。抽出液は一部を分取して、液体シンチレーションアナライザー (LSA) を用いて放射能を測定し、全抽出放射エネルギーを求めた。残りの抽出液は酢酸エチルで液-液分配し、酢酸エチル層および水層について LSA で放射能を測定した。残りの酢酸エチル層および水層は HPLC および TLC 分析に供した。抽出残渣は未抽出の放射エネルギーを測定するため、サンプルオキシタイザーを用いて燃焼させた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

試験結果： さとうきび幼植物を 80%アセトニトリルで抽出した場合、全試験期間を通して総残留放射能の 79.5%以上の放射能が抽出された。それらを酢酸エチル-水分配を行った結果、酢酸エチル層に分配された放射エネルギーは 0 日後 (移植直後)の 68.7~71.3%から 4 日後の 43.8~46.6%へと徐々に減少した。また、水層に分配された放射エネルギーも 1 日後に 48.3~49.1%に達したのち 4 日後の 35.0~35.7%へと徐々に減少した。一方、抽出残渣は 0 日後の 1.3~2.3%から 4 日後には 18.4~20.5%へと増加した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 さとうきび幼植物中のフラザスルフロンおよび代謝物の分布 (%TRR)

経過日数	フラザスルフロン				フラザスルフロン			
	0	1	2	4	0	1	2	4
80%アセトニトリル抽出物								
酢酸エチル画分								
フラザスルフロン(A)	38.7	ND	1.3	1.1	45.9	1.9	5.2	0.6

9.2.6 さとうきびにおける代謝試験 (資料 No.M-2.6)

試験機関

報告書作成年 1996 年 [GLP 対応]

標識化合物：

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名；1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試植物： さとうきび[品種名：Saccharum officinarum, CP70-321]

約3週間生育させた挿し木苗3～4本ずつを、温室内の各試験ポット(直径16インチ、面積1.396平方フィート)に移植した。別途、無処理対照用さとうきびのポットを設けた。

試験方法：

処理濃度；フラザスルフロンの推奨使用量75g a.i./haに基づき、処理量として75g a.i./ha(通常量)及び225g a.i./ha(3倍量)を設定した。

群	標識位置	処理量 (g/ha)	試験液濃度 (µg/mL)		供試験植物数
			1回目処理	2回目処理	
無処理群	—	—	—	—	8ポット 32本
通常量		75	85.96	104.26	8ポット 32本
3倍量		225	263.05	258.92	6ポット 18本
通常量		75	99.52	110.30	8ポット 32本
3倍量		225	248.77	278.15	6ポット 18本

試験溶液の調製；供試標識化合物のアセトニトリル溶液を容器に秤取り、溶媒を減圧下で蒸発させた。これに水及びWDG製剤白試料を加えて製剤化し、所定量の水で希釈した。

処理方法；希釈液10mLを各ポットの上層表面に2回散布処理した。第1回処理は、供試植物の2～3葉期(ポットに植え付けて後20～24日)、第2回処理は6葉期(植え付け後45～47日)に実施した。

試料採取時期；第2回処理直後、30日、100日後及び最終収穫時（364～367日後、植物丈約10～13フィート、糖の濃度約20%）に、通常量処理群はそれぞれの時点で植物の地上部16、9、4及び3本、3倍量処理群は、それぞれ6、6、4及び2本採取した。さらに、通常量処理群は処理30日、100日後及び最終収穫時に、3倍量処理群は100日後及び最終収穫時に根の試料及び土壌試料を採取した。

揮発性¹⁴C-二酸化炭素は、ピーカーに1N-水酸化ナトリウムを入れ、蓋をせずに設置して捕集した。しかし、この装置には十分な量の放射能が捕集されず、これに代わる方法として、第2回処理の49日後に、対照群植物を3倍量処理植物の温室内に置き、この植物試料を第2回処理の100日後及び最終収穫時に採取して放射能を測定し、無処理植物に付着又は吸収された放射エネルギーを求めた。

土壌については、処理30日、100日後及び最終収穫時に、植物の試料を採取したポットについて深さ2インチの層から試料を採取した。

試験結果：

生育； 通常の葉量を処理した供試植物は、いずれの標識体についても順調に生育した。これに対して、3倍量処理群の重量は明らかに低下した。

残留放射能；植物中の放射能濃度は、時間の経過と共に減少し、通常量処理群では処理直後に1.074～1.299 ppmであったが、収穫時には0.006 ppm以下となった。3倍量処理群においても同様に減少した。

揮発性放射能は捕集液中にはほとんど放射能は検出されなかったが、100日後の無処理群には1.25及び1.75 ppbの放射能が検出された。これらの放射能は最終収穫時にはそれぞれ0.09及び0.24 ppbに減少した。

