

9.2.11 ¹⁴C-フルアジナムのりんごにおける植物代謝試験(資料 No.M-2.11)

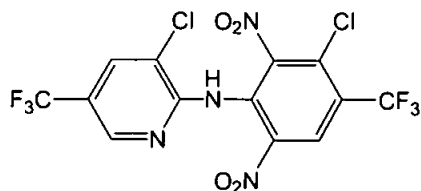
試験機関

[GLP 対応]

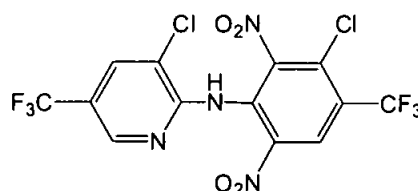
報告書作成年 1996 年

供試標識化合物：

¹⁴C フルアジナム



¹⁴C フルアジナム



コード名； ¹⁴C フルアジナム

¹⁴C フルアジナム

標識位置； ¹⁴C

¹⁴C

Lot number；

比放射能；

放射化学的純度；

化学名； 3-chloro-N-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)-α, α, α-trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

供試植物： りんご (品種：ゴールドデンデリシャス)樹齢約 4 年

りんごにおける代謝試験は、

の屋外の

放射性物質管理区域内で行われた。

試験方法：

処理方法；フルアジナムの 500F 製剤を用い被験物質を懸濁液として製剤化し、0.83 lb/A (0.93 kg a.i./ha)の割合で、各々6回処理された (合計 5 lb/A [5.6 kg a.i./ha])。木を木製フレームで囲いポリエチレンシートで覆った。処理は TLC 散布ユニットを用い、各植物体に均一に処理を行った。処理は、1994 年の 4 月 26 日、5 月 5 日、5 月 27 日、6 月 30 日、8 月 3 日及び 9 月 2 日に行われた。

処理溶液の調製；標識被験物質 (標識)及び (標識)に非標識フルアジナム標準化合物 2814.9 mg 及び 2844.8 mg を添加し、7セトニルで最終 25 mL に調製し、 の比放射能に希釈した。その溶液の一部にフルアジナム 500F フロアブルベースを含む脱イオン水を添加し、マグネティックスターラーで混合して処理液を調製した。1 本当たり合計 200 mL 散布した (1 区 [5'×5'/2.32 m²] 当り 223-224 mg a.i.相当)。

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。

採取時期；6回目の処理後32日目(1994年10月4日)にりんご果実及び葉を採取した。葉は、分析時まで-20℃で保存し、りんご果実は、冷蔵庫(4℃)で約1週間保存した。

分析方法；りんご果実の表面に残留している放射能をアセトニトリルで洗浄した後、ナイフ及びフードプロセッサーで細かくし、そこにドライアイスを追加してブレンダーで粉砕した。これを遠心分離機で果汁と絞りかすに分け、果汁については更にろ紙で濾過した。葉試料は、抽出直前に、はさみで小片にするか、ドライアイスを追加して粉末にした。

① 表面洗浄液 洗浄液を濃縮後、HPLCで分析した。

② 絞りかす

③ 果汁

HPLCで分析を

行った。

④ 葉

逆相カラムクロマトグラフィー及びHPLC

で精製した。

⑤ 代謝物同定

試験結果：両ラベルで処理されたりんごにおける総残留量は、1.9~2.8 ppmの範囲にあった。その内、総残留放射能(TRR)の36~46%が表面洗浄に検出された(表1)。表面洗浄されたものの大部分がフルアジナム(A)として同定された。絞りかすの抽出画分からは、糖類が合計2.5~3.4%TRR、次いでフルアジナムが2.1~2.7%検出された。

果汁の主要な

残留物は、糖類で合計3.6~5.2%TRRであった。

絞りかすの抽出残さからは、ペクチン、リグニン、ヘミセルロース及びセルロースが、TRRの1.9~12.0%が分画された(表3)。

結 論： フルアジナムで処理したりんご中の残留放射能の性質を測定した。

1) 基本のフルアジナム部分を保持するもの

りんごから単離され、同定されたフルアジナムの一部を含有する主な代謝物は、フルアジナム(A) であつた。フルアジナム(A)を処理したりんごの主な残留成分は、フルアジナム(A)そのものであつた。フルアジナム(A)は TRR の約 37~45%を占めていた。

2) 単離及び同定された放射能標識生体成分

フルアジナムの基本構造を有しない放射能標識生体成分は、スクロース、フルクトース及びグルコースであつた。多くの段階的分解処理により、標識放射能は、ペクチン、リグニン、ヘミセルロース及びセルロースのようなりんご組織の構造ポリマーに付随していることが示された。放射能標識された糖が、同定及び定量された。これらの糖は、主としてフルクトース、グルコース及びスクロースの混合物であつた。糖は、TRR の 6~9%を占めていた。りんごの構造ポリマー (ペクチン、リグニン、ヘミセルロース及びセルロース)中に再度組み込まれた標識放射能は、合わせて TRR の 26~30%を占めていた。この再度組み込まれた放射能の大部分は、ヘミセルロース画分から検出された。

3) その他

同定及び特性が検討された残留成分の量を表 2 及び 3 に要約する。

フルアジナムの代謝物における同定及び特性が検討率は高く、残留放射能の約 75~84% が同定又は特性検討された。これらの割合は、両標識で同程度であつた。同定されなかつた抽出性残留放射能は、少量で、TRR の約 5~8%を占めていた。同定されなかつた抽出性残留放射能は、有機溶媒可溶性及び水溶性代謝物の混合物であつたが、量が少なく、それ以上の特性検討はできなかつた。非抽出性残留放射能は、TRR の 5~15%を占めていた。これらの残留放射能について、それ以上の特性検討は行なわなかつた。

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。

クロマトグラフィー、分光法及び分解実験により、フルアジナムの主な代謝物を同定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 1. りんごにおける残留量の分布

画 分	標識		標識	
	ppm	%TRR*	ppm	%TRR*
りんご全体	1.877	100	2.802	100
表面洗浄	0.683	36.4	1.282	45.8
果汁	0.158	8.4	0.207	7.4
絞るかす抽出画分	0.209	11.1	0.309	11.0
絞るかすPES	0.827	44.1	1.003	35.8

* %TRR : 総残留放射能に対する割合

表 2. りんご各画分におけるフルアジナム及び代謝物の分布

画 分	表面洗浄				絞るかす抽出画分				果 汁			
	標識		標識		標識		標識		標識		標識	
	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
化合物												

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 3. りんご全体におけるフルアジナム及び代謝物の分布

化合物	標識		標識	
	%TRR	ppm	%TRR	ppm

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。

図 1. フルアジナムのりんごにおける想定代謝経路

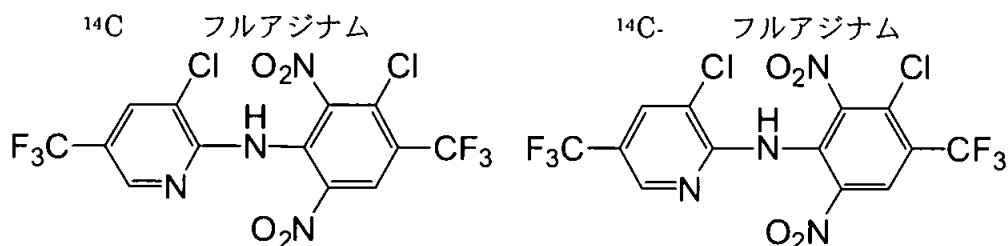
9.3 土壤中運命に関する試験

9.3.1 土壌における分解 (資料 No. M-3.1)

試験機関

報告書作成年 1985 年

供試標識化合物



標識位置 : [^{14}C]

[^{14}C]

比放射能 :

放射化学的純度 :

化学名 : 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

供試土壌 : 18 Acres(砂壤土、英国 Berkshire)、Frensham(壤質砂土、英国 Surrey)

土壌の物理化学的性状

土壌		18 Acres	Frensham
pH (H ₂ O)		6.9	6.4
粒径組成 (%)	粗砂 (2.0-0.2 mm)	22	28
	細砂 (0.2-0.02 mm)	39	51
	シルト (0.02-0.002 mm)	17	13
	粘土 (0.002 mm 以下)	22	8
有機物含量 (%)		4.4	1.7
容水量	Zero suction	62	48
	1/3 bar	20	90
陽イオン交換容量 (meq/100g)		16	5
土性		砂壤土	壤質砂土

試験方法 :

薬剤処理量 乾土 25 g に対して 114~116 μg (1 kg/ha)および 570~577 μg (5 kg/ha)

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。

処理量の設定根拠

ヘクタール当り 1 kg および 5 kg に相当する量。

土壌のインキュベーションに用いたガラスポット (直径 3.8 cm、高さ 3~6 cm) の表面積を基に処理量を計算した。

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、畑地水分と水田湛水の 2 条件で試験を行った。畑地水分条件では最大容水量の 40% に調整した。両標識化合物をアセトン溶液 (80~420 μ L) として土壌 (乾土相当で 25 g) にピペッターを用いて土壌表面に添加し、10 $^{\circ}$ C 及び 20 $^{\circ}$ C・暗所で 361 日間インキュベートした。

$^{14}\text{CO}_2$ 揮発物 土壌から発生する $^{14}\text{CO}_2(\text{M})$ 及び揮発成分は 0.05M 硫酸、2-メトキシエタノール、エタノールアミンの溶液の入ったトラップを通して捕集した。

採取時期 処理直後、7、14、30、60、90、180 及び 361 日後

放射能分析 経時的に土壌試料を採集し、アセトニトリルで振とう抽出し、残渣を更にアセトニトリルで還流抽出した。抽出液の一定量を液体シンチレーションカウンターで測定した。抽出残渣は燃焼し $^{14}\text{CO}_2(\text{M})$ を液体シンチレーションカウンターで測定した。抽出液の一部について、液-液分配、カラムクロマトグラフィーで分画し、液体シンチレーションカウンター、薄層クロマトグラフィー、質量分析を行った。

試験結果：

分 布

畑地条件 (20 $^{\circ}$ C) において、抽出放射能は処理直後には処理放射能 (AD) の 90% 以上検出されたが、徐々に減少した。抽出残渣は処理 361 日後に 18 Acres 土壌および Frensham 土壌においてはそれぞれ 41.4~42.2%AD および 26.1~27.9%AD にまで増加した。 $^{14}\text{CO}_2(\text{M})$ は処理 361 日後までに 1.8~6.3%AD 検出され、 ^{14}C 標識位置に大きな差はなかった。(表 1~8 参照)

湛水条件において、表層水中の放射能は試験期間を通じて $\leq 5\%$ AD 検出された。抽出放射能は処理直後には 90%AD 近く検出されたが、徐々に減少した。抽出残渣は処理 90 日後に 41.6~46.9%AD にまで増加した。 $^{14}\text{CO}_2(\text{M})$ は処理 90 日後までに 0.2~0.8%AD 検出された。(表 9~10 参照)

処理 30 日後まで畑地条件でインキュベートした後に湛水条件にした区において、表層水中の放射能は試験期間を通じて $\leq 3.7\%$ AD 検出された。抽出放射能は徐々に減少した。抽出残渣は処理 180 日後に 59.8~60.6%AD にまで増加した。 $^{14}\text{CO}_2(\text{M})$ は処理 180 日後までに 1.3~2.0%AD 検出された。(表 11~12 参照)

平均の回収率は 95%AD 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石原産業株式会社にある。

代 謝

親化合物の分解

フルアジナムの土壌分解は処理濃度、インキュベーション温度等処理条件で異なっており、畑地条件・20℃・1 kg/ha 処理における半減期は 18 Acres が 48 日、Frensham が 165 日であった。18 Acres 土壌の 10℃・1 kg/ha における半減期は 60 日、20℃・5 kg/ha 処理においては 72 日と遅くなった。湛水条件 (20℃・1 kg/ha 処理)でのフルアジナムの分解は非常に速く、半減期 4 日であった。(表 13~22 参照)

分解物

抽出残渣 抽出残渣(土壌結合放射能)は試験期間中、漸増した (表 1~12 参照)。最も生成量の多かった抽出残渣 (60.6% AD : 18 Acres 土壌、 処理 30 日後に湛水、1 kg/ha 処理、¹⁴C-フルアジナム、20℃、処理 180 日後)を塩基性ピロリン酸ナトリウム溶液 (pH 10)で還流抽出すると 33.2%AD が抽出された。この抽出液を種々の条件でいくつかの有機溶媒で抽出した結果、水層が 29.2% および有機溶媒層が 5.8%と、大部分が水層に残った。(表 25 参照)

