

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### III. 土壌中動態試験

#### 1. 好氣的湛水土壌中動態試験

(資料No. 動態1)

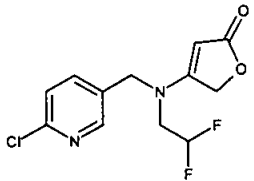
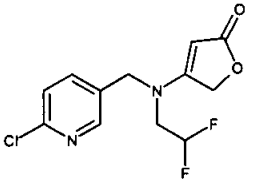
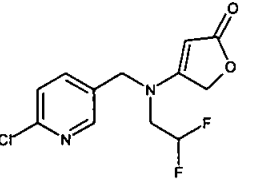
試験機関:

[GLP 対応]

報告書作成年: 2011 年

#### 【供試標識化合物】

次の3種類の標識体を使用した。

標識体名	<sup>14</sup> C 標識 フルピラジフロ ン (以下、 標識体)	<sup>14</sup> C 標識 フルピラジフロ ン (以下、 標識体)	<sup>14</sup> C 標識 フルピラジフロ ン (以下、 標識体)
構造式	 *: 標識位置	 *: 標識位置	 *: 標識位置
化学名	4-[(6-クロロ-3-ピリジルメチル)(2,2-ジフルオロエチル)アミノ]フラン-2(5H)-オン		
比放射能	MBq/mg ( μ Ci/mg)	MBq/mg ( μ Ci/mg)	MBq/mg ( μ Ci/mg)
放射化学的純度	( %)	% ( ), % ( )	( %)

#### 【供試土壌】

本試験では、次に示す水田土壌1種類を使用した。

土壌採取国	イタリア	
土壌採取地	Pavia 州 Sartirana Lomellina の水田圃場	
試験土壌名	SL	
土性	USDA 区分	砂壤土
	砂 (50μm~2 mm)	63%
	シルト (2μm~50μm)	27%
	粘土 (<2μm)	10%
有機炭素含有量		2.0%
陽イオン交換容量		7.3 meq/100 g
pH	H <sub>2</sub> O (土壌/水=1/1)	5.9
	CaCl <sub>2</sub> (土壌/CaCl <sub>2</sub> =1/2)	5.6
	KCl (土壌/LCl=1/1)	5.3
容水量 (WHC, 0.33bar, pF2.5)		13.5%
土壌微生物活性	試験開始時 (処理溶媒無し)	10.83 mg CO <sub>2</sub> /h/kg 土壌
	試験終了時 (処理溶媒無し)	11.25 mg CO <sub>2</sub> /h/kg 土壌
	試験終了時 (処理溶媒有り)	14.58 mg CO <sub>2</sub> /h/kg 土壌

採取した供試土壌を粒径 2mm の篩に通した。

## 【試験方法】

### 処理量の設定根拠及び試験土壤中濃度

想定圃場処理量 640g 有効成分/ha が土壌層 10cm (かさ比重 1.0) に均一に分布したと仮定し、試験土壤中濃度として 0.64 mg 有効成分/kg を設定した。

### 試験系の調製及び土壌への処理

乾土重 100g の試験土壌を円筒形フラスコに入れ土壌層を約 5cm とした。この土壌を暗所 (25±2℃) で 3 日間培養した後に、100mL の脱イオン水で湛水状態とした (湛水深: 約 3.5cm)。還元層 (酸化還元電位  $E_H < 200\text{mV}$ ) を形成するために暗所 (25±2℃) で 14 日間静置した。

各標識体を別個にメタノール 16mL に溶解し、処理溶液とした。所定量の各処理溶液をピペットで水面に滴下し、土壌及び水を振とう後に酸素透過性の揮発性物質捕集器 (ソーダ石灰及びポリウレタンフォームを含有、以下トラップ) を接続し、最長 178 日間にわたって培養した。なお、試験系の培養は 25±2℃ の暗条件下で行われた。

### 試料採取

下表に示す試料採取時点において、標識体毎に 2 連の試料 (土壌、水、トラップ: ソーダ石灰及びポリウレタンフォーム) を採取した。また、処理直後 (第 0 日) を除く同採取時点で水層及び土壌層の酸化還元電位、水層の pH 値及び溶存酸素濃度を測定した。

試料採取時点: 処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、3、7、14、28、59、100 及び 178 日