抽出画分における放射能分布；食品としてのさとうきびにおける代謝を検討するため、又、生成した代謝物量が多いと推定されたことから、以降の分析は3倍量処理植物の最終収穫時試料について行った。抽出される放射能の大部分は水相に存在した。

表 1. 植物重量及び残留放射能濃度 (ppm)

第2回処理後の経過時間 (日)	無処理対照	通常量処理 (75 g/ha×2)		3倍量処理 (225 g/ha×2)	
0 a	—	1.074	1.299	2.684	5.509
30 a	—	0.088	0.152	0.248	0.658
100 b	—	0.0150	0.0030	0.0370	0.0060
364~367 b	—	0.0059	0.0053	0.0100	0.0076
植物総重量 (g)*	9,029	8,553	9,229	5,056	7,788

a：地上の植物全体、b：茎

*：最終収穫時 (364~367日)の植物1本の平均重量

表 2. 試料の放射能濃度 (ppb)

試料(茎)				
	100日後	364~367日後	100日後	364~367日後
3倍量処理群	36.80	9.97	6.18	7.60
無処理群*	1.25	0.09	1.75	0.24

*：揮発性放射能のコントロール (処理49日後に3倍処理区に設置)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 3. 抽出画分の放射能濃度及び総放射能に対する割合 (%TRR) :
3 倍量、最終収穫時試料の平均値

抽出画分				
	濃度 (ppb)	割合 (%)	濃度 (ppb)	割合 (%)
全体	10.00	100.0	7.60	100.0
有機相画分 (E2)	1.27	12.70	0.64	8.48
水相画分 (E3)	4.25	42.52	1.93	25.40
非抽出残渣	4.00	40.00	4.60	60.53

表 4. 茎における代謝物分布 (ppb、%TRR) : 3 倍量、最終収穫時試料の平均値

標識位置	画分	単位	フラグ スルホン(A)							
	有機相	ppb	0.153							
		%	1.53							
	水相	ppb	<0.38							
		%	<3.8							
	有機相	ppb	<0.04							
		%	<0.52							
	水相	ppb	<0.38							
		%	<5.0							

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 5 代謝物合計 (3 倍量)

代謝物				
	%TRR	ppb	%TRR	ppb
フラザスルフロン (A)	1.53	0.153	BLOQ	BLOQ

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

9.2.7 トマトにおける代謝試験 (資料 No.M-2.7)

試験機関

報告書作成年 1997年 [GLP 対応]

標識化合物:

(I) フラザスルフロン (II) フラザスルフロン

化学名: 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試植物: トマト [品種名: Bush Beefsteak]

温室内で種子を播種し、2週間後(1996年5月30日)に苗を3"のポットへ移植した。移植12日後(6月11日)、10"のポットへ移植し、処理群ごとに屋外の囲われた区画(9 ft²)に設置した。土壌は壤土を用いた。

試験方法: 通常のフラザスルフロン使用量 50 g a.i./ha に基づいて以下の5群を設定した。

群	植物数	処理量
I	4	無処理対照
II	4	50 g a.i./ha (通常薬量)
III	4	50 g a.i./ha
IV	4	200 g a.i./ha (高薬量)
V	4	200 g a.i./ha

高薬量群は代謝物の同定に必要な量を得るために設定した。

試験溶液の調製: 標識化合物をアセトニトリルに溶解した保存原液 1.53 mL (ピリジン環標識化合物)あるいは 1.35 mL (ピリミジン環標識化合物)を 5.0 mL 容フラスコに移し、アセトニトリルで定容した。これに非標識フラザスルフロンを加えて高薬量処理用の溶液を調製した。これらの溶液をシンチレーションバイアルへ移して窒素気流下で乾固後、再度アセトニトリル 500 µL に溶解させ、粒剤白試料 17.6 mg 及び水 34 mL を加えて通常薬量処理液とした。高薬量処理液の調製には粒剤白試料 70.2 mg を用いた。

処理方法: 処理は 10 インチポットへの移植 14 日後に行った。茎葉に散布処理した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

試料採取時期；処理 14 日後に各群から植物 1 本ずつを採取した。この時点では果実は形成されていなかった。残りの植物は果実が成熟した時点（1996 年 9 月 16 日、処理後約 12 週）で植物を地表面で切り取り、成熟果実、未成熟果実及び茎葉に分けて重量を測定した。

試験結果：

残留放射能；通常薬量 50 g/ha を処理した成熟トマト果実中の総残留放射能濃度はフラザスルフロン当量で 1.6 ppb (ピリジン環標識体)あるいは 1.3 ppb (ピリミジン環標識体)、高薬量 200 g/ha 処理では 8.0 ppb (ピリジン環標識体)、3.2 ppb (ピリミジン環標識体)と極めて微量であった。これにより、葉に残留した放射能は果実に移行しないと考えられた。果実中及び茎葉の残留放射能濃度を表 1 に示す。