分解経路 本試験の結果から、土壌中におけるフルアジナムの分解経路は図 1 のように想定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 1. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	88.7	83.1	72.3	66.1	56.5	49.6	39.7	23.1
還流抽出	na	na	2.9	3.2	2.8	4.0	2.4	14.6
CO ₂	na	0.1	0.2	0.5	1.4	2.2	4.4	6.3
抽出残渣	4.0	12.4	16.4	23.8	29.0	37.1	43.8	42.2
回収率	92.6	95.6	91.9	93.6	89.7	92.9	90.2	86.5

表 2. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	101.5	79	68.7	64	48.5	48.3	37.4	19.4
還流抽出	na	4.5	3.3	2.4	3.2	4.1	3.4	15.6
CO ₂	na	< 0.1	0.1	0.3	0.7	1.2	2.4	4.7
抽出残渣	1.5	9.1	16.8	21.9	32.5	35.5	47.2	41.4
回収率	103.0	92.7	88.9	88.6	84.9	89.1	88.0	83.3

表 3. 放射能の分布：Frensham 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	90.7	89.3	86.2	84.2	na	72.6	51.7	38.2
還流抽出	na	na	2.1	1.9	na	3.4	2.0	18.6
CO ₂	na	0.1	0.2	0.4	na	1.2	2.7	3.5
抽出残渣	1.5	6.1	7.1	26.4	na	16.7	21.2	27.9
回収率	92.3	95.4	95.6	112.9	na	93.9	78.0	88.2

表 4. 放射能の分布：Frensham 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	101.8	92.3	86.7	82.9	na	69.6	57.6	35.3
還流抽出	na	na	2.4	2.1	na	3.8	2.8	19.6
CO ₂	na	< 0.1	0.1	0.1	na	0.4	1.3	1.8
抽出残渣	1.3	6.3	7.4	9.8	na	15.8	26.4	26.1
回収率	103.1	98.7	96.5	94.9	na	89.6	88.5	84.0

na : 分析せず。

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 5. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、5 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	94.8	84.2	76.7	73.3	na	61.5	48.0	na
還流抽出	na	na	3.0	2.6	na	4.1	3.8	na
CO ₂	na	0.1	0.2	0.4	na	0.9	1.6	na
抽出残渣	2.0	9.8	14.3	19.0	na	26.7	36.0	na
回収率	96.8	94.0	94.2	95.3	na	93.2	89.4	na

表 6. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、5 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	96.1	85.2	78.3	75.6	na	66.1	53.7	na
還流抽出	na	na	3.5	3.2	na	3.5	3.3	na
CO ₂	na	< 0.1	0.1	0.2	na	0.4	1.0	na
抽出残渣	2.1	10.8	15.1	18.8	na	28.0	34.9	na
回収率	98.2	96.0	97.0	97.8	na	98.1	93.3	na

表 7. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、10℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	99.0	91.1	86.8	82.7	72.8	na	na	na
還流抽出	na	na	3.2	2.2	3.2	na	na	na
CO ₂	na	< 0.1	< 0.1	0.1	0.5	na	na	na
抽出残渣	2.2	6.8	11.2	13.4	21.3	na	na	na
回収率	101.2	97.9	101.2	98.5	97.8	na	na	na

表 8. 放射能の分布：18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、10℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90	180	361
振とう抽出	96.1	82.3	82.3	81.1	69.0	na	na	na
還流抽出	na	na	2.1	2.1	3.5	na	na	na
CO ₂	na	< 0.1	< 0.1	< 0.1	0.2	na	na	na
抽出残渣	2.2	6.5	9.3	13.0	19.4	na	na	na
回収率	98.3	88.7	93.9	96.1	92.1	na	na	na

na：分析せず。

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 9. 放射能の分布 : 18 Acres 土壌、湛水条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
表層水	5.0	2.6	2.7	4.5	2.8	3.4	na	na
振とう抽出	88.5	66.9	59.8	48.8	41.7	34.3	na	na
還流抽出	na	na	4.1	7.3	7.1	7.9	na	na
CO ₂	na	< 0.1	< 0.1	0.2	0.6	0.8	na	na
抽出残渣	3.3	28.5	28.6	29.6	43.2	46.9	na	na
回収率	96.7	98.0	95.3	90.4	95.6	93.3	na	na

表 10. 放射能の分布 : 18 Acres 土壌、湛水条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
表層水	3.6	2.6	2.4	4.5	2.4	3.5	na	na
振とう抽出	87.1	63.0	57.7	42.7	41.3	36.3	na	na
還流抽出	na	na	3.8	6.1	6.5	7.5	na	na
CO ₂	na	< 0.1	< 0.1	0.1	0.1	0.2	na	na
抽出残渣	3.6	9.1	26.7	33.9	41.2	41.6	na	na
回収率	94.2	74.8	90.6	87.3	92.3	89.1	na	na

表 11. 放射能の分布 : 18 Acres 土壌、処理 30 日後に湛水、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
表層水	na	na	na	na	3.7	2.9	2.6	na
振とう抽出	na	na	na	na	51.0	31.5	21.5	na
還流抽出	na	na	na	na	3.1	4.4	5.0	na
CO ₂	na	0.1	0.2	0.5	0.8	1.3	2.0	na
抽出残渣	na	na	na	na	36.2	50.5	60.6	na
回収率	na	na	na	na	94.9	90.6	91.8	na

表 12. 放射能の分布 : 18 Acres 土壌、処理 30 日後に湛水、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

日	処理量に対する割合 (%)							
	0	7	14	30	60	90	180	361
表層水	na	na	na	na	3.0	3.0	2.7	na
振とう抽出	na	na	na	na	51.4	30.6	19.4	na
還流抽出	na	na	na	na	3.3	3.9	5.2	na
CO ₂	na	< 0.1	0.1	0.3	0.5	0.8	1.3	na
抽出残渣	na	na	na	na	33.2	48.5	59.8	na
回収率	na	na	na	na	91.5	87.2	89.2	na

na : 分析せず。

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 13. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90 ^{*2}	180 ^{*2}	361 ^{*2}
フルアジナム	77.0	67.2	53.7	48.0	40.7	31.8	26.1	9.5

表 14. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃

処理量に対する割合 (%)								
日	0	7	14	30	60	90 ^{*2}	180 ^{*2}	361 ^{*2}
フルアジナム	88.9	58.2	51.2	46.7	25.0	34.5	21.2	6.8

表 15. 分解物の推移*1 : Frensham 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C-(Ph)-フルアジナム、20℃

処理量に対する割合 (%)							
日	0	7	14	30	90 ^{*2}	180	361 ^{*2}
フルアジナム	85.3	72.2	66.5	77.5	68.4	45.3	30.2

*1 : 振とう抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

*2 : 振とう抽出+還流抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

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 16. 分解物の推移*1 : Frensham 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14	30	90 ^{*2}	180	361 ^{*2}
フルアジナム	97.0	85.1	74.2	77.6	65.4	44.3	24.7

表 17. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、5 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14	30	90 ^{*2}	180 ^{*2}
フルアジナム	91.3	72.4	52.8	46.5	49.5	41.2

表 18. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、5 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14	30	90 ^{*2}	180 ^{*2}
フルアジナム	91.3	72.2	56.4	52.4	55.0	40.6

*1 : 振とう抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

*2 : 振とう抽出+還流抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

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 19. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、10℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14	30	60
フルアジナム	90.7	80.3	79.8	67.8	42.3

表 20. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、畑地条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、10℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14	30	60
フルアジナム	88.5	72.3	74.2	66.1	54.1

表 21. 分解物の推移*1 : 18 Acres 土壌、湛水条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14 ^{*2}	30 ^{*2}	60 ^{*2}	90 ^{*2}	90(表層水)
フルアジナム	80.5	22.8	5.4	1.4	1.6	0.9	< 0.5

*1 : 振とう抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

*2 : 振とう抽出+還流抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

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 22. 分解物の推移*1: 18 Acres 土壌、湛水条件、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、20℃
処理量に対する割合 (%)

日	0	7	14 ^{*2}	30 ^{*2}	60 ^{*2}	90 ^{*2}	90(表層水)
フルアジナム	82.3	23.5	6.4	1.4	1.3	1.1	< 0.5

表 23. 分解物の推移*1: 18 Acres 土壌、処理 30 日後に湛水、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、
20℃

処理量に対する割合 (%)

日	60	90 ^{*2}	90(表層水)	180 ^{*2}	180(表層水)
フルアジナム	16.9	5.0	< 0.5	0.5	< 0.5

表 24. 分解物の推移*1: 18 Acres 土壌、処理 30 日後に湛水、1 kg/ha、¹⁴C -フルアジナム、
20℃

処理量に対する割合 (%)

日	60	90 ^{*2}	90(表層水)	180 ^{*2}	180(表層水)
フルアジナム	18.3	10.4	< 0.5	0.5	< 0.5

*1: 振とう抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

*2: 振とう抽出+還流抽出による抽出放射能を TLC 分析した結果。

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 25. 抽出残渣の分析

画分	処理量に対する割合(%)
抽出残渣*1	60.6
Na ₄ P ₂ O ₇ 抽出*2	33.2
有機相*3	5.8
水相*4	29.2

*1: 18 Acres 土壌、処理 30 日後に湛水、1 kg/ha、¹⁴C-(Ph)-フルアジナム、20℃、処理 180 日後

*2: 塩基性溶液 (pH 10) で還流抽出

*3: Na₄P₂O₇ 抽出液からヘキサン、ジエチルエーテル、ジクロロメタンで抽出

*4: Na₄P₂O₇ 抽出液から上記の有機溶媒で抽出した残りの画分

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。

図 1. 土壌中におけるフルアジナムの想定分解経路

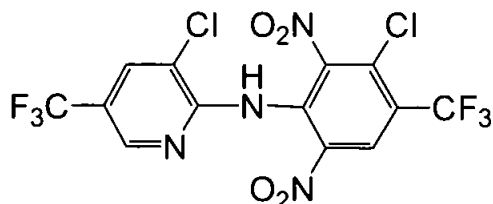
9.3.2 土壌における溶脱—その1(資料 No. M-3.2)

試験機関

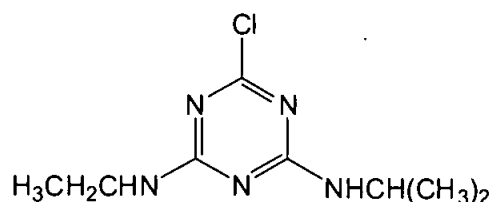
報告書作成年 1985 年

供試標識化合物

¹⁴C -フルアジナム(I)



¹⁴C-アトラジン(II)



標識位置：	(I)	(II)
比放射能：	(I)	(II)
放射化学的純度：	(I)	(II)
化学名：	(I) 3-chloro- <i>N</i> -(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro- <i>p</i> -toluidine	(II) 2-chloro-6-ethylamino-4-isopropylamino-1,3,5-triazine

標識位置の設定理由：

供試土壌： Lily field (イギリス Surrey、粗砂土)
Frensham (イギリス Surrey、壤質砂土)
18Acres (イギリス Berkshire、砂壤土)
Gore Hill (イギリス Berkshire、埴壤土) (表1参照)

試験方法： 4種の土壌の土壌薄層プレートを用いてフルアジナムの移動性を検討した。

土壌薄層プレート

風乾し 2 mm のふるいを通した土壌を用いてアルミニウムプレートの上に作成した(幅 5 cm、長さ 30 cm、厚さ 0.5 cm)。プレート 1 枚当りに用いた土壌量は Lily field が 100 g、Frensham が 85 g、18Acres が 75 g 及び Gore Hill が 60 g だった。

処理量の設定根拠

フルアジナムおよびアトラジンの処理量はそれぞれ 1000 g/ha および 600 g/ha とした。これらと土壌薄層プレートの断面積(幅 5.0 cm×厚さ 0.5 cm = 2.5 cm²)

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。

を基に土壌薄層プレートへの処理量を計算した。

薬剤処理 土壌薄層プレートの端から2~3 cmの部分の土壌を1 cmの幅で取り除いた。取り除いた土壌はプレート上の全土壌重量の1/30に相当した。これらに¹⁴C-フルアジナムをアセトン溶液として処理した(25.4~25.5 µg/516 µL)。また、¹⁴C-アトラジンはエタノール溶液として処理した(15.2~15.3 µg/830 µL)。処理土壌は溶媒を蒸発させた後、混合し、土壌薄層プレート上の取り除いた元の位置に戻した。