なお、土壌試料及び上澄み液 (水試料) の採取は遠心分離により行った。

### 分析試料の抽出処理

#### 水試料

水層の放射性二酸化炭素測定のため、水試料を遠心分離して上澄み液を採取し、沈殿は土壌試料と合わせた。各採取時点 (第 0 日を除く) の上澄み液中の放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、窒素で氷冷した液体シンチレーションカクテル (LSC カクテル) にパージした。

また水試料は分解物プロファイルの検討に直接供した。

#### 土壌試料

遠心分離後の土壌試料に、室温条件下で (1) 80mL のアセトニトリル/水混合液 (70/30 v/v) による振とう抽出 (3 回、各 30 分間) 処理、次いで (2) 80mL のアセトニトリルによる 1 回振とう抽出 (30 分間) 処理を行った。それぞれを合わせて抽出物 (コード SO) とし、放射能測定及び分解物プロファイルの検討に供した。

その後、振とう抽出後の土壌に (3) 80mL のアセトニトリル/水混合液 (70/30 v/v) を用いたマイクロ波抽出処理 (70℃、10 分間、抽出物 SH1)、次いで (4) 80mL のメタノールによるマイクロ波抽出処理 (60℃、10 分間、抽出物 SH2) を行い、これらマイクロ波抽出物を振とう抽出物と合わせた後に濃縮し、分解物プロファイルの検討に供した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### トラップ（ソーダ石灰及びポリウレタンフォーム）

ソーダ石灰中に捕集された放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、窒素で氷冷した LSC カクテルにページした。

ポリウレタンフォーム中に捕集された揮発性物質を 50mL の酢酸エチルで振とう抽出し、抽出物を放射能測定に供した。

### 試料中放射能の測定

液体試料中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター（LSC）で行った。固形試料は粉碎後にオキサダイザーで燃焼させ、生成した放射性二酸化炭素を液体シンチレーションカクテルに捕集し、放射能を LSC で測定した。

### 分解物の定量、同定及び特徴付け

分解物の定量は放射線検出器付き逆相高速液体クロマトグラフ（逆相 HPLC）で行った。

親化合物の同定及び特徴付けは、まず逆相 HPLC 及び薄層クロマトグラフィー（TLC、Merck Si60, F254）において認証済標準品とのコクロマトグラフィーで行い、次いで液体クロマトグラフィー/マススペクトロメトリー（HPLC-MS 及び HPLC-MS/MS）により確認した。

分解物の特徴付けは、クロマトグラフィーでの保持時間の比較で行われた。

放射性二酸化炭素の同定（バリウムイオンによる沈積）は、後述するとおり生成量が極微量であったため行われなかった。

### 分解速度の算出

フルピラジフロンの試験系（全体：水層及び土壌層の合計）及び水層における分解速度を、SFO（Simple First-Order）、FOMC（First-Order Multi-Compartment）及び DFOP（Double First-Order in Parallel）のモデルを用いて算出した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## 【試験結果】

試験系の放射能分布及び物質収支（表 1～表 4）

標識体毎の物質収支を表 1 に示す。また、標識体（ 標識体、 標識体及び  
標識体）毎の放射能分布をそれぞれ表 2～表 4 に示す。

試験期間全体の物質収支（平均値）は、処理放射能（以下、AR）に対して 99.3%（ 標識体）～101.2%（ 標識体）と良好であり、また個々の採取時点での物質収支はいずれも 96%AR 以上であった（表 1）。

各標識体の試験系とも処理放射能の急速な水層から土壌層への移行が認められ、水層放射能は第 0 日の 92.1%AR（ 標識体）～94.1%AR（ 標識体）から第 178 日の 0.8%AR（ 標識体）～1.3%AR（ 標識体）へと減少した。

抽出可能な土壌層分布放射能は、第 0 日の 6.4%AR（ 標識体）、7.7%AR（ 標識体）及び 8.9%AR（ 標識体）から増加して第 28 日又（ 標識体：84.9%AR 及び  
FUR 標識体：86.6%AR）は第 59 日（ 標識体：86.7%AR）に最大値となり、その後は軽度に減少して試験終了時点（第 178 日）に 80.5%AR（ 標識体）、76.7%AR（ 標識体）及び 81.5%AR（ 標識体）となった。