表 1. 成熟果実中及び茎葉の残留放射能濃度 (ppb)及び果実の総放射能に対する割合 (%TRR)

試料		果汁		固形物		果実全体		茎葉	
標識位置	処理量	ppb	%TRR	ppb	%TRR	ppb	%TRR	ppb	%TRR
	50 g a.i./ha	1.2	75.0	0.4	25.0	1.6	100	180.2	100.0
	200 g a.i./ha	6.4	80.0	1.6	20.0	8.0	100	—	—
	50 g a.i./ha	1.0	76.9	0.3	23.1	1.3	100	44.5	100.0
	200 g a.i./ha	2.4	75.0	0.8	25.0	3.2	100	—	—

表 2. 成熟果実中の代謝物濃度 (ppb)及び果実の総放射能に対する割合 (%TRR)

試料	50 g/ha						50 g/ha					
	果汁		固形物		合計		果汁		固形物		合計	
	ppb	%	ppb	%	ppb	%	ppb	%	ppb	%	ppb	%
総残留	1.2	75.0	0.4	25.0	1.6	100	1.0	76.9	0.3	23.1	1.3	100
抽出液	1.2	75.0	0.3	18.8	1.5	93.8	1.0	76.9	0.1	7.7	1.1	84.6
結合性残留物	—	—	0.1	6.3	0.1	6.3	—	—	0.2	15.4	0.2	15.4

表 3. 果実成熟時の茎葉の代謝物濃度 (ppb)及び総放射能に対する割合 (%TRR)

試 料	50g a.i./ha		50g a.i./ha	
	総量		総量	
	ppb	%TRR	ppb	%TRR
総残留放射能				
抽出液				
結合性残留物				
フラグ スルホン(A)	3.7	2.1	<0.1	0.1

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

9.3 土壌中運命に関する試験

9.3.1 好氣的土壌代謝 (資料 No. M-3.1)

試験機関

報告書作成年 1995年 [GLP 対応]

供試化合物:

フラザスルフロン (I)

フラザスルフロン (II)

化学名: 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試土壌: Hanford 砂壤土 [米国 California 州 Stanislaus 郡、
pH 5.8、有機物含量 0.75%、粒度分布 (砂 64.4%、シルト 25.6%、粘土 10.0%)]

試験方法:

薬剤処理量: (I) 0.102 µg/g 風乾土 (II) 0.107 µg/g 風乾土

インキュベーション: 2 mm 目の篩を通して土壌 (風乾土 50 g) を三角フラスコに入れ、アセトニトリルで調製した投与液 0.5 mL を加えて土壌に混合した。溶媒を留去したのち、1/3 パールで 75% 圃場溶水量になる様に脱イオン水を加えて土壌水分量を調節した。フラスコに栓をし、25°C で 9 ヶ月間インキュベーションを行った。試験期間中、定期的に水を添加して水分量を初期の値に保った。

¹⁴CO₂、放射性揮発物: 2 週間毎にフラスコに空気を流し込み、排出された空気をポリウレタンの栓、エチレングリコール溶液及び 10% 水酸化カリウム水溶液の捕集瓶に通じて、¹⁴CO₂ 及び放射性揮発物を捕集した。

試験結果：

物質収支；回収放射能は、フラザスルフロ処理区で $98.7 \pm 2.5\%$ 、フラザスルフロ処理区で $101.5 \pm 4.4\%$ であった。

親化合物の分解；フラザスルフロは土壌中で速やかに分解し、処理 61 日後には 95% 以上のフラザスルフロが分解した。半減期はフラザスルフロ処理区で 12.5 日、フラザスルフロ処理区で 11.4 日であった。

$^{14}\text{CO}_2$ 、放射性揮発物；捕集瓶には、フラザスルフロ処理区で処理量の 4.5%、フラザスルフロ処理区で 9.0% の放射能が検出されたが、揮発物はいずれの処理区も 0.1% 以下であった。

土壌結合残渣；土壌からの放射能の抽出にはアセトニトリル：水 (9：1) 溶液を用いたが、土壌抽出残渣中の放射能が増えてきたため、さらにアセトニトリル：水：塩酸 (90：10：0.5) で抽出を行った。この追加の抽出により、処理量の 7～15% の放射能を取り出すことが出来た。アセトニトリル：水：塩酸 (90：10：0.5) 抽出後の土壌結合残渣は時間とともに増加の傾向を示し、試験終了時点では¹ フラザスルフロ処理区で 10.0%、フラザスルフロ処理区で 19.9% に達した。フラザスルフロ処理区については土壌結合放射能が多かったため、処理 4 ヶ月以降の試料についてはさらにアセトニトリル：水：塩酸 (90：8：2) 溶液で抽出した。その結果、結合放射能の 44～70% (処理量の 8.8～9.4%) が抽出された。