展開 土壌プレートに5°の傾斜をつけ、32cmの降雨量に相当する0.01 M塩化カルシウム液(80 mL)を高い方から低い方へ流して展開した。展開に要した時間は48時間であった。土壌プレートの低い方の端から溶出してくる液を集め、放射エネルギーを液体シンチレーションカウンターを用いて測定した。土壌プレート中の放射能の分布は薄層クロマトグラムスキャナーを用いて測定し溶脱距離を測った。(図1参照)

試験結果：

溶脱距離 フルアジナムの溶脱距離は全ての土壌で1 cm以下であった。本試験でのアトラジンの溶脱距離は6~11 cmであった。フルアジナムは処理量の90~97%が処理地点より2 cm以内に留まっていた。一方、処理地点の2 cm以内から検出されたアトラジンは処理量の6~16%であった。アトラジンはHelling Scale*では“moderately mobile compound”に分類されているが、アトラジンと比較するとフルアジナムの溶脱はかなり小さかった。(表2参照)

溶出液： 4種類の土壌の薄層プレートからの溶出液中のフルアジナムの濃度は0.0006 µg/mL未満であり、アトラジンの濃度は0.003~0.057 µg/mLであった。(表3参照)

* : Helling C S and Turner B C (1968), Pesticide Mobility Determination by Soil Thick-Layer Chromatography, Science, 162, 562-563

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. 供試土壌

	Lilyfield	Frensham	18 Acres	Gore Hill
pH(H ₂ O)	4.9	6.1	6.7	7.2
粗砂 (200-2000 μm)	54	26	22	2
細砂 (20-200 μm)	38	53	38	34
シルト (2-20 μm)	4	13	17	23
粘土 (< 2 μm)	4	8	23	41
有機物含量 (%)	0.8	1.8	5.0	13.6
容水量(%), 1/3 bar	5	9	39	20
陽イオン交換容量 (meq/100g)	4	5	16	24
土性	粗砂土	壤質砂土	砂壤土	埴壤土

表 2. 溶脱距離

	溶脱距離(cm) ^{*1}		プレートの処理側の端から最初の 4cmに検出される放射エネルギー(%)	
	フルアジナム	アトラジン	フルアジナム	アトラジン
Lilyfield	1	11	96	7
Frensham	0	8	90	6
18 Acres	0	6	97	14
Gore Hill	1	6	97	16

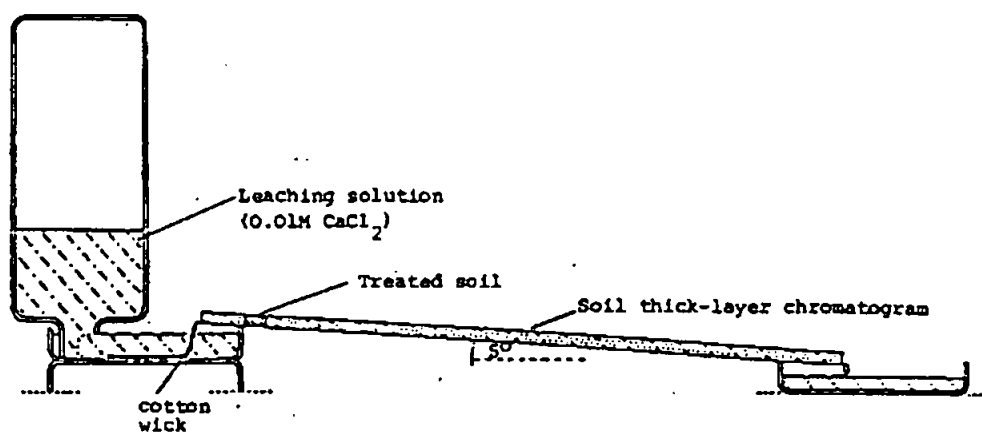
*1: 土壌薄層クロマトグラムにおいて処理地点から放射能ピークが検出される地点までの距離。

表 3. 溶出液中の放射エネルギー

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。

		溶出液中の放射能	
		処理量に対する割合(%)	・ $\mu\text{g/mL}$
フルアジナム	Lilyfield	0.07	0.0003
		0.08	0.0004
	Frensham	0.07	0.0004
		0.08	0.0004
	18 Acres	0.06	0.0005
		0.06	0.0005
Gore Hill	0.03	0.0003	
	0.04	0.0003	
アトラジン	Lilyfield	4.29	0.015
		3.49	0.012
	Frensham	18.10	0.064
		14.63	0.050
	18 Acres	0.82	0.004
		0.42	0.002
Gore Hill	1.04	0.006	
	0.99	0.005	

図 1. 土壌薄層クロマトグラフィー

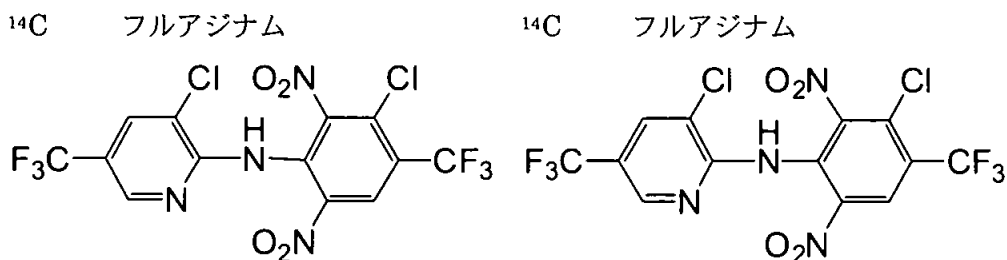


9.3.3 土壌における溶脱—その2 (資料 No. M-3.3)

試験機関

報告書作成年 1985年

供試標識化合物



標識位置：

比放射能：

放射化学的純度：

化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

供試土壌： 18 Acres (砂壤土、英国 Berkshire)、Frensham (壤質砂土、英国 Surrey)
(表 1 参照)

試験方法：

土壌カラム 内径 5.1 cm、高さ 35 cm のアルミ管カラムに、30 cm の高さまで土壌を詰め、カラム 1 本当りに用いた土壌量 (湿重) は 18 Acres が 130 g および Frensham が 150 g だった。

処理量の設定根拠

ヘクタール当り 1 kg に相当する量。

土壌のインキュベーションに用いたガラスポット (直径 3.8 cm) の表面積を基に処理量を計算した。

薬剤処理 各土壌 25 g (風乾重) にフルアジナムを添加 (114~116 μ g/80 μ L アセトン) して 20°C・暗所で好氣的に 30 日間インキュベートした。その後、対応する土壌カラムの先端に乗せ、更にその上に石英砂に乗せ (厚さ約 2cm)、土壌表面全体に溶脱用溶液が分布するようにした。

溶脱 20°C・暗所中で 9 週間にわたって、66 cm の降雨に相当する量 (1350 mL = 30

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。

mL/日×5 日/週×9 週)の 0.01M 塩化カルシウム水溶液をカラムの上端から流し、溶出してくる液を収集した。溶出液中の放射能は液体シンチレーションカウンターで測定した。土壌カラムは 5 cm に分画し、土壌を細砕してオキシダイザーを用いて燃焼し、発生する $^{14}\text{CO}_2$ を液体シンチレーションカウンターで測定した。

試験結果： カラム溶出液中の放射能は 0.0027 $\mu\text{g/mL}$ 以下 (カラムへの処理量の 1 %未満)であった。カラム内の土壌中の放射能分布は両標識化合物間および両土壌間で類似していた。カラムへの処理量の 87%(平均値)が処理層+その下の 0~5 cm 層から検出された。それより下層では放射能は急速に減少した (カラムへの処理量の 2.7%以下)。以上のことより、フルアジナムおよびその分解物の土壌中での溶脱(下方移行)性は非常に小さいと考えられた。
カラムへ処理した放射能の回収率は 87.1~96.7 %であった。(表 2~5 参照)

表 1. 供試土壌

	18 Acres	Frensham
pH(H ₂ O)	6.9	6.4
粗砂 (2-0.2 mm)	22	28
細砂 (0.2-0.02 mm)	39	51
シルト (0.02-0.002 mm)	17	13
粘土 (< 0.002 mm)	22	8
有機物含量 (%)	4.4	1.7
容水量(%), Zero Suction	62	48
容水量(%), 1/3 bar	20	未測定
陽イオン交換容量 (meq/100g)	16	5
土性	砂壤土	壤質砂土

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. 放射能の分布：18 Acres 土壌、¹⁴C -フルアジナム

カラムへの処理量に対する割合 (%)

	カラムJ		カラムI		
	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	
石英砂	0.002	0.11	< 0.002	< 0.10	
処理層	2.16	45.1	2.45	56.0	
土壌* ²	0- 5 cm	0.395	40.0	28.1	
	5- 10 cm	0.009	0.93	1.31	
	10- 15 cm	0.004	0.41	0.58	
	15- 20 cm	0.002	0.24	0.36	
	20- 25 cm	< 0.002	< 0.20	< 0.002	< 0.20
	25- 30 cm	< 0.002	< 0.22	< 0.002	< 0.22
溶出液* ³	0.0012	0.55	0.0020	0.75	
合計	-	87.3	-	87.1	

表 3. 放射能の分布：18 Acres 土壌、¹⁴C -フルアジナム

カラムへの処理量に対する割合 (%)

	カラムG		カラムF		
	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	
石英砂	0.010	0.49	0.008	0.36	
処理層	0.454	6.26	2.32	46.5	
土壌* ²	0- 5 cm	0.837	82.2	40.4	
	5- 10 cm	0.026	2.66	1.79	
	10- 15 cm	0.009	0.96	0.81	
	15- 20 cm	0.005	0.47	0.43	
	20- 25 cm	< 0.002	< 0.19	0.002	< 0.20
	25- 30 cm	< 0.002	< 0.22	< 0.002	< 0.21
溶出液* ³	0.0011	0.18	0.0008	0.08	
合計	-	93.2	-	90.3	

*1: μg フルアジナム相当/g

*2: 処理層を除いて土壌表面からの距離

*3: 濃度に付いては最高値 (μg フルアジナム相当/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石原産業株式会社にある。

表 4. 放射能の分布：Frensham 土壌、¹⁴C -フルアジナム

カラムへの処理量に対する割合 (%)

		カラムA		カラムB	
		濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)
石英砂		0	0	0	0
処理層		2	51	2	42
土壌* ²	0- 5 cm	0	34	0	52
	5- 10 cm	0	2	0	2
	10- 15 cm	0	1	0	1
	15- 20 cm	0	0	0	0
	20- 25 cm	0	0	< 0.002	< 0.23
	25- 30 cm	0	0	< 0.002	< 0.25
溶出液* ³		0	1	0	0
合計		-	90	-	97

表 5. 放射能の分布：Frensham 土壌、¹⁴C -フルアジナム

カラムへの処理量に対する割合 (%)

		カラムD		カラムE	
		濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)	濃度* ¹ (μg/g)	カラムへの処理量に対する割合 (%)
石英砂		< 0.002	< 0.10	0.007	0.41
処理層		1.71	36.3	0.289	3.40
土壌* ²	0- 5 cm	0.407	48.3	0.718	86.3
	5- 10 cm	0.016	1.90	0.020	2.41
	10- 15 cm	0.007	0.79	0.007	0.84
	15- 20 cm	0.004	0.49	0.004	0.53
	20- 25 cm	0.002	0.27	0.003	0.42
	25- 30 cm	< 0.002	< 0.24	< 0.002	< 0.25
溶出液* ³		0.0008	0.08	0.0011	0.25
合計		-	88.2	-	94.6

*1: μg フルアジナム相当/g

*2: 処理層を除いて土壌表面からの距離

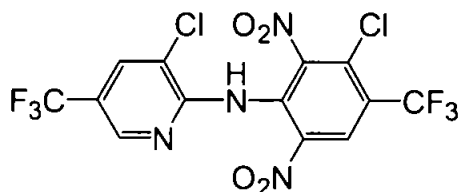
*3: 濃度に付いては最高値 (μg フルアジナム相当/mL)

9.3.4 土壌吸着性試験(資料 No. M-3.4)

試験機関

報告書作成年 2003年 [GLP 対応]

供試化合物：フルアジナム



化学名：3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

ロット No. :

純度 :