揮発性有機物質の生成量は、標識体及び各採取時点とも 0.1%AR 未満であった。

また、経時的な抽出残渣（Non-Extractable Residue, NER）及び放射性二酸化炭素の増加が認められ、いずれも処理後第 178 日に最大値となった。

しかしながら抽出残渣の最大生成量は 17.7%AR（ 標識体）～18.4%AR（ 標識体）と 20%AR 未満であり、また放射性二酸化炭素の最大生成量は 0.2%AR（ 標識体）～0.9%AR（ 標識体）と低かったため、抽出残渣の特徴付け及び放射性二酸化炭素の同定は行われなかった（表 2～表 4）。

表 1：試験系における標識体毎の物質収支（表中の値は%AR）

	平均値（±RSD）	最小値	最大値
標識体	99.3%±1.3%	96.4%（第 3 日）	101.1%（第 7 日）
標識体	99.5%±2.7%	96.1%（第 178 日）	104.8%（第 1 日）
標識体	101.2%±1.3%	97.9%（第 7 日）	102.9%（第 100 日）

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 2: 標識体を処理した試験系での放射能分布及び物質収支 (表中の値は%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)									
		0	1	3	7	14	28	59	100	178	
揮発性放射能	$^{14}\text{CO}_2$	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.4	0.6
	揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	合計	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.4	0.6
試験系全体の抽出性放射能	水層	93.8	41.9	38.6	23.0	10.7	6.2	2.3	1.2	0.9	
	土壌層	振とう抽出物 SO	5.6	53.3	51.8	67.4	70.5	72.1	71.1	67.7	62.9
		マイクロ波抽出物 SH1	0.7	2.2	3.3	5.4	8.0	9.6	9.6	10.6	12.9
		マイクロ波抽出物 SH2	<0.1	0.6	1.1	1.9	2.8	3.3	3.6	3.9	4.7
		土壌抽出物 (計)	6.4	56.1	56.2	74.6	81.4	84.9	84.4	82.3	80.5
水層及び土壌層 (計)	100.2	98.1	94.8	97.7	92.0	91.1	86.7	83.5	81.4		
抽出残渣 (NER)		<0.1	0.9	1.6	3.5	6.8	9.1	12.5	14.6	18.4	
物質収支		100.2	98.9	96.4	101.1	98.8	100.2	99.4	98.4	100.3	

N.A.: 測定せず。

表 3: 標識体を処理した試験系での放射能分布及び物質収支 (表中の値は%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)									
		0	1	3	7	14	28	59	100	178	
揮発性放射能	$^{14}\text{CO}_2$	N.A.	0.1	0.1	0.1	0.2	0.6	0.8	0.8	0.9	
	揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
	合計	N.A.	0.1	0.1	0.1	0.2	0.6	0.8	0.8	0.9	
試験系全体の抽出性放射能	水層	94.1	33.2	17.9	18.6	12.5	3.1	1.6	1.3	0.8	
	土壌層	振とう抽出物 SO	6.9	66.7	73.5	67.6	66.4	73.2	68.9	65.5	58.8
		マイクロ波抽出物 SH1	0.7	2.6	5.0	6.0	7.7	10.0	11.2	10.0	11.8
		マイクロ波抽出物 SH2	<0.1	0.8	1.7	2.0	2.9	3.4	4.3	4.4	6.1
		土壌抽出物 (計)	7.7	70.1	80.3	75.6	77.0	86.6	84.5	79.9	76.7
水層及び土壌層 (計)	101.8	103.3	98.2	94.2	89.4	89.7	86.1	81.2	77.4		
抽出残渣 (NER)		<0.1	1.4	2.8	4.0	7.2	10.6	12.4	14.5	17.7	
物質収支		101.8	104.8	101.0	98.3	96.7	100.8	99.3	96.5	96.1	