表 1. フラザスルフロン：試験期間中の放射能の収支（処理量に対する％）

処理後日数	7セトリル：水 (9:1) 抽出	7セトリル：水：塩酸 (90:10:0.5) 抽出	土壌結合 残渣	揮発物	全回収率
0	97.5	N.D.	0.8	N.D.	98.3
1	92.0	N.D.	4.9	0.0	96.9
3	92.5	N.D.	8.1	0.0	100.5
7	88.3	N.D.	9.0	0.0	97.2
14	87.4	7.3	1.4	0.1	96.2
30	84.7	8.6	2.6	0.2	96.2
48	86.6	7.7	2.0	0.7	97.0
61	85.0	8.1	5.4	1.0	99.5
91	87.3	9.0	3.8	1.5	101.6
121	81.6	10.2	5.3	1.9	99.0
182	82.0	11.6	7.6	3.2	104.4
276	75.7	10.3	10.0	4.5*	100.4

数値は、2 連制の平均。N.D.：測定せず。

表 2. フラザスルフロン：試験期間中の放射能の収支（処理量に対する％）

処理後日数	7セトリル：水 (9:1) 抽出	7セトリル：水：塩酸 (90:10:0.5) 抽出	土壌結合 残渣	揮発物	全回収率
0	101.3	N.D.	0.9	N.D.	102.2
1	95.3	N.D.	6.0	0.5	101.8
3	88.0	12.0	1.4	0.7	102.1
7	90.9	N.D.	12.5	0.7	104.1
14	87.5	11.7	3.8	1.0	104.0
30	82.2	15.5	11.7	1.3	110.7
61	70.0	12.3	10.5	2.4	95.2
92	74.4	8.8	11.6	4.6	99.4
121	65.3	12.0	13.4	5.6	96.3
181	63.5	12.8	13.8	7.1	97.1
268	61.4	12.9	19.9	9.0*	103.2

数値は、2 連制の平均。N.D.：測定せず。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 3. フラザスルフロン：土壤中代謝物の分布（処理量に対する%）

処理後日数	フラザスルフロン [A]						
0	85.5						
1	76.8						
3	46.6						
7	40.7						
14	27.1						
30	14.0						
48	5.0						
61	2.3						
91	3.2						
121	0.8						
182	1.2						
276	0.4						

表 4. フラザスルフロン：土壤中代謝物の分布（処理量に対する%）

処理後日数	フラザスルフロン [A]						
0	98.0						
1	75.0						
3	60.8						
7	47.6						
14	27.9						
30	12.7						
61	2.0						
92	0.8						
121	0.7						
181	0.4						
268	0.1						

数値は、アセトニトリル：水（9：1）抽出及びアセトニトリル：水：塩酸（90：10：0.5）抽出の合計で、2連製の平均。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 5. 土壌結合残渣からアセトニトリル：水：塩酸 (90：8：2)溶液で
抽出された放射能量： フラザスルフロン (処理量に対する%)

処理後日数	土壌結合残渣*	アセトニトリル：水：塩酸 (90:8:2) 抽出	未抽出画分
121	13.4	9.4	4.0
181	13.8	9.2	4.6
268	19.9	8.8	11.1

数値は、2 連制の平均。

*： 土壌試料をアセトニトリル：水 (9：1)次いで、アセトニトリル：水：塩酸 (90：
10：0.5)で抽出した後、土壌に残った放射能 (表 2 及び 4 参照)

9.3.2 好気的土壌代謝 (資料 No. M-3.2)

試験機関

報告書作成年 1988 年

供試化合物：

フラザスルフロン

化学名； 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試土壌： 表. 土壌の物理化学的性質 (原報告書 p5 より)

	安城土壌	茨城土壌	滋賀土壌
土性	軽埴土	埴壤土	砂壤土
粒径組成 砂 (%)	47.9	53.0	70.5
シルト (%)	24.6	27.4	16.8
粘土 (%)	27.5	19.6	12.7
pH (H ₂ O) 1:2.5	5.9	5.4	6.8
有機炭素 (%)	0.94	6.17	1.27
全窒素 (%)	0.10	0.38	0.09
陽イオン交換容量 (meq/100g)	9.6	23.8	12.2
最大含水量 (%)	41.1	90.0	52.3

数値は乾土基準

① 土壌中分解性試験

試験方法：

薬剤処理量； 0.1 ppm (圃場での処理として 0.1 kg ai/ha に相当)