供試土壌： OECD テストガイドラインに示されている土壌タイプのうち、タイプ 2、タイプ 3、タイプ 4 ならびにタイプ 5 に相応する土壌種として Hatzenbeler, Oregon, Dock Road ならびに宮崎土壌を選定した。また、火山灰土壌として栃木土壌を選定した。(表 1 参照)

試験方法： OECD ガイドラインに従い、土壌：水比を検討後、吸着平衡時間を測定し、吸着パラメータを求めた。更に、土壌吸着に及ぼす濃度の影響を調べるためフロイントリッヒ吸着等温線を作成した。また、脱着パラメータ及びフロイントリッヒ脱着等温線を作成した。試験は 2 連で実施した。

供試土壌の調整

土壌試料は風乾し、2 mm のふるいに通した。供試化合物を添加する前に、乾土 10 g または 2 g 相当の土壌に 0.01 M 塩化カルシウム溶液 50 mL を添加し、室温で 12 時間以上水平方向に振とうして予備平衡化した。

試験溶液の作製

供試化合物必要量をアセトニトリルに溶解し、0.8、2、8、20 及び 50 mg / L の試験溶液を作製した。この試験溶液 50 μ L を予備平衡化した試験系 (50 mL) に添加して 0.0008、0.002、0.008、0.02 及び 0.05 mg / L の試験濃度とした。この際のアセトニトリルの水相中濃度は 0.1 % であった。

土壌：水比 最も有機炭素含有率の高い栃木土壌、及び最も有機炭素含有率の低い宮崎土壌を用いた。乾土 10 g 相当の土壌に 0.01 M 塩化カルシウム溶液 50 mL を添加して予備平衡化後、0.05 mg / L の試験濃度となるよう試験溶液を添加し、25°C・暗所で 24 時間振とうした。遠心分離後、水相の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、土壌吸着率を求めた。

吸着平衡時間

選択した土壌：水比 1:25 で予備平衡化後、Oregon 土壌については、0.05 mg/L の試験濃度となるよう試験溶液を添加して 25℃・暗所で 4、8、16、24 および 48 時間振とうした。遠心分離後、水相の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、濃度の変化を調べた。残りの Hatzenbeler、Dock Road、栃木及び宮崎土壌については 48 時間の振とう中に分解が認められたので、予備平衡化後、0.02 mg/L の試験濃度となるよう試験溶液を添加して 25℃・暗所で 2、4、16、24 および 48 時間振とうし、遠心分離後、水相及び土壌中の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、吸着率の変化を調べた。

物質収支 土壌：水比 1：25 で予備平衡化後、0.02 mg/L の試験濃度となるよう試験溶液を添加して 25℃・暗所で吸着平衡時間 (Oregon 土壌：48 時間、他の土壌：16 時間)振とうした。遠心分離後、水相及び土壌中の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、水相及び土壌の供試化合物量から物質収支を計算した。

吸着パラメータ

吸着平衡時間設定試験の結果に基づき、Oregon、Dock Road、栃木及び宮崎土壌については、吸着平衡時の水相中の供試化合物濃度から吸着パラメータを計算した (インダイレクト法)。一方、Hatzenbeler 土壌については、吸着平衡時の水相及び土壌中の供試化合物濃度から吸着パラメータを計算した(ダイレクト法)。

吸着等温線

土壌：水比 1：25 で予備平衡化後、5 段階の試験濃度 (0.0008、0.002、0.008、0.02 及び 0.05 mg/L)となるよう、それぞれ対応する試験溶液を添加し、25℃・暗所で吸着平衡時間 (Oregon 土壌：48 時間、他の土壌：16 時間)振とうした。Oregon、Dock Road、栃木及び宮崎土壌については、水相の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、水相中の供試化合物濃度からフロイントリッヒ吸着等温式を作成し、パラメータを求めた (インダイレクト法)。Hatzenbeler 土壌については、水相及び土壌中の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、水相及び土壌中の供試化合物濃度からフロイントリッヒ吸着等温式を作成し、パラメータを求めた(ダイレクト法)。

脱着パラメータ

Hatzenbeler、Dock Road、栃木及び宮崎土壌については供試化合物の安定性に問題が認められたため、脱着性の評価は Oregon 土壌についてのみ実施した。試験濃度 0.02 mg/L で行った吸着振とう後の土壌に、取り除いた水相と同量の 0.01 M 塩化カルシウム溶液 50 mL を添加して 25℃・暗所で 48 時間振とうした。水相の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、脱着パラメータを計算した。また、土壌中の供試化合物濃度を分析し、水相及び土壌の供試化合物量から物質収支を計算した。

脱着等温線 5 段階の試験濃度 (0.0008、0.002、0.008、0.02 および 0.05 mg/L)の供試化合物を添加して得た吸着振とう後の Oregon 土壌を用い、前述のように 48 時間脱着振とうした後に、水相の供試化合物濃度を LC/MS を用いて分析し、水相中の供試化合物濃度からフロイントリッヒ脱着等温式を作成し、パラメータを求めた。

分析方法 水相については、その 20 mL に 0.1 M 炭酸水素ナトリウム溶液 100 mL 及びヘキサン 50~80 mL を加え、振とう抽出した。ヘキサン相を濃縮した後、ジクロロメタンに再溶解し、フロリジルミニカラムを用いて精製した。溶出液を濃縮した後、適量のアセトニトリル/水 (1:1, v/v) に溶解して測定溶液とした。土壌については、アセトン 50 mL を加え、20 分間振とう抽出した。抽出液を濃縮後、水相と同様の操作を行い、測定溶液を得た。測定溶液は LC/MS を用いて分析した。供試化合物の標準溶液を用いて作成した検量線を基に、水層及び土壌中の供試化合物量を定量した。

試験結果：

土壌：水比 土壌：水比を 1:5・振とう 24 時間の設定における吸着率は、栃木及び宮崎土壌においてそれぞれ 93% および 85% であった。その際の吸着係数 K_d はそれぞれ 67.0 および 30.0 であった (表 2 参照)。土壌：水比を 1:5 とした場合の吸着率は 85% 以上であり、ガイドラインの要求条件を満たすものであったが、水相中供試化合物濃度が極めて低く、分析精度上の問題が生じる可能性があるため、以降の試験では土壌：水比 1:25 (2 g : 50 mL) を選択した。

吸着平衡時間の測定

Oregon 土壌については、ガイドラインの判定基準(連続する 2 時点の水相の濃度差が 10 % 以内)から 評価した吸着平衡時間は 48 時間以上であった (図 1 参照)。そこでガイドラインにおける最長振とう時間である 48 時間を選択した。Hatzenbeler, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌については、吸着率の経時変化から 16 時間を選択した (図 2~5 参照)。

物質収支 吸着平衡時における物質収支は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌においてそれぞれ 71%、99%、91%、102% 及び 90% であった (表 3 参照)。この結果から、Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌については水相中の供試化合物濃度から吸着パラメータを計算するインダイレクト法が可能と判断した。一方、Hatzenbeler 土壌については吸着平衡時の物質収支が悪いため、水相及び土壌中の供試化合物濃度から吸着パラメータを計算するダイレクト法を採用した。

吸着パラメータ

吸着平衡時における吸着率は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌において、それぞれ 68%、80%、83%、85% 及び 71% であった。吸着係数 K_d は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌において、それぞれ 53.4、101.0、119.1、136.7 及び 59.6 であった。また、これを各土壌の有機炭素含有量で補正した吸着係数 K_{oc} は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌において、それぞれ 1723、4591、4254、1409 及び 3973 であった。(表 4 参照)

吸着等温線 フロイントリッヒ吸着係数 K_F は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌において、それぞれ 33.1、20.9、75.9、123.0 及び 36.3 であった。これを各土壌の有機炭素含有量で補正した吸着係数 K_{Foc} は、Hatzenbeler, Oregon, Dock Road, 栃木及び宮崎土壌において、それぞれ 1068、950、2711、1268 及び 2420 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石原産業株式会社にある。

フロイントリッヒ吸着等温線から求めた指数 $1/n$ は Hatzenbeler, Oregon, Dock Road、栃木及び宮崎土壤において、それぞれ 0.933、0.738、0.872、0.972 及び 0.921 であった。(表 5 参照)

脱着パラメータ

Oregon 土壤において、脱着平衡時における脱着率は 8%であり、脱着係数は 302.1 であった (表 6 参照)。また、脱着平衡時における物質収支は 90%であり、供試化合物の安定性に問題は認められなかった(表 7 参照)。

脱着等温線 脱着等温式における相関係数 r^2 は 0.995 と有意な直線性が認められ、Oregon 土壤において脱着性はフロイントリッヒ脱着等温式に従うと判断された。フロイントリッヒ脱着係数 K_{Fdes} は 43.7 であり、これを土壤の有機炭素含量で補正した脱着係数 K_{Focdes} は 1986 であった。また、フロイントリッヒ脱着等温線から求めた指数 $1/n$ は 0.728 であった。(表 8 参照)

表 1. 供試土壤

土壤名	Hatzenbeler	Oregon	Dock Road	栃木	宮崎
採取場所	Painesville、 オハイオ州、 米国	Washington 郡、 オレゴン州、	Lake郡、 オハイオ州、 米国	栃木県鹿沼市	宮崎県宮崎郡 佐土原町
土性 (USDA)	埴壤土	微砂質埴壤土	砂壤土	埴壤土	微砂質埴壤土
砂 (%)	32	22	64	31.0	86.0
シルト (%)	36	60	26	44.5	7.1
粘土 (%)	32	18	10	24.5	6.9
有機炭素含有率 (%)	3.1	2.2	2.8	9.7	1.5
有機物含有率 (%)	5.4	3.8	4.8	16.6	2.6
総窒素含有率 (%)	0.211	0.154	0.201	0.372	0.09
pH (0.01 M CaCl ₂)	7.1	5.5	5.2	4.7	5.4
陽イオン交換容量 (meq/100 g soil)	18.9	13.1	9.6	16.3	9.7
リン酸吸収係数	740	910	580	2590	1030
粘土鉱物の種類	イライト・ クロライト	クロライト	イライト・ クロライト	アロフェン	アロフェン・ ハロイサイト
OECD 106 による 土壤分類	Type 2に相応	Type 3に相応	Type 4に相応	Type 7に相応	Type 5に相応
その他				火山灰土壤	

表 2. 土壌：溶液比の測定

土壌	土壌/水比	振とう時間 (hr)	吸着率(%)	吸着係数
栃木	1/5	24	93	67.0
宮崎			85	30.0

表 3. 物質収支(吸着平衡時)

土壌	吸着平衡時間 (hr)	物質収支(%)
Hatzenbeler	16	71
Oregon	48	99
Dock Road	16	91
栃木	16	102
宮崎	16	90

表 4. 吸着パラメータ

土壌	吸着平衡時間 (hr)	吸着率(%)	吸着係数 Kd	有機炭素含量 (%)	有機炭素* 吸着係数 Koc	測定方法
Hatzenbeler	16	68	53.4	3.1	1723	ダイレクト法
Oregon	48	80	101.0	2.2	4591	インダイレクト法
Dock Road	16	83	119.1	2.8	4254	
栃木	16	85	136.7	9.7	1409	
宮崎	16	71	59.6	1.5	3973	

*：吸着係数を各土壌の有機炭素含量(%)で割り求めたもの。

表 5. 吸着等温線パラメータ

土壌	吸着平衡時間 (hr)	指数 1/n	吸着係数 KF	相関係数 r ²	有機炭素含量(%)	有機炭素* 吸着係数 KFoc	測定方法
Hatzenbeler	16	0.933	33.1	0.994	3.1	1068	ダイレクト法
Oregon	48	0.738	20.9	0.990	2.2	950	インダイレクト法
Dock Road	16	0.872	75.9	0.985	2.8	2711	
栃木	16	0.972	123.0	0.982	9.7	1268	
宮崎	16	0.921	36.3	0.994	1.5	2420	

*：吸着係数 KF を各土壌の有機炭素含量 (%) で割り求めたもの。

表 6. 脱着パラメータ

土壌	振とう時間 (hr)	脱着率(%)	脱着係数	測定方法
Oregon	48	8	302.1	インダイレクト法

表 7. 物質収支(脱着平衡時)

土壌	振とう時間 (hr)	回収率(%)
Oregon	48	90

表 8. 脱着等温線パラメータ

土壌	振とう時間 (hr)	指数 1/n	脱着係数 KFdes	相関係数 r2	有機炭素 含量(%)	有機炭素* 脱着係数 KFocdes	測定方法
Oregon	48	0.728	43.7	0.995	2.2	1986	インダイレクト法