N.A.: 測定せず。

表 4: 標識体を処理した試験系での放射能分布及び物質収支 (表中の値は%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)									
		0	1	3	7	14	28	59	100	178	
揮発性放射能	$^{14}\text{CO}_2$	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.2
	揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	合計	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.2
試験系全体の抽出性放射能	水層	92.1	45.9	21.5	20.3	8.0	4.7	1.8	1.8	1.3	
	土壌層	振とう抽出物 SO	8.2	52.8	70.2	66.1	74.4	73.2	71.2	70.5	63.5
		マイクロ波抽出物 SH1	0.7	2.0	5.0	5.7	9.0	10.1	11.4	11.4	12.4
		マイクロ波抽出物 SH2	<0.1	0.6	1.6	2.2	3.1	3.4	4.1	4.7	5.5
		土壌抽出物 (計)	8.9	55.3	76.8	73.9	86.6	86.6	86.7	86.5	81.5
水層及び土壌層 (計)	101.1	101.2	98.4	94.2	94.6	91.4	88.5	88.4	82.8		
抽出残渣 (NER)		<0.1	0.8	2.5	3.7	7.6	9.5	13.2	14.4	17.7	
物質収支		101.1	102.0	100.9	97.9	102.2	100.9	101.8	102.9	100.7	

N.A.: 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

分解物の同定及び特徴付け

分解物として、未変化の親化合物【P】のみが同定された。

分解物プロファイル (表5~表7)

標識体 ( 標識体、 標識体及び 標識体) 毎の試験系全体、水中及び土壌中における分解物プロファイルを表5~表7に示す。

標識体、 標識体及び 標識体処理試験系の水層において、親化合物【P】は処理直後(第0日)に92.2%AR ( 標識体)、93.6%AR ( 標識体)及び90.9%AR ( 標識体)の量で認められ、水層から土壌層への処理放射能の移行とともにその水層での存在量が急速に減少した。

これに対応して、土壌層において親化合物【P】は第0日の6.4%AR ( 標識体)、7.5%AR ( 標識体)及び8.6%AR ( 標識体)から増加し、第14日又は第28日に最大値83.7%AR ( 標識体の第28日)及び85.7%AR ( R標識体の第28日、 標識体の第14日)に最大値となり、その後は軽度に減衰して試験終了時点(第178日)では80.5%AR ( 標識体)、76.6%AR ( 標識体)及び81.4%AR ( 標識体)となった。

標識体、 標識体及び 標識体処理の試験系全体(水層及び土壌層の合計)において、親化合物【P】は第0日にそれぞれ98.6%AR、101.1%AR及び99.6%AR認められ、試験終了時点(第178日)ではそれぞれ81.4%AR、77.4%AR及び82.3%ARへと減少した。

未変化の親化合物【P】以外に、水層及び土壌層で主要分解物は認められなかった。種類及び 種類の極めて微量な未同定分解物 ( 標識体及び 標識体： 標識体： )が認められたが、その試験系全体での生成量はであった。

表5： 標識体の分解物プロファイル (表中の数値は%AR、n=2の平均値)

分解物	試料	処理後日数(日)									
		0	1	3	7	14	28	59	100	178	
親化合物【P】	水層	92.2	41.3	38.2	22.9	10.6	6.2	2.3	1.2	0.9	
	土壌層	6.4	55.3	55.2	72.8	80.5	83.7	83.6	78.5	80.5	
	系全体	98.6	96.6	93.4	95.8	91.1	89.9	85.9	79.7	81.4	
抽出性放射能	水層										
	土壌層										
	系全体										
合計	水層	93.8	41.9	38.6	23.0	10.7	6.2	2.3	1.2	0.9	
	土壌層	6.4	56.1	56.2	74.6	81.4	84.9	84.4	82.3	80.5	
	系全体	100.2	98.1	94.8	97.7	92.0	91.1	86.7	83.5	81.4	
放射性二酸化炭素	系全体	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.4	0.6	
揮発性有機物質	系全体	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
抽出残渣(NER)	土壌層	<0.1	0.9	1.6	3.5	6.8	9.1	12.5	14.6	18.4	
総回収率	水層	93.8	41.9	38.6	23.0	10.7	6.2	2.3	1.2	0.9	
	土壌層	6.4	57.0	57.7	78.1	88.2	94.0	96.9	96.8	98.9	
	系全体	100.2	98.9	96.4	101.1	98.8	100.2	99.4	98.4	100.3	

N.A.: 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 6： 標識体の分解物プロファイル（表中の数値は%AR、n=2 の平均値）