インキュベーション； 土壌水分条件による分解の差異を調べるため、畑地水分と湛水の 2 条件で試験を行った。また滅菌土壌を用いて微生物によらない分解も調べた。畑地水分条件は、2 mm 目の篩を通した安城土壌 (風乾土 50 g) 及び茨城土壌 (風乾土 25 g) をガラス容器に入れ、最大水量の 50% となるように水分量を調節した。湛水条件では安城土壌 (風乾土 50 g) をガラス容器に入れ、1 cm の湛水深となるように水を加えた。滅菌条件は畑地条件と同様に調製し、オートクレーブ滅菌した。暗所 30℃ で 2 週間プレインキュベーション後、供試化合物をアセトニトリル溶液として添加 (50~100 uL) し、91 日間 (13 週) インキュベーションした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

$^{14}\text{CO}_2$ 、揮発物；土壌から発生する $^{14}\text{CO}_2$ 及び揮発物を捕集するために、 CO_2 を除いた空気を継続導入し、排出される空気をポリウレタンフォームに通じ揮発物を、20%モノエタノールアミン水溶液に通じ $^{14}\text{CO}_2$ を捕集した。

試験結果：

物質収支；回収放射能は処理量の 89.4～113.1%と良好であった。

親化合物の分解；フラザスルフロンの分解速度は土壌の種類、水分条件による差は余りなく、半減期は 13～16 日であった。

土壌結合放射能；土壌結合放射能は 91 日の間漸増した。湛水条件の土壌で僅かに多くなる傾向を示した。その生成量は処理 91 日後に畑地条件土壌で処理量の 11.3～14.1%、湛水条件土壌で 17.4%であった。

表 1. フラザスルフロンの分解：安城土壌、畑地水分条件（処理量に対する％）

（原報告書 Table 1 を基に申請者が作成）

処理後日数	0	3	7	14	28	56	91
フラザスルフロン[A]	76.3	54.3	41.0	25.9	14.6	6.0	2.2

表 2. フラザスルフロンの分解：茨城土壌、畑地水分条件（処理量に対する％）

（原報告書 Table 1 を基に申請者が作成）

処理後日数	0	3	7	14	28	56	91
フラザスルフロン[A]	85.2	59.7	47.1	27.3	12.5	3.8	2.5

表 3. フラザスルフロンの分解：安城土壌、湛水条件（処理量に対する％）

（原報告書 Table 1 を基に申請者が作成）

処理後日数	0	3	7	14	28	56	91
フラザスルフロン[A]	72.1	49.3	40.3	23.9	14.9	3.4	0.3

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 4. フラザスルフロンの分解：安城土壌、滅菌条件（処理量に対する%）

（原報告書 Table 1 を基に申請者が作成）

処理後日数	14	28	56
フラザスルフロン[A]	18.8	8.2	3.7

表 5. フラザスルフロンの土壌分解半減期（原報告書 p1 より）

	安城土壌		茨城土壌、	
	畑地水分条件	湛水条件	滅菌条件	畑地水分条件
半減期（日）	15.9	13.4	13.4	12.8

② 土壌中移動性試験

試験方法：

カラムの調製；内径 7 cm、高さ 3 cm のガラス管を直列に 10 段連結して長さ 30 cm のカラムを作成し、底部に流出部（ガラスウール＋海砂）を連結した。このカラムに安城土壌、茨城土壌及び滋賀土壌をそれぞれ 27 cm の高さまで充填した。土壌カラムは低部を水に浸漬し、水で飽和させた。

処理方法；各土壌に供試化合物をアセトニトリル溶液として 0.1 ppm となるよう添加した。各土壌とも、処理直後に処理土壌を土壌カラムに充填した「Non-gaed 土壌カラム」と処理後 30 日間暗所 30℃でインキュベーションした土壌を充填した「Aged 土壌カラム」を作製した。

土壌カラム溶出；2000 mL の蒸留水を安城土壌及び茨城土壌では 7 日間連続的に滴下した。滋賀土壌では水の落下が遅かったため適宜給水を止め、13 日間かけて滴下した。

放射能分析；溶出液は 20 mL 毎、溶出の終わった土壌カラムは 3 cm 間隔で分割し、溶出液はそのまま、土壌は 80%アセトニトリル抽出後、抽出液の放射能を LSC で測定した。抽出残渣は燃焼後、LSC で放射能を測定した。溶出液及び土壌抽出液を TLC で分析し、各分画中の分解物を同定、定量した。