*：脱着係数 K_F を各土壌の有機炭素含量(%)で割り求めたもの。

図 1. Oregon 土壌における吸着平衡時間設定時における水相中のフルアジナム濃度の経時変化

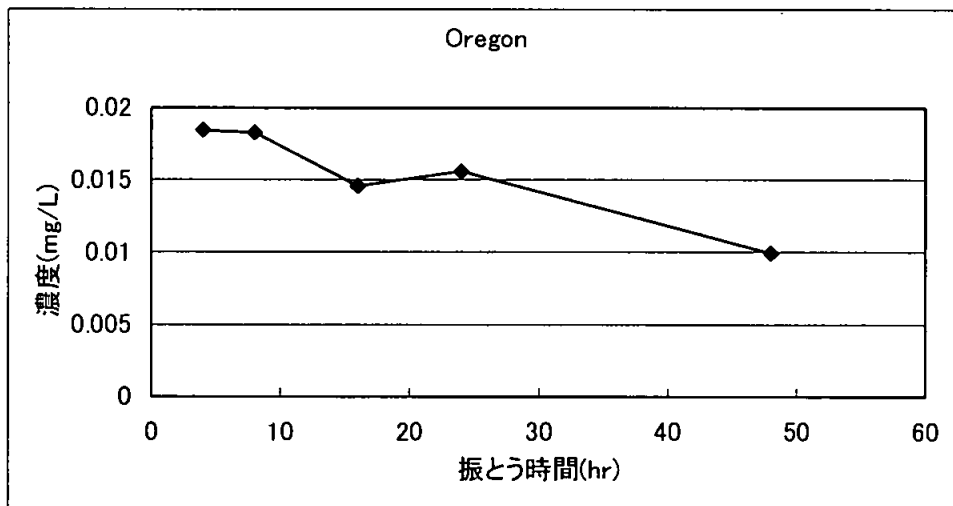


図 2. Hatzenbeler 土壌における吸着平衡時間設定時における吸着率の経時変化

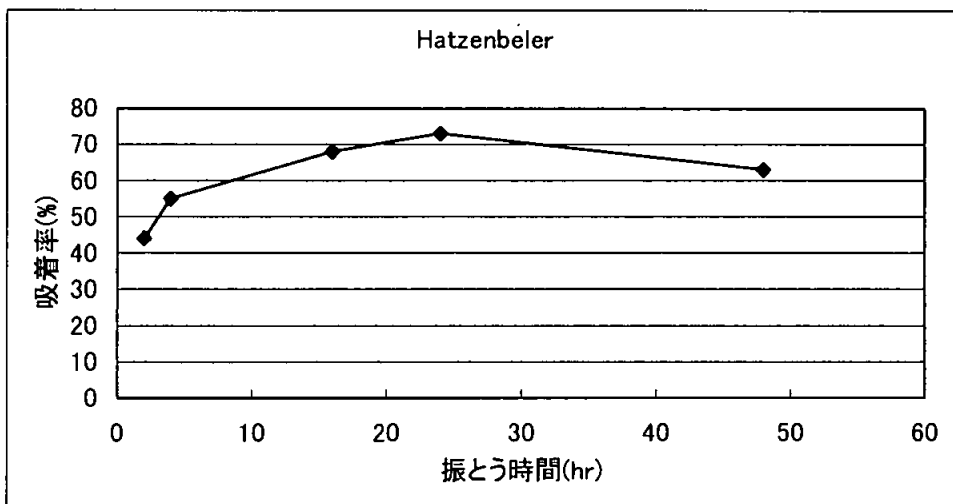


図 3. Dock Road 土壌における吸着平衡時間設定時における吸着率の経時変化

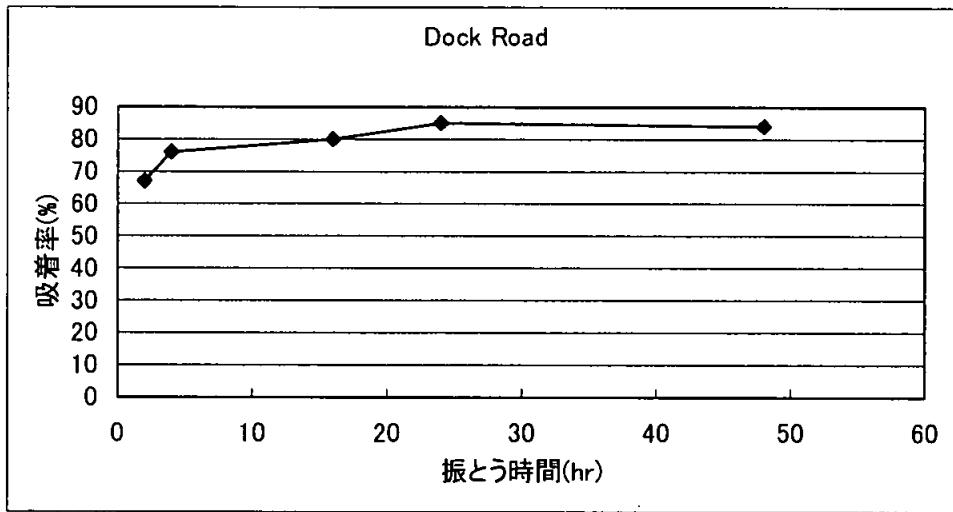


図 4. 栃木土壌における吸着平衡時間設定時における吸着率の経時変化

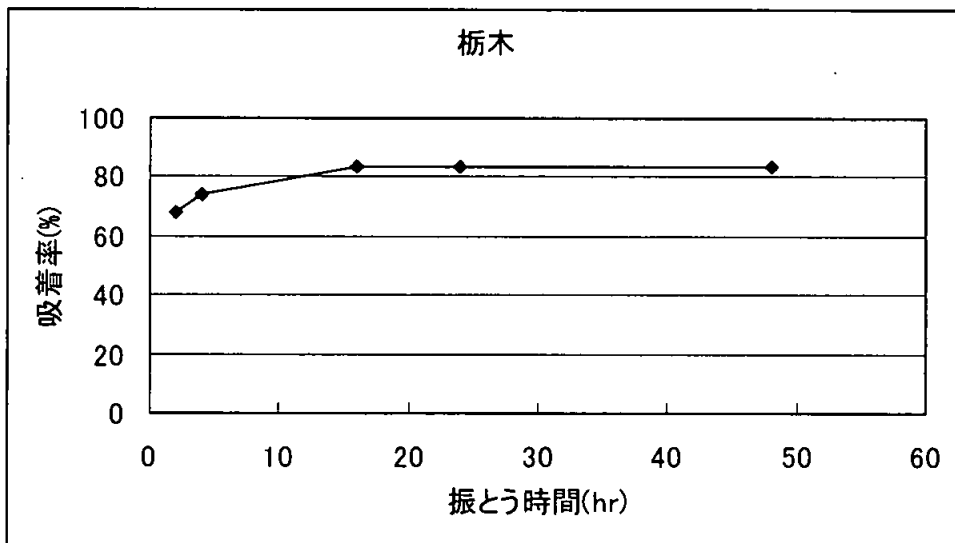
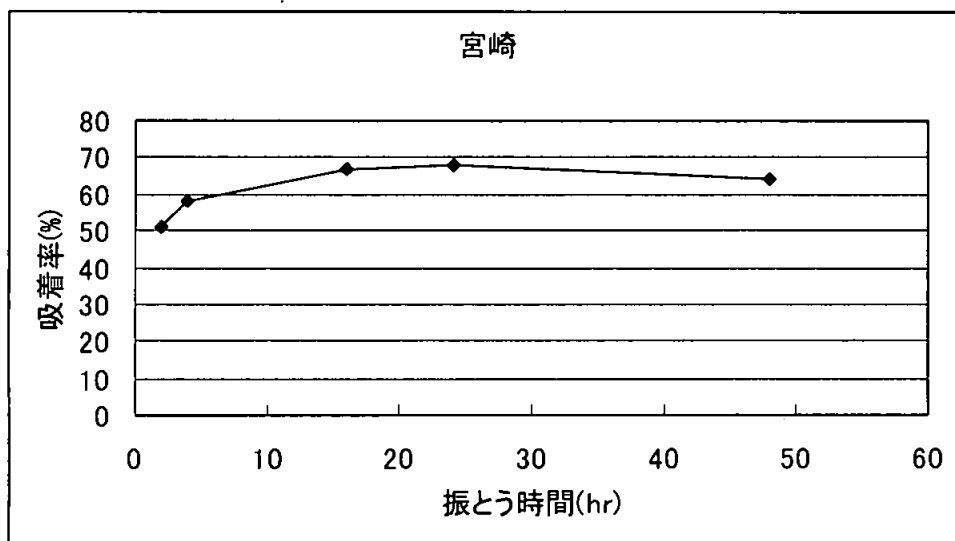


図 5. 宮崎土壌における吸着平衡時間設定時における吸着率の経時変化

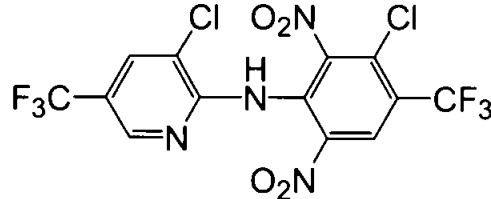


9.3.5 土壌における吸着 (資料 No. M-3.5)

試験機関

報告書作成年 1988年

供試化合物： フルアジナム原体



化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

純度：

供試土壌： 茨城畑土壌 (砂壤土、茨城県農業試験場)
安城畑土壌 (埴壤土、愛知県農業試験場) (表1参照)

試験方法：

- 土壌調整 生土のまま細かく砕いて2 mmのふるいに通した後、風乾して実験に供した。
- 試験溶液調整 フルアジナム原体一定量に蒸留水を加え、18℃で3時間振とうして溶解した後、ろ紙ろ過して0.13 ppmの試験溶液を調製した。この試験溶液の一部を蒸留水で1/2に希釈して0.063 ppmの試験溶液を調製した。両水溶液は0.22 μ mのミリポアフィルターでろ過した後、実験に供した。
- 吸着操作 土壌3 g (乾土相当)を200 mL容共栓付き三角フラスコに測り取り、160℃で4時間乾熱滅菌を行った。これに0.13 ppmまたは0.063 ppmの試験溶液100 mLを加えて密栓し、30℃・暗所で24時間振とうした。遠心分離して上澄液を分取した。操作は2連で行った。
- 分析操作 上澄液50 mLをクロロフォルム50 mLで2回抽出し、抽出液を濃縮後、*n*-ヘキサン50 mLに溶解した。これにアセトニトリル50 mLを加えて転溶し、アセトニトリル層を濃縮後、*n*-ヘキサンに再溶解し、高速液体クロマトグラフィー分析によりフルアジナム量を測定した。

試験結果： K_d 値は腐植質火山灰土壌の茨城土壌で590~820、鉍質土壌の安城土壌で143~158であった。また、それを土壌の有機炭素含量で補正した K_{oc} 値は11200~15600であり、強い土壌吸着性が認められた。以上のことより、フルアジナムは土壌中における下方移行性が小さい農薬であると推察された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 1. 供試土壌

	茨城	安城
粘土鉱物	アロフェン	カオリナイト
土性	砂壤土	埴壤土
粘土含量	2.8	17.5
pH	6.0	6.4
総炭素含量(%)	5.26	1.23
総窒素含量(%)	0.27	0.10
C/N比	19.5	11.8
陽イオン交換容量 (meq/100g)	17.8	15.3
容水量(%)	89.7	56.1

表 2. 吸着試験結果

	試験溶液濃度(ppm)	Kd	Koc
茨城	0.13	590	11200
	0.063	820	15600
安城	0.13	143	11600
	0.063	158	12800

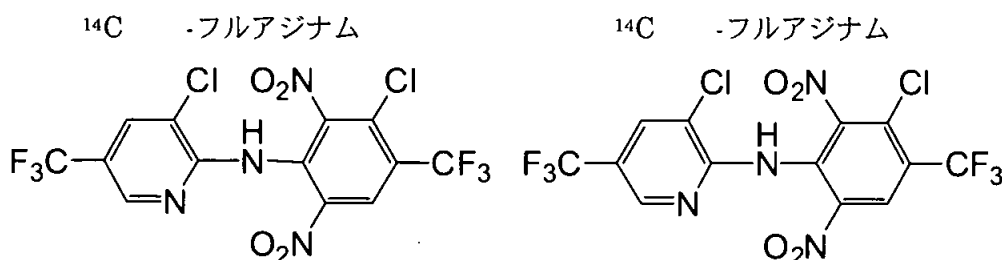
9.4 水中運命に関する試験

9.4.1 加水分解 (資料 No. M-4.1)