	分解物	系	処理後日数（日）								
			0	1	3	7	14	28	59	100	178
抽出性放射能	親化合物【P】	水層	93.6	32.9	17.7	18.4	12.4	3.1	1.5	1.3	0.8
		土壌層	7.5	69.2	79.8	74.6	76.9	85.7	83.5	78.0	76.6
		系全体	101.1	102.2	97.5	93.0	89.3	88.8	85.0	79.3	77.4
	合計	水層	94.1	33.2	17.9	18.6	12.5	3.1	1.6	1.3	0.8
		土壌層	7.7	70.1	80.3	75.6	77.0	86.6	84.5	79.9	76.7
		系全体	101.8	103.3	98.2	94.2	89.4	89.7	86.1	81.2	77.4
	放射性二酸化炭素	系全体	N.A.	0.1	0.1	0.1	0.2	0.6	0.8	0.8	0.9
	揮発性有機物質	系全体	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	抽出残渣（NER）	土壌層	<0.1	1.4	2.8	4.0	7.2	10.6	12.4	14.5	17.7
	総回収率	水層	94.1	33.2	17.9	18.6	12.5	3.1	1.6	1.3	0.8
土壌層		7.7	71.5	83.1	79.6	84.1	97.1	96.9	94.4	94.4	
系全体		101.8	104.8	101.0	98.3	96.7	100.8	99.3	96.5	96.1	

N.A.：分析せず。

表 7： 標識体の分解物プロファイル（表中の数値は%AR、n=2 の平均値）

	分解物	系	処理後日数（日）								
			0	1	3	7	14	28	59	100	178
抽出性放射能	親化合物【P】	水層	90.9	45.3	21.3	20.0	7.9	4.6	1.5	1.6	0.9
		土壌層	8.6	55.1	76.5	72.8	85.7	85.3	85.1	83.6	81.4
		系全体	99.6	100.5	97.8	92.7	93.6	89.9	86.6	85.2	82.3
	合計	水層	92.1	45.9	21.5	20.3	8.0	4.7	1.8	1.8	1.3
		土壌層	8.9	55.3	76.8	73.9	86.6	86.6	86.7	86.5	81.5
		系全体	101.1	101.2	98.4	94.2	94.6	91.4	88.5	88.4	82.8
	放射性二酸化炭素	系全体	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.2
	揮発性有機物質	系全体	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	抽出残渣（NER）	土壌層	<0.1	0.8	2.5	3.7	7.6	9.5	13.2	14.4	17.7
	総回収率	水層	92.1	45.9	21.5	20.3	8.0	4.7	1.8	1.8	1.3
土壌層		9.0	56.1	79.3	77.7	94.2	96.2	99.9	101.0	99.2	
系全体		101.1	102.0	100.9	97.9	102.2	100.9	101.8	102.9	100.7	

N.A.：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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## 分解速度

被験物質フルピラジフロンの分解速度 (DT<sub>50</sub>値及びDT<sub>90</sub>値) を適合性が最良であった DFOP モデルで以下のとおり算出した。

### フルピラジフロンの分解速度

水田土壌 (砂壤土)		DT <sub>50</sub> 値 (day)	DT <sub>90</sub> 値 (day)
PYM 標識体	水層	0.4	17.2
	試験系 (水層+土壌層)	> 1000	> 1000
FUR 標識体	水層	0.6	17.6
	試験系 (水層+土壌層)	626.1	> 1000
ETH 標識体	水層	1.0	16.1
	試験系 (水層+土壌層)	> 1000	> 1000

## 分解経路

フルピラジフロンの好氣的湛水土壌中分解経路を次頁に示す。

親化合物フルピラジフロンは抽出残渣の形成と二酸化炭素となる鉱化作用の主分解反応を受けると考えられた。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

好氣的湛水土壤中でのフルピラジフロン【P】（コード BYI02960）の想定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### III. 土壌中動態試験

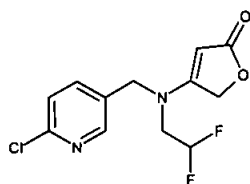
#### 2. 好氣的土壌中動態試験

(資料No.動態2)