表 6. 土壌カラム中と溶出液中の放射能の分布

(処理量に対する%)

cm	安城土壌		茨城土壌		滋賀土壌	
	Non-aged	Aged	Non-aged	Aged	Non-aged	Aged
処理部	2.9	29.6	6.1	55.8	4.9	44.6
0-9	11.3	24.2	33.8	25.6	27.3	23.0
9-18	7.0	9.0	31.8	10.6	24.9	1.8
18-27	10.1	6.8	19.2	N.D	18.4	N.D
溶出液	74.2	15.2	28.4	0.2	22.0	4.4
合計	105.5	84.8	119.3	92.2	97.5	73.8

N.D. : 検出せず。

表 7. 土壌カラム中と溶出液中の代謝物の分布

(処理量に対する%)

試験区	安城土壌		茨城土壌		滋賀土壌	
	Non-aged	aged	Non-aged	aged	Non-aged	aged
土 壌						
フラグ スルホン[A]	8.7	13.1	48.9	4.3	31.4*2	6.4
溶出液						
フラグ スルホン[A]	2.3	0.4	9.0	N.D	6.0	N.D

N.D. : 検出せず。

9.3.3 土壌における吸着及び脱着 (資料 No. M-3.3)

試験機関

報告書作成年 1994 年

供試化合物：

フラザスルフロン

化学名： 1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試土壌： 表. 土壌の物理化学的性質 (原報告書 Table 1 より)

	安城畑土壌	滋賀畑土壌	茨城畑土壌
採取場所	愛知県農業試験場	滋賀県農業試験場	茨城県農業試験場
粘土鉱物	カオリナイト	カオリナイト	アロフェン
土性	軽埴土	砂壤土	埴壤土
粘土含有量 (%)	27.5	12.7	23.1
pH (H ₂ O) 1:2.5 20℃	5.9	6.8 (16℃)	5.8
有機炭素 (%)	0.94	1.27	6.92
全窒素 (%)	0.10	0.09	0.48
C/N比	9.4	14.1	14.4
陽イオン交換容量 (meq/100g)	9.6	12.2	30.0
最大含水量 (%)	41.1	52.27	85.7

数値は乾土基準

試験方法：

吸着試験；オートクレーブ滅菌した上記 3 種類の土壌 4 g (乾土相当) に所定濃度 (0.024~0.195 ppm) のフラザスルフロン水溶液 (0.01 M CaCl₂ を含む) 20 mL を加え、25℃の暗所で 16 時間振とうして吸着平衡とした。遠心分離後、上澄液 10 mL を分取し、分析に供した。

脱着試験；吸着試験に引き続き、上澄液を分取後、残った土壌相に 0.01 M CaCl₂ 水溶液 (フラザスルフロンを含まない) 10 mL を加え、25℃の暗所で 16 時間または 8 時間振とうした。遠心分離後、上澄液 10 mL を分取した。これらの操作を 3 回繰り返し、上澄液を分析に供した。

試験結果：

吸着試験；吸着等温線の型はいずれの土壌においてもフロインドリッヒ式 ($C_s=K \cdot C_w^{1/n}$ 。 C_s ：土壌濃度、 C_w ：水相濃度) に一致した。次表に $K_{F^{ads}}$ 、 $1/n$ 、 $K_{F^{ads}_{oc}}$ 値及び相関係数 (r) を示す。吸着係数 $K_{F^{ads}}$ は 0.742~5.90、それを土壌の有機炭素含量で補正した $K_{F^{ads}_{oc}}$ は 78.9~109.4 であり、傾き ($1/n$) は 0.975~1.07 であった。また、 $K_{F^{ads}}$ 値は土壌の有機炭素含有率、窒素含有率、陽イオン交換容量及び最大含水量との間に、また $1/n$ 値は粘土含有量との間に高い相関関係が得られた。

表. フラザスルフロンの吸着パラメータ (原報告書 Table 3 より)

供試土壌	$1/n^{1)}$	$K_{F^{ads}}^{1)}$	$r^{1)}$	OC% ²⁾	$K_{F^{ads}_{oc}}^{3)}$
安城土壌	1.07	0.742	0.980	0.94	78.9
滋賀土壌	0.975	1.39	0.999	1.27	109.4
茨城土壌	0.997	5.90	0.999	6.92	85.3

- 1) フロインドリッヒの吸着等温線による定数項と相関関係
- 2) 土壌中の有機炭素含有率
- 3) $K_{F^{ads}}$ 値を各土壌の有機炭素含有率 (OC%) で割り求めた有機炭素吸着数

脱着試験；脱着操作を 3 回行い、各回の土壌及び水相のフラザスルフロン濃度から脱着等温線を作成した。フラザスルフロンの脱着等温線の型もフロインドリッヒ式に一致した。次表に $K_{F^{ads}}$ 、 $1/n$ 及び相関係数 (r) を示す。脱着等温線は吸着等温線とは重ならず、フラザスルフロンの土壌吸着及び脱着過程においてヒステリシスを示した。フラザスルフロンは有機炭素含有量の低い安城土壌で脱着し易く、有機炭素含有量の高い茨城土壌で脱着しにくいことが示された。