試験機関

報告書作成年 1985 年

標識化合物：



標識位置： [-¹⁴C]

[-¹⁴C]

比放射能：

放射化学的純度：

化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

試験方法： 殺菌した pH5、7、9 の緩衝液に濃度 0.005 ppm、暗所、22℃の条件下で 28 日間に亘って加水分解試験を行った。加水分解液を 0、5、10、20 及び 28 日後に採取した。5 日間加水分解した区はエーテルで抽出して濃縮した。その他の区は加水分解液を Sep-pak™ カートリッジを通して吸着させ、吸着物をアセトニトリルで溶出した。水層と有機溶媒層の画分を液体シンチレーションカウンターで測定した。有機溶媒画分は薄層クロマトグラフィーで予想分解物との同定を行った。加水分解半減期は、擬一次反応式に従って分解したと仮定し、一回帰の最小二乗法により求めた。

試験結果： 無菌的条件下、温度 22℃、0.005 mg/L の濃度で 28 日間加水分解した結果、pH 5 の緩衝液ではほとんど加水分解されなかった。pH 7、pH 9 では加水分解が起り半減期はそれぞれ 42 日と 5.6 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石原産業株式会社にある。

表 1. 半減期及び相関係数

pH	半減期 (日)	相関係数
7	42	-0.96
9	5.6	-0.98

表 2. pH 5、7、9 緩衝液中におけるワルジナム(A)及びCAPA(F)の経時的変化 (%)

pH	標識化合物	分析成分	経過日数				
			0	5	10	20	28
5							
7							
9							

nq=未定量 (not quantified)

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。

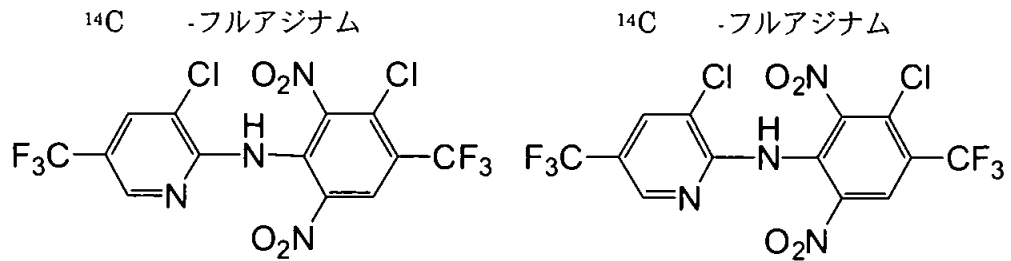
図 1. フルアジナムの想定加水分解経路

9.4.2 水中での光分解 (資料 No. M-4.2)

試験機関

報告書作成年 1985 年

標識化合物：



標識位置： [¹⁴C] [¹⁴C]

比放射能：

放射化学的純度：

化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-
2,6-dinitro-*p*-toluidine

試験方法： 殺菌した pH 5、蒸留水 (pH 6)、pH 9 の水溶液に両標識化合物のフルアジナム 0.002~0.012 mg/L の数濃度段階を自然光の条件で 30 日間に亘って実験した。分析は試験溶液を pH 5 にして、C₁₈化学結合型シリカゲルのカラムを通して、吸着させ、アセトニトリルで溶出し、その後溶出液を液-液分配し分画した。各画分を薄層クロマトグラフィーを行い、液体シンチレーションカウンターで測定した。

試験結果： 無菌的条件、自然光の下でフルアジナムの光分解の半減期は pH 5 で 2 日、pH 9 で 3 日、蒸留水 (pH 6) で 2 日であった。pH 9 ではフルアジナムはイオン化し、加水分解する。これが分解の主経路であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 1. 水中光分解によるフルアジナム(A) の経時的変化 (%)

pH	標識化合物	分析成分	経過日数 (日)				
			0	3	9	17	30
5	フルアジナム(A)	フルアジナム(A)	*	23	*	*	*
	¹⁴ C()	フルアジナム(A)	94	31	8	<5	*
蒸留水	フルアジナム(A)	フルアジナム(A)	73	19	<5	*	*
	¹⁴ C()	フルアジナム(A)	*	37	5	2	*
9	フルアジナム(A)	フルアジナム(A)	86	47	*	*	8
	¹⁴ C()	フルアジナム(A)	*	49	30	15	8

* 未実施 (not done)

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。

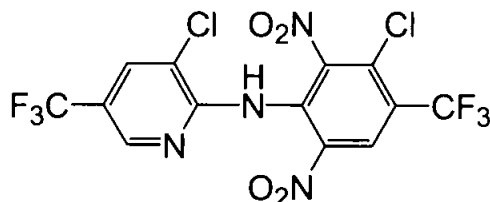
図 1. フルアジナムの想定光分解経路

9.4.3 フルアジナムの河川水中における光分解 (資料 No. M-4.3)

試験機関

報告書作成年 2003年 [GLP 対応]

供試化合物：フルアジナム



化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

純度：

水溶解度： 0.157 mg/L (pH 7、25℃)

供試水： 河川水(茨城県岩井市長須、新下総利根川大橋付近の利根川より採取)
河川水は使用前にろ過滅菌フィルター (0.22 μ m)を通して滅菌した (pH 7.82)。

光源： キセノン光照射装置 (サンテスターXF-180)、島津製作所
1.5kW キセノンショートアークランプ (290 nm 以下の紫外線をカットするフィルター付)
光強度 27.5 W/m²(300~400 nm)
281.8 W/m²(300~800 nm)

試験方法： 5 mg/L 濃度のフルアジナム標準溶液 (メタノール溶液)を調整した。この溶液の 2 mL を 200 mL 褐色メスフラスコにとり、供試水で 200 mL に定容して 0.05 mg/L 濃度の試験溶液を調製した。この溶液の約 5 mL づつを 5 mL 容共栓付石英ガラス製試験管 (光照射用)及び 5 mL 容共栓付褐色ガラス製試験管(暗所対照用)に、上部空隙のないように分注し、光照射装置内の光源から 20 cm の位置に静置した。試料設置台には冷却水を循環させ、試料溶液の温度を約 25℃に調節した。試験中の光照射は連続で実施した。また暗所対照区の試料は 25℃に設定した恒温槽内に静置した。照射開始 4 時間後、8 時間後、12 時間後、24 時間後、36 時間後及び 48 時間後に 2 個の試料容器を取り出し、分析に供した。各試料は採取後、速やかに 2 mL を試験管にとり、等量のメタノールで希釈したのち、高速液体クロマトグラフ質量分析計 (HPLC/MS)を用いて分析した。

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。

試験結果： 滅菌河川水中におけるフルアジナムは光照射に伴い分解し、光照射 48 時間後の残存率は 15%であり、その半減期は 18.1 時間であった。一方、暗所対照群の被験物質濃度についても経時的な減衰傾向が認められ、48 時間後の残存率は 70%であり、その半減期は 135.9 時間であった。光照射区における濃度減衰は、暗所対照区における濃度減衰に比べ明らかに速いことから、滅菌河川水中のフルアジナムは光分解することが明らかになった。

本試験において得られた推定半減期 (DT_{50} lab)並びに試験条件における放射照度 (300 ~400 nm、I300-400)および東京における春 (4~6 月)の 300~400 nm における太陽光放射照度 (I_s)を基に、自然太陽光下における滅菌河川水中のフルアジナムの半減期 (DT_{50} sun)を推定した結果、半減期は 64.0 時間であった。

表 1. フルアジナムの河川水中での速度定数 (k)、相関係数 (R^2)及び半減期 ($t_{1/2}$)

	k (日 ⁻¹)	R^2	$t_{1/2}$ (時間)	太陽光換算 半減期 (時間)
光照射区	0.0383	0.990	18.1	64.0
暗所対照区	0.0051	0.583	135.9	—

表 2. フルアジナムの河川水中での測定結果

経過日数	光照射区		暗所対照区	
	濃度 (mg/L)	残存率 (%)	濃度 (mg/L)	残存率 (%)
0	0.0507	100	—	—
4	0.0390	77	0.0434	86
8	0.0326	64	0.0396	78
12	0.0278	55	0.0390	77
24	0.0165	33	0.0432	85
36	0.0116	23	0.0367	72
48	0.0077	15	0.0357	70

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

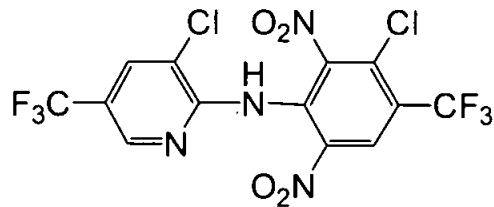
9.4.4 フルアジナムの自然水中における光分解(資料 No. M-4.4)

試験機関

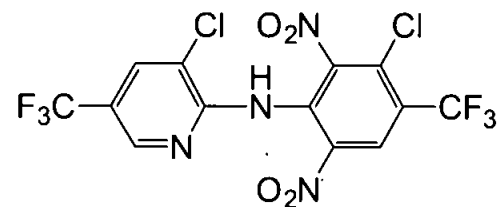
報告書作成年 2004年 [GLP 対応]

供試標識化合物

¹⁴C -フルアジナム



¹⁴C -フルアジナム



標識位置： [¹⁴C]

[¹⁴C]

ロット番号：

比放射能：

放射化学的純度：

化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

水溶解度： 1.7 mg/L (pH 6.8)

供試水： 自然水 (米国オハイオ州コンコルド市の自然池より、2004年5月25日に採取、pH 7.6)
自然水は使用前にろ過滅菌フィルター (0.2 μ m)を通して滅菌した。

光源： キセノン光照射装置 (サンテスト XLS+)、Atlas Electric Devices Co.
キセノンショートアークランプ
光強度 23.52 W/m² (250~750 nm)
特殊 UV ガラスフィルター (UV Special Sprax[®])を装着 (290 nm 未満の放射紫外線をカット)

試験方法： 10.35 mg/L の濃度の 標識フルアジナム溶液 (アセトニトリル溶液)および
9.87 mg/L の濃度の 標識フルアジナム溶液 (アセトニトリル溶液)をそれぞれ調整した。これらを供試水で約 200 倍に希釈し、0.05 mg/L の濃度の溶液を調製した。この溶液の約 20 mL ずつを 20 mL 容共栓付石英ガラス試験管に、上部空隙のないように分注し、光分解装置内に静置した。二酸化炭素測定用の試料も同様に別途作成し、照射期間を通じて発生した二酸化炭素を水酸化ナトリウムトラップにて採集し

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

た。試料部位における放射照度の1時間あたりの積算値は、250～750 nm で 24 W/m² であった。試料設置台には冷却水を循環させ、試料溶液の温度を約 25℃ に調節した。試験中の光照射は連続で実施した。また暗所対照区の試料は共栓付褐色ガラス試験管を用いて同様に調製し、25℃ に設定した恒温槽内に静置した。照射開始後、経時的に試料容器を取りだし、分析に供した。各試料は既定時間照射後に取りだしアセトニトリルを加え 25 mL に希釈したのち、液体シンチレーションカウンター、高速液体クロマトグラフを用いて分析した。

試験結果： 標識体フルアジナムの滅菌河川水中における光照射 1 日後のフルアジナムの残存率は 43.6%、15 日後には検出限界以下であった。 標識体フルアジナムにおいても光照射 1 日後のフルアジナムの残存率は 41.6%、15 日後には検出限界以下であった。一方、暗所対照区のフルアジナムは、滅菌河川水中における 1 日後の残存率が 標識体で 83.1%、 標識体で 83.6% であった。

河川水中での光照射下におけるフルアジナムの半減期を、一次反応式より直線回帰式を求めて計算したところ、 標識体において 1.4 日 (R²=0.9592)、 標識体において 1.5 日 (R²=0.9614)、平均 1.45 日であった。

人工光源の光強度が、250～750 nm の波長の平均照度が 23.52 W/m² であったことから、東京における太陽光下での半減期は 0.377 日であると推定される。