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

#### 【供試標識化合物】

供試標識化合物（<sup>14</sup>C 標識体、以下 標識体とする。）：  
構造式：



比放射能： MBq/mg  
放射化学的純度： % ( )  
\*：標識位置

化学名：4-[[[(6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【供試土壌】

本試験では、次に示す土壌4種類を農地から採取して使用した。

土壌採取国		ドイツ			
試験土壌名 (略称)		Laacherhof AXXa (AX 土壌)	Hoefchen am Hohenseh 土壌 (HF 土壌)	Hanscheider hof (HN 土壌)	Dollendorf II (DD 土壌)
土性	USDA 区分	砂壤土	シルト質 壤土	壤土	埴壤土
	砂 (50µm~2 mm)	71%	19%	43%	37%
	シルト (2µm~50µm)	16%	62%	39%	34%
	粘土 (<2µm)	13%	19%	18%	29%
有機炭素含有量		1.2%	1.8%	2.3%	4.6%
陽イオン交換容量 (meq/100 g)		7.5	11.9	9.7	20.5
pH	H <sub>2</sub> O (土壌/水=1/1)	6.8	7.0	5.9	7.7
	CaCl <sub>2</sub> (土壌/CaCl <sub>2</sub> =1/2)	6.4	6.5	5.4	7.4
	KCl (土壌/KCl=1/1)	6.2	6.2	5.0	7.1
最大容水量 (%)		42.2	53.9	57.1	83.5
土 壌 微生物 活 性	試験開始時(*)	437	664	495	1908
	開始後 59 日(*)	283	468	371	1683
	開始後 120 日(*)	220	418	308	1375

(\*) : mg microbial carbon / kg soil

採取した供試土壌を粒径 2mm の篩に通した。

## 【試験方法】

### 処理量の設定根拠及び試験土壌中濃度

想定圃場処理量 200g 有効成分/ha が土壌層 2.5cm (かさ比重 1.5) に均一に分布したと仮定し、試験土壌中濃度として 0.533 mg 有効成分/kg を設定した。

### 試験系の調製及び土壌への処理

処理の 3 日前に乾土重 100g の試験土壌を三角フラスコに秤取り、最大容水量の 55% となるように水を添加してプレインキュベーションを行った。

アセトニトリル/水混合液 (1/1 v/v) に標識体を溶かした保存原液を蒸留水で希釈し、土壌表面に滴下した。処理後直ちに酸素透過性の揮発性物質捕集器 (ソーダ石灰及びポリウレタンフォームを含有、以下トラップ) を接続し、最長 120 日間にわたって  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  の暗条件下 (土壌水分量は最大容水量の 55%) で培養した。

### 試料採取

下表に示す試料採取時点において、2 連の試料 (土壌及びトラップ) を採取した。

試料採取時点: 処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、3、7、14、21、30、59 及び 120 日

### 分析試料の抽出処理

#### 土壌試料

室温条件下で 0.01M 塩化カルシウム水溶液による振とう抽出 (24 時間、 $20^\circ\text{C}$ 、土壌/水比=1/4) を 1 回行った。次いで室温抽出として① アセトニトリル/水混合液 (50/50 v/v、2 回)、② アセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、30 分間、1 回) 及び③ アセトニトリル (30 分間、1 回) の順で行い、各抽出物を合わせて室温抽出物とした。室温抽出後の過酷抽出として、更に土壌試料に  $70^\circ\text{C}$  のマイクロ波浴でアセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、10 分間、1 回) によるマイクロ波抽出を行った。

#### トラップ

ポリウレタンフォームを 50mL の酢酸エチル中でマイクロ波抽出し、放射能測定に供した。

ソーダ石灰中に捕集された放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、液体シンチレーション (LSC) カクテルにページした。

### 試料中放射能の測定

液体試料中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。抽出後の土壌試料は粉碎後にオキサダイザーで燃焼させ、生成した放射性二酸化炭素を液体シンチレーションカクテルに捕集し、放射能を LSC で測定した。

### 分解物の定量、同定及び特徴付け

抽出物中の分解物の定量は放射線検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC) で行った。0.01M 塩化カルシウム抽出物及び過酷抽出物は濃縮せずにそのまま、室温抽出物は濃縮後に HPLC に供した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

親化合物の同定及び特徴付けは、まず逆相 HPLC 及び薄層クロマトグラフィー (TLC、Merck Si60, F254) において認証済標準品とのコクロマトグラフィーで行い、次いで液体クロマトグラフィー/マススペクトロメトリー (HPLC-MS、HPLC-MS/MS) 及び液体クロマトグラフィー/核磁気共鳴分析 (HPLC-NMR) により確認した。