表. フラザスルフロンの脱着パラメータ (原報告書 Table 8 より)

供試土壌	初期濃度 (ppm)	$K_{Fads}^{1)}$	$1/n^{1)}$	$r^{1)}$
安城土壌	0.195	0.334	1.28	0.717
	0.097	0.195	0.548	0.993
	0.049	0.149	0.530	0.890
	0.024	0.079	0.504	0.957
滋賀土壌	0.195	0.580	0.510	0.993
	0.097	0.478	0.564	0.998
	0.049	0.309	0.512	0.988
	0.024	0.126	0.379	0.964
茨城土壌	0.195	1.62	0.450	0.991
	0.097	1.07	0.454	0.970
	0.049	0.757	0.456	0.971
	0.024	0.618	0.493	0.996

1) フロインドリッヒの脱着等温線による定数項と相関関係

安定性； 吸着試験及び脱着試験中のフラザスルフロンの分解の程度を TLC 分析により調べた。吸着試験後のフラザスルフロンの残存率は 79.0~87.9%、脱着試験後のフラザスルフロンの残存率は 62.5~74.9%であった。

表. 上澄液中のフラザスルフロンの割合 (%) (原報告書 Table 9 より)

供試土壌	吸着	脱着試験		
	16 時間後	24 時間後	40 時間後	48 時間後
安城土壌	81.6	77.1	70.5	67.0
滋賀土壌	87.9	84.9	77.1	74.9
茨城土壌	79.0	74.4	63.8	62.5

9.4 水中運命に関する試験

9.4.1 加水分解 (資料 No. M-4.1)

試験機関

報告書作成年 1988 年

供試化合物：

フラザスルフロンの

化学名：1-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-3-(3-trifluoromethyl-2-pyridylsulphonyl) urea

供試水溶液：

pH 5； 0.01M 酢酸緩衝液 (0.01MCH₃COOH-0.01MCH₃COONa)

pH 7； 0.01M リン酸緩衝液 (0.01MNa₂HPO₄-0.01MKH₂PO₄)

pH 9； 0.01M ホウ酸緩衝液 (0.01MH₃BO₄-0.01MKCl-0.01MNa₂CO₃)

試験方法：

インキュベーション；フラザスルフロンの 0.1 ppm 緩衝液 (pH 5, 7 及び 9) を無菌的に調製し (0.22 µm の Millipore Filter で濾過し、除菌)、暗所 25℃ において pH 5 の試料は 10 日間、pH 7 及び 9 の試料は 30 日間に亘り加水分解を行った。

放射能分析；経時的に試料を採取し、酸性及びアルカリ性条件下において酢酸エチルで抽出した。試料及び各抽出画分の放射エネルギーは液体シンチレーションアナライザーを用いて測定した。酢酸エチル画分を TLC で分析し、親化合物及び分解物の量を測定した。TLC 上の放射能は TLC リニアアナライザーまたは X 線フィルムを用いるオートラジオグラムにより測定した。

半減期の計算；フラザスルフロンの 25℃ における加水分解定数及び半減期は次式により算出した。

$$-dC/dt=kC$$

C は時間 t におけるフラザスルフロンの処理放射能に対する%、k は加水分解定数。

試験結果：

分解速度；いずれの pH においてもフラザスルフロンは速やかに加水分解した。pH 5、7 及び 9 における加水分解半減期 (25℃) はそれぞれ 3.1 日、11.3 日及び 10.2 日であった。

表 1. pH 5 における ¹⁴C-フラザスルフロンの加水分解 (原報告書 Table 1 より)

	0 日	1 日	2 日	3 日	4 日	5 日	6 日	7 日	8 日	10 日
フラザスルフロ[¹⁴ C]	95.6	73.7	60.2	48.4	36.2	30.9	25.0	20.5	15.9	9.9

数値は処理量に対する%

表2. pH 7における¹⁴C-フラザスルフロンの加水分解 (原報告書 Table 1 より)

	0日	1日	2日	4日	7日	14日	21日	30日
フラザスルフォン[A]	95.9	89.4	84.9	74.0	64.1	41.0	26.6	15.2

数値は処理量に対する%

表3. pH 9における¹⁴C-フラザスルフロンの加水分解 (原報告書 Table 1 より)

	0日	1日	2日	4日	7日	14日	21日	30日
フラザスルフォン[A]	94.8	85.6	81.8	71.8	59.0	33.8	22.0	12.5

数値は処理量に対する%

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 4. 各 pH における加水分解速度 (原報告書 Table 2 より)