これらの結果より、フルアジナムは河川水中において自然光の存在下、きわめて速やかに光分解を受け消失することが確認された。

表 1. フルアジナムの自然水中での光照射下における速度定数 (k)、相関係数 (R²)及び半減期 (t_{1/2})

	k (日 ⁻¹)	R ²	t _{1/2} (日)	太陽光換算 半減期(日)
¹⁴ C -フルアジナム	0.5023	0.9592	1.4	0.377
¹⁴ C -フルアジナム	0.4687	0.9614	1.5	

暗対照区の数値定数 (k)、相関係数 (R²)及び半減期 (t_{1/2})

	k (日 ⁻¹)	R ²	t _{1/2} (日)
¹⁴ C -フルアジナム	0.1613	0.9867	4.3
¹⁴ C -フルアジナム	0.1694	0.9897	4.1

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。

表 2. ¹⁴C -フルアジナムの自然水中での光照射下における分解生成物

日	フルアジナム (A) % AR
0	101.8
0.33	90.4
1	43.6
2	36.8
3	12.4
7	3.1
15	nd

nd=検出せず

¹⁴C -フルアジナムの自然水中での暗対照区における分解生成物

日	フルアジナム (A) % AR
0	101.8
0.33	95.0
1	83.1
2	67.8
3	49.5
7	27.5
15	9.0

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 3. ^{14}C -フルアジナムの自然水中での光照射下における分解生成物

日	フルアジナム (A) % AR
0	100.8
0.33	85.6
1	41.6
2	26.9
3	17.3
7	3.6
15	nd

nd=検出せず

^{14}C -フルアジナムの自然水中での暗対照区における分解生成物

日	フルアジナム (A) % AR
0	100.8
0.33	90.6
1	83.6
2	62.5
3	48.1
7	28.0
15	7.6

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。

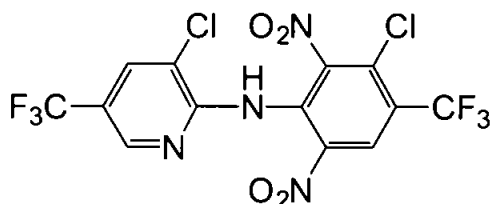
図 1. フルアジナムの自然水中における想定光分解経路

9.4.5 ガラス表面上における光分解 (資料 No. M-4.5)

試験機関

報告書作成年 1989年

標識化合物：¹⁴C -フルアジナム



標識位置： [-¹⁴C]

比放射能：

放射化学的純度：

化学名： 3-chloro-*N*-(3-chloro-5-trifluoromethyl-2-pyridyl)- α,α,α -trifluoro-2,6-dinitro-*p*-toluidine

試験方法： ガラス表面上における光分解を解放系及び放射性揮発物の捕集を目的とした密閉系の2つの方法で検討した。開放系では標識化合物のメタノール溶液 10 μ g をガラスプレート上 1cm² に塗布し、人工気象器コイトロン内の陽光ランプ下 30 cm (22000 ルクス) に静置した。光は 1 日 12 時間照射し、光照射時の温度を 27°C、非照射時の温度を 22°C に設定し、30 日間にわたって試験を実施した。

密閉系では同様に処理したガラスプレートを密閉系の光分解装置に入れ、ポリウレタン及び水酸化ナトリウム水溶液の捕集装置を取りつけ、コイトロン内に静置して 4 日又は 7 日後に分析に供試した。

分析はメタノールでガラスプレート及び光分解装置の内壁を洗浄し、液体シンチレーションカウンター (LSC) で全放射能を測定した。また、ポリウレタンはメタノールで抽出後、水酸化ナトリウム水溶液はそのまま LSC で放射能を測定した。分解物の同定は薄層クロマトグラフィー及び液体クロマトグラフィー (RI、UV) により、予想分解物標品とコクロマトグラフィーを行って実施した。

試験結果： 開放系ではガラス表面上の全放射能は 2 日後まで速やかに減少し、その後徐々に減少した。親化合物は 7 日後まで速やかに減少し、半減期は約 1.2 日であった。密閉系では回収された全放射能は 4 日後及び 7 日後とも約 95% であった。これらの内、ガラス表面上より回収された放射能は 4 日後で 76.9%、7 日後で 71.5% であり、その他のほとんどは光分解装置の内壁より回収された。ポリウレタン及び水酸化ナトリウム溶液より回収された放射能は極微量であった (それぞれ 0.1~0.2% 及び 0.2~0.6%)。密閉系においても親化合物の消失は速く、4 日後で 11.7%、7 日後で 8.5% 残留していた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

表 1. 解放系におけるガラス表面光分解 (%)

経過日数	0	1	2	4	7	14	21	30
フアジナム (A)	98.1	54.8	31.0	20.5	7.0	1.4	1.5	2.0

表 2. 密閉系におけるガラス表面光分解 (%)

	4 日後	7 日後
ガラス表面	76.9	71.5
フアジナム(A)	11.7	8.5
揮発物成分	17.8	23.6
容器内洗浄液	17.5	22.8
ポリウレタン捕集	0.1	0.2
NaOH 水溶液捕集	0.2	0.6
合計	94.7	95.1

9.5 生物濃縮性試験

9.5.1 生物濃縮性試験 (資料 No. M-5.1)

試験機関

報告書作成年 1994年 [GLP 対応]

被験物質: ^{14}C 又は ^{14}C 標識フルアジナム原体 (純度)

供試生物: ブルーギル・サンフィッシュ (*Lepomis macrochirus*)
各 120 匹、平均体長 6.1 ± 0.46 cm、平均体重 4.19 ± 0.83 g

試験方法: フルアジナム $1.0 \mu\text{g/L}$ の各標識濃度区と溶媒対照区を設定し、35 日間の取込期間と 21 日間の排泄期間を設けた。試験容器中の液量は 70 L とし、
標識では 379 mL/分 (546 L/日)、
標識では 315 mL/分 (454 L/日) の速さで注入する流水式にて行った。

試験液はアセトンの標準溶液を水で希釈して調製した。希釈水は汚染させていない深井戸水を用いた。

試験期間中、照明は 16 時間の日光光周期を維持し、給餌は水槽当り毎日 3g まで給餌した。

水温は $20 \sim 21^\circ\text{C}$ 、溶存酸素濃度は $6.0 \sim 8.6 \text{ mg/L}$ 、pH は $7.8 \sim 8.3$ を推移した。
魚は各日数 6 匹を採取し、3 匹ずつを魚全体と部位ごとに分析した。試料は凍結保存したものをドライアイスと共にホモジナイズし、秤量した後に燃焼させて ^{14}C 残留量を分析した。

試験結果:

1. 標識フルアジナム

(1) 魚体全体中の被験物質濃度

試験区 ($\mu\text{g/kg}$)	取込期間 (日)								
	0	0.17	1	3	7	14	21	28	35
処理区	—	39	190	290	340	480	580	790	720

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	排泄期間 (日)					
	1	3	7	10	14	21
処理区	460	360	290	260	160	160

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。

(2) 試験水中の被験物質濃度

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	取込期間 (日)								
	0	0.17	1	3	7	14	21	28	35
処理区	0.86	0.47	0.32	0.65	0.63	0.69	0.68	0.88	0.74

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	排泄期間 (日)					
	1	3	7	10	14	21
処理区	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL

MQL=0.078 $\mu\text{g/L}$

(3) 魚体全体中の濃縮係数

BCF_{ss}

試験区 (mg/L)	魚体中濃度 (C _f) (取込 35 日)	水中濃度 (C _w)	濃縮係数 (BCF _{ss})
処理区	720 $\mu\text{g/kg}$	0.66 $\mu\text{g/L}$	1090

BCF_k

試験区 (mg/L)	取込速度定数 (k ₁)	排泄速度定数 (k ₂)	濃縮係数 (BCF _k)
処理区	117 \pm 8	0.11 \pm 0.01	1018 \pm 96

(4) 観察

全試験期間を通じて、薬剤処理区及び溶媒対照区ともコイは正常に生育し、死亡または異常な挙動を示す個体は認められなかった。

2. 標識フルアジナム

(1) 魚体全体中の被験物質濃度

試験区 ($\mu\text{g/kg}$)	取込期間 (日)								
	0	0.17	1	3	7	14	21	28	35
処理区	—	46	230	390	390	570	470	670	740

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	排泄期間 (日)					
	1	3	7	10	14	21
処理区	470	370	240	210	170	150

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。

(2) 試験水中の被験物質濃度

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	取込期間 (日)								
	0	0.17	1	3	7	14	21	28	35
処理区	1.0	0.58	0.80	0.89	0.77	0.67	0.69	0.80	0.74

試験区 ($\mu\text{g/L}$)	排泄期間 (日)					
	1	3	7	10	14	21
処理区	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL	<MQL

MQL=0.078 $\mu\text{g/L}$

(3) 魚体全体中の濃縮係数

BCF_{ss}

試験区 (mg/L)	魚体中濃度 (C _f) (取込 35 日)	水中濃度 (C _w)	濃縮係数 (BCF _{ss})
処理区	740 $\mu\text{g/kg}$	0.77 $\mu\text{g/L}$	960

BCF_k

試験区 (mg/L)	取込速度定数 (k ₁)	排泄速度定数 (k ₂)	濃縮係数 (BCF _k)
処理区	114 ± 5.1	0.14 ± 0.01	827 ± 60

(4) 観察

全試験期間を通じて、薬剤処理区及び溶媒対照区ともコイは正常に生育し、死亡または異常な挙動を示す個体は認められなかった。

代謝分解のまとめ

フルアジナムの動物、植物、土壌及び水中等における代謝、分解、残留の要約は下記のとおりであり、代謝分解経路及び結果の概要を示す。

◆ 動物 (ラット)

① 血中濃度推移

血液中の最高濃度は、低用量群ではバラツキが認められたものの投与後 2~6 時間に、高用量群では 6~10 時間にみられた。(資料 No. M-1.5, M-1.6 及び M-1.8)

半減期は、低用量群においては、資料 No. M-1.5 及び M-1.6 の試験では投与後 24 時間までは 12.8~15.3 hr、48 時間から 168 時間まででは 73.3~74.7 hr、資料 No. M-1.8 の試験では投与後 18 時間までで、4.5~5.4 hr、それ以降で 39~42 hr であった。また高用量では、資料 No. M-1.5 及び M-1.6 の試験においては投与後 24 時間までは 25.5~54.7 hr、48 時間から 168 時間まででは 54.7~61.3 hr、資料 No. M-1.8 の試験では二相性にはならず 27~32 hr であった。また AUC は低用量群で 0.90~1.82 $\mu\text{g}\cdot\text{hr}/\text{mL}$ 、高用量群で 95.2~162.1 $\mu\text{g}\cdot\text{hr}/\text{mL}$ であった。(資料 No. M-1.5, M-1.6 及び M-1.8)

② 吸収排泄

薬剤投与後 48 ないし 72 時間までに尿、糞及び胆汁中へ夫々投与量の 1~18%、39~68% 及び 16~44% が排泄された。(資料 No. M-1.2, M-1.11, M-1.13 及び M-1.14)

また呼気中へは 3 日後までに 0.1% 以下しか排泄されなかった。(資料 No. M-1.1 及び M-1.7)
吸収率は 29~49% であった。(資料 No. M-1.2, M-1.11, M-1.13 及び M-1.14)

③ 組織中分布

組織中の残留は性別、標識位置に関係なく、脂肪、肝臓、腎臓中で高かったが、その他の組織では低用量群で 0.008 ppm 以下、高用量群で 0.6 ppm 以下であった (資料 No. M-1.1 及び M-1.9)。各組織中濃度の血漿濃度に対する比では、甲状腺、肝臓、腎臓、副腎、脂肪、腸間膜リンパ節、皮膚および卵巣で、血漿よりも高い濃度で推移した。また、血液、ハーダー腺、心臓、胃及び大腸において一部の時間で血漿よりも高い濃度となった。(資料 No. M-1.6)

④ 反復投与試験

単回投与試験と比較して、排泄経路及び排泄率ともに単回投与と同様な傾向を示した。また、各組織の濃度および消失、各組織中濃度の血漿濃度に対する比にほとんど差は認められなかった。(資料 No. M-1.6 及び M-1.10)

⑤ 代謝物

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は石原産業株式会社にある。

◆ 動物 (ヤギ及びニワトリ)

① ヤギ

ヤギの雌における代謝 (GLP 試験)では、主要な排泄経路は糞で 73~75%が糞 (含消化管内容物)へ排泄された。また尿からは 9~12%が排泄された。乳汁には 0.3~0.6%が含まれ、可食部には合計 1.7~2.2%が残留していた。

(資料 No. M-15)

③ ニワトリ

ニワトリの雌における代謝 (GLP 試験)では、放射能の大部分 (111~113%)が排泄物中へ排泄された。体内には合計 2.6~2.9%が残留しており、うち卵中には 0.4~0.6%が含まれていた。

(資料 No.

M-16)

◆ 植物 (いんげん、ぶどう、ばれいしょ、らっかせい、りんご)

① いんげん

結実初期のいんげんの葉表面及び莢に ^{14}C -フルアジナムを処理した場合、処理部位から他の部位への移行は極めて少なかった。収穫期 (処理後 35~42 日)における放射能の分布は、処理葉 95% (対植物体中放射能%)、処理莢 5%、非処理葉 0.1%、子実及び根部は 0.1%以下であった。土壌処理の場合も植物体への移行量は少なく、収穫期における吸収量は処理量の 2%以下であり、子実部中の放射能は 0.01~0.04 ppm (フルアジナム換算濃度)であった。

(資料 No. M-2.3)

④ ぶどう

ぶどうに ^{14}C -フルアジナムを処理した場合、収穫期 (処理 21 日後)のぶどう果実中の放射能

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。

は 1.44 ppm (フルアジナム換算濃度)であり、その 31%が親化合物であった。(資料 No. M-2.4)

ぶどうにおける再試験 (GLP 試験)では、処理 71 日後に収穫を行い、果実中の放射能は 1.66 ~1.69 ppm (フルアジナム換算濃度)であった。その内親化合物は 0.19~0.36 ppm (果実中放射能の 11.4~21.3%)であった。

(資料 No. M-2.6)

ワイン分析 (GLP 試験)では、上記試験のぶどう房をワイン発酵したところ、自然流出ワインの放射能濃度は 0.41~0.54 ppm、圧搾ワイン中の放射能濃度は 0.73 ppm であった。

(資料 No. M-2.7)

③ ばれいしょ

ポット試験 (GLP 試験)では、¹⁴C-フルアジナムを茎葉処理した場合、処理 6 又は 7 日後の塊茎中の放射能は 0.025 ppm 以下 (フルアジナム換算濃度)であった。その内親化合物は 0.001 ppm 以下 (塊茎中放射能の 2.3~5.9%)であった。

(資料 No. M-2.8)

圃場試験 (GLP 試験)では、¹⁴C-フルアジナムを茎葉処理した場合、ばれいしょ中の総残留放射能は 0.069~0.072 ppm であった。

(資料 No. M-2.9)

④ らっかせい

ポット試験 (GLP 試験)では、らっかせい子実中の総残留放射能は最高 1.22 ppm であった。放射能はスクロース、脂肪酸及びタンパク質中へ組み込まれており、フルアジナム又は基本構造を有する代謝物は未検出であった

(資料 No. M-2.10)

⑤ りんご

圃場試験 (GLP 試験)では、りんご中の総残留放射能は 1.9~2.8 ppm であった。主要残留成分はフルアジナム(A)であり、

(資料 No. M-2.11)

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。

◆ 土壌

フルアジナムは畑状態の土壌中 (20℃)では半減期が約 48~165 日で分解し、

一方、湛水土壌中では分解が非常に速やかで半減期は 4 日であり、

フルアジナムのアミノ

基のブリッジの開裂は重要な分解反応でないが、処理 1 年後までに 4.7~6.3%の CO₂(M)が発生した。また、土壌結合性放射能は 1 年の間漸増した。(資料 No. M-3.1)

フルアジナムの土壌中での移行性は非常に小さく、土壌薄層プレートを用いてアトラジンとの溶脱距離を比較した試験では、アトラジンの溶脱距離が 6~11 cm に対してフルアジナムは 1 cm 以下であった。(資料 No. M-3.2)

また、土壌カラム溶脱試験では処理放射能の大部分 (処理量の約 85%)が 0~5 cm 層に留まり、溶出液中に検出された放射能は 1%以下であった。(資料 No. M-3.3)

フルアジナムの土壌への吸着性は非常に高く、OECD 分類のタイプ 2、3、4、5 及び 7 に相応する 5 土壌 (火山灰土壌含む)を用いた場合の K_d 値は 53.4~136.7、K_{oc} 値は 1409~4591、K_F 値は 20.9~123.0、K_{Foc} 値は 950~2711 であった。(資料 No. M-3.4)

また、腐植質火山灰土壌の茨城土壌及び鉱質土壌の安城土壌を用いた場合の K_{oc} 値は茨城土壌で 11200~15600、安城土壌では 11600~12800 であった。(資料 No. M-3.5)

◆ 水中加水分解

フルアジナムは酸性水溶液中では非常に安定 (28 日後で処理量の 90%以上残存)であるが、アルカリ性条件下では速やかに分解し、

(資料 No. M-4.1)

◆ 水中光分解

太陽光による殺菌水中での光分解では、フルアジナムはいずれの pH でも速やかに分解 (半減期 3 日以下)し、

(資料 No. M-4.2)

人工光での滅菌河川水中における光分解では、フルアジナムは速やかに分解し半減期は 18.1 時間、東京における太陽光下での換算半減期は 64.0 時間と推定された (資料 No. M-4.3)。また、滅菌自然水中における光分解では、半減期は 1.45 日であり、東京における太陽光下での換算半減期は 0.377 日と推定された。

(資料 No. M-4.4)

◆ ガラス上光分解

陽光ランプによるガラス表面上での光分解では、フルアジナムは開放系、密閉系いずれの方法でも速やかに分解し、

(資料 No. M-4.5)

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。

動植物体内及び土壌中におけるフルアジナムの代謝経路

代謝物及び変化生成物の分布例

代謝分解物		A 707シナム
ラット 高用量 単回	雌尿 % ¹⁾	ND
	雌糞 % ¹⁾	10.3
ラット 胆汁 排泄	雌胆汁 % ¹⁾	ND
ラット 低用量 単回	雄糞 % ¹⁾	7.64
	雌糞 % ¹⁾	2.13
ラット 高用量 単回	雄糞 % ¹⁾	45.13
	雄尿 % ¹⁾	ND
	雌糞 % ¹⁾	54.93
	雌尿 % ¹⁾	ND
ラット 低用量 反復	雄糞 % ¹⁾	27.47
	雄尿 % ¹⁾	ND
	雌糞 % ¹⁾	36.83
	雌尿 % ¹⁾	ND
動物	雄糞 % ¹⁾	24.87
	雄尿 % ¹⁾	ND
	雄胆汁 % ¹⁾	ND
	雌糞 % ¹⁾	45.42
	雌尿 % ¹⁾	ND
	雌胆汁 % ¹⁾	ND
	雄糞 % ¹⁾	27.59
	雄尿 % ¹⁾	ND
	雄胆汁 % ¹⁾	ND
	雌糞 % ¹⁾	35.64
	雌尿 % ¹⁾	ND
	雌胆汁 % ¹⁾	ND
ラット 高用量 胆汁 排泄		

代謝物及び変化生成物の分布例 (続き)

代謝分解物		A 707ジナム
動物	ヤギ	肝臓% ²⁾ ppm
		腎臓% ²⁾ ppm
		筋肉% ²⁾ ppm
		脂肪% ²⁾ ppm
		乳汁% ²⁾ ppm
		胆汁% ²⁾ ppm
		尿 % ³⁾ ppm
		肝臓% ²⁾ ppm
		腎臓% ²⁾ ppm
		筋肉% ²⁾ ppm
		脂肪% ²⁾ ppm
		乳汁% ²⁾ ppm
		胆汁% ²⁾ ppm
		尿 % ³⁾ ppm

代謝物及び変化生成物の分布例 (続き)

代謝分解物		A 7M7シム
動物	肝臓% ⁴⁾ ppm	2.74 0.027
	腎臓% ⁴⁾ ppm	<1.00 <0.010
	筋肉% ⁴⁾ ppm	1.13 <0.010
	脂肪% ⁴⁾ ppm	2.21 0.020
	卵白% ⁴⁾ ppm	<1.00 <0.010
	卵黄% ⁴⁾ ppm	1.53 0.018
	肝臓% ⁴⁾ ppm	2.65 0.022
	腎臓% ⁴⁾ ppm	1.64 <0.010
	筋肉% ⁴⁾ ppm	<1.00 <0.010
	脂肪% ⁴⁾ ppm	2.10 0.020
	卵白% ⁴⁾ ppm	<1.00 <0.010
	卵黄% ⁴⁾ ppm	<1.00 <0.010
	処理菜% ⁶⁾ ppm	88.4
	処理菜% ⁶⁾ ppm	1.4
	根 部% ⁶⁾ ppm	1.8
	茎 菜% ⁶⁾ ppm	0.2
	処理菜% ⁷⁾ ppm	72.1
	処理菜% ⁷⁾ ppm	6.2
	根 部% ⁸⁾ ppm	5.0
	茎 菜% ⁸⁾ ppm	1.3
植物	いんげん 成熟 植物	

代謝物及び変化生成物の分布例 (続き)

代謝分解物		A 7M7ジナム
ぶどう	果肉% ⁹⁾ ppm	23.4 0.30
	果肉% ⁹⁾ ppm	37.7 0.61
	種子% ⁹⁾	0.1
	果実% ¹⁰⁾ ppm	21.3 0.36
	果実% ¹⁰⁾ ppm	11.4 0.19
	圧搾% ppm	<1.4 <0.01
	圧搾% ppm	<1.4 <0.01
	自然流出% ppm	<2.4 <0.01
	自然流出% ppm	<1.9 <0.01
	塊茎% ¹¹⁾ ppm	2.3 0.0003
ばれいしよ (ポット)	塊茎% ¹²⁾ ppm	5.9 0.0015
	塊茎皮% ppm	3.6 0.003
	塊茎皮% ppm	3.9 0.004
	茎葉% ppm	7.4 1.9
らつかせい	干実% ppm	ND
	殻% ppm	ND
	茎葉% ppm	7.5 2.3
	種子% ppm	ND
	殻% ppm	9.3 0.40
りんご	果実% ppm	36.66 0.688
	果実% ppm	44.77 1.254

代謝物及び変化生成物の分布例 (続き)

代謝分解物		A 707ジナム	
土壌	20℃	% ¹³⁾	48.0
	10℃	% ¹³⁾	67.8
	20℃	% ¹⁴⁾	77.6
	20℃	% ¹⁵⁾	6.2
加水分解	pH5	28日 % ¹⁶⁾	92
		28日 % ¹⁶⁾	95
	pH7	28日 % ¹⁶⁾	63
		10日 % ¹⁶⁾	91
	pH9	28日 % ¹⁶⁾	13
		28日 % ¹⁶⁾	6
光分解	pH5	3日 % ¹⁶⁾	23
		9日 % ¹⁶⁾	8
	蒸留水	3日 % ¹⁶⁾	19
		9日 % ¹⁶⁾	5
	pH9	30日 % ¹⁶⁾	8
		9日 % ¹⁶⁾	30
	自然水	1日 % ¹⁶⁾	43.6
		2日 % ¹⁶⁾	36.8
		15日 % ¹⁶⁾	ND
		1日 % ¹⁶⁾	41.6
		2日 % ¹⁶⁾	26.9
		15日 % ¹⁶⁾	ND
ガラス表面	4日 % ¹⁶⁾	12.6	
	7日 % ¹⁶⁾	9.1	

注) 1): 0~48時間ブール、対投与放射能に対する%
 2): 最終投与23時間後、試料中放射能に対する%
 3): ブール試料、試料中放射能に対する%
 4): 最終投与約6時間後、試料中放射能に対する%
 5): 葉面処理42日後、試料中放射能に対する%
 6): 土壌処理35日後、試料中放射能に対する%
 7): 用面処理35日後、試料中放射能に対する%
 8): 土壌処理28日後、試料中放射能に対する%
 9): 処理21日後、試料中放射能に対する%
 10): 処理71日後、試料中放射能に対する%
 11): 処理6日後、試料中放射能に対する%
 12): 処理7日後、試料中放射能に対する%
 13): 18Acres, 30日後、対処理量%
 14): Frensham, 30日後、対処理量%
 15): 18Acres, 14日後、対処理量%
 16): 対処理量%
 ND: 検出されず、一: 該当せず、空欄: 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。

[附] 開発年表

フルアジナムの開発年表