試験温度	pH	分解速度定数 (日 ⁻¹)	半減期 (日)
25℃	5	2.22×10^{-1}	3.1
	7	6.12×10^{-2}	11.3
	9	6.80×10^{-2}	10.2

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

半減期の計算；水溶液中における親化合物の減少は一次反応速度論に従うと仮定し、次式を用いて計算した。

$$C_t = C_0 \times e^{-k_1 t}$$

C_0 及び C_t はそれぞれ時間0及び t における親化合物の処理放射能に対する%、 k_1 は分解速度定数、 t は光照射日数を表す。

試験結果：

分解速度；フラザスルフロンは光照射区においていずれの試料中でも速やかに分解した。半減期は、野洲川水、琵琶湖水、純水及び緩衝液において3.2～4.8日の範囲にあり、自然水中での光増感作用による分解の促進は認められなかった（申請者注：半減期3.2～4.8日は東京の春の太陽光下における値に換算すると24.8～37.1日になった）。暗黒区における半減期はすべての試料で7.9～12.6日の範囲にあった。暗黒区においても分解が起きていることから、フラザスルフロンは光照射区において光分解と同時に加水分解も受けていることが推察された。

表1. 各試料水中の半減期（日）

	フラザスルフロン		フラザスルフロン	
	光照射区	暗黒区	光照射区	暗黒区
野洲川水	4.7 (36.4)	12.6	3.2 (24.8)	10.5
琵琶湖水	3.3 (25.5)	9.3	3.6 (27.9)	10.6
純水	3.5 (27.1)	7.9	3.4 (26.3)	10.3
緩衝液	4.8 (37.1)	11.4	4.5 (34.8)	11.4

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表2. 野洲川水における¹⁴C-フラザスルフロンの光分解 (処理量に対する%)

	フラザスルフロンの光分解					フラザスルフロンの光分解				
	0日	1日	2日	4日	7日	0日	1日	2日	4日	7日
光照射区 フラザスルフロンの残存率[A]	98.0	84.3	66.3	51.3	34.7	98.9	81.9	66.5	40.5	22.5
暗黒区 フラザスルフロンの残存率[A]	—	90.3	88.2	78.1	66.0	—	93.3	86.7	76.2	62.4

表3. 琵琶湖水における¹⁴C-フラザスルフロンの光分解 (処理量に対する%)

	フラザスルフロンの光分解					フラザスルフロンの光分解				
	0日	1日	2日	4日	7日	0日	1日	2日	4日	7日
光照射区 フラザスルフロンの残存率[A]	96.1	75.1	59.7	37.5	21.8	98.2	83.9	67.2	40.6	26.8
暗黒区 フラザスルフロンの残存率[A]	—	86.0	79.4	69.9	55.9	—	92.8	86.6	77.2	61.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表4. 純水における¹⁴C-フラザスルフロンの光分解 (処理量に対する%)

	0日	1日	2日	4日	7日	0日	1日	2日	4日	7日
光照射区 フラザスルホン[A]	94.1	74.1	59.3	39.9	23.4	97.6	81.2	65.8	45.5	22.9
	1.4	15.8	26.0	39.3	45.9	1.4	12.1	21.2	32.5	36.0
	nd	0.4	nd	nd	2.2	nd	nd	nd	nd	1.5
	nd	2.2	3.5	5.1	6.6	nd	nd	nd	nd	nd
	4.5	6.7	8.8	12.3	18.2	1.0	8.7	12.2	18.4	29.0
暗黒区 フラザスルホン[A]	—	82.1	74.2	62.8	50.1	98.2	90.6	83.1	72.1	61.4
DTPU[D]	—	9.4	16.7	25.8	37.9	1.8	8.2	14.9	26.1	37.6
DTPP[E]	—	0.4	nd	0.4	nd	nd	nd	nd	nd	1.2
TPSA[K]	—	0.7	1.5	2.2	3.5	nd	nd	nd	nd	nd
その他*	—	4.5	3.5	3.6	3.5	nd	0.3	1.1	0.7	nd

表5. 緩衝液 (pH7)における¹⁴C-フラザスルフロンの光分解 (処理量に対する%)

	¹⁴ C(Py)-フラザスルフロン					¹⁴ C(Pm)-フラザスルフロン				
	0日	1日	2日	4日	7日	0日	1日	2日	4日	7日
光照射区 フラザスルホン[A]	96.5	86.3	74.7	58.6	34.9	92.6	83.1	68.7	51.8	32.2
暗黒区 フラザスルホン[A]	—	89.6	84.6	77.0	62.2	—	87.0	80.9	71.2	60.7

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

代謝分解のとりまとめ

フラザスルフロンの哺乳動物、植物及び土壌中等における代謝分解の概要を以下に要約した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

フラザスルフロンの開発年表