分解物の特徴付けは、クロマトグラフィーでの保持時間の比較で行われた。

放射性二酸化炭素の同定は、バリウムイオンで沈積させて行った。

#### 時間依存性吸着

培養期間の延長に伴う時間依存性吸着を測定するため、1/4 の土壌/水比で抽出した 0.01M 塩化カルシウム抽出物中の被検物質濃度から各採取時点での時間依存性吸着比 ( $R_{TDS}$ 、 $K_d$  値に相当) を算出した。

$$R_{TDS} = (\text{土壌抽出物中の被検物質濃度, ppm}) \div (\text{塩化カルシウム溶液中の被検物質濃度, ppm})$$

#### 分解速度の算出

フルピラジフロンの試験系における分解速度を、SOF ( Simple First-Order)、FOMC ( First-Order Multi-Compartment) 及び DFOP ( Double First-Order in Parallel) のモデルを用いて算出した。

【試験結果】

試験系の物質収支及び放射能分布 (表 1)

表 1 に各供試土壌 4 種類 (AX 土壌 : 砂壌土、HF 土壌 : シルト質壤土、HN 土壌 : 壤土、DD 土壌 : 埴壌土) における物質収支及び放射能分布を示す。

試験 4 土壌とも物質収支は高く、各採取時点の処理放射能 (AR) に対する物質収支は AX 土壌 (砂壌土) で 96.1~99.2%AR、HF 土壌 (シルト質壤土) で 96.1~101.1%AR、HN 土壌 (壤土) で 95.6~102.4%AR、DD 土壌 (埴壌土) で 97.2~101.3%AR の範囲にあった。

0.01M 塩化カルシウム水溶液による振とう抽出 (脱着操作)、室温抽出及び過酷抽出により土壌から回収された放射能 (抽出放射能) は、4 土壌とも経時的に減少した。120 日間の培養において、抽出放射能は AX 土壌 (砂壌土) で 97.8%AR (第 0 日) から 41.3%AR (第 120 日)、HF 土壌 (シルト質壤土) で 97.0%AR (第 0 日) から 29.3%AR (第 120 日)、HN 土壌 (壤土) で 99.1%AR (第 1 日) から 53.4%AR (第 120 日)、DD 土壌 (埴壌土) で 94.4%AR (第 0 日) から 31.5%AR (第 120 日) へととなった。

抽出放射能の経時的な減少に対して、未抽出放射能 (Non-Extractable Residue, NER) 及び放射性二酸化炭素の増加が認められた。

未抽出放射能は 4 土壌とも培養終了時 (第 120 日) の値が最も高かった。未抽出放射能の最高値は AX 土壌 (砂壌土)、HF 土壌 (シルト質壤土)、HN 土壌 (壤土) 及び DD 土壌 (埴壌土) でそれぞれ 12.6%AR、13.2%AR、16.8%AR 及び 12.5%AR であり、いずれも 20%AR 未満であった。

放射性二酸化炭素も 4 土壌とも培養終了時 (第 120 日) の値が最も高く、放射性二酸化炭素の最高値は AX 土壌 (砂壌土)、HF 土壌 (シルト質壤土)、HN 土壌 (壤土) 及び DD 土壌 (埴壌土) でそれぞれ 45.3%AR、58.6%AR、29.4%AR 及び 57.3%AR であった。

放射性二酸化炭素以外の揮発性物質は認められなかった。

表 1 : 物質収支及び放射能分布 (%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)										
		0	1	3	7	14	21	30	59	120		
AX 土壌 砂壌土	揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.3	1.4	4.7	10.8	15.4	20.2	32.3	45.3	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1 *	<0.1	
		合計	N.A.	0.3	1.4	4.7	10.8	15.4	20.2	32.4	45.3	
	土壌中放射能	抽出放射能	CaCl <sub>2</sub>	64.5	57.6	54.9	49.3	41.8	35.9	29.7	20.4	13.5
			室温抽出	32.6	37.8	35.5	37.3	35.2	35.0	33.1	28.2	23.3
			過酷抽出	0.6	1.1	1.8	2.3	3.0	2.9	3.4	4.4	4.5
			計	97.8	96.5	92.3	88.9	80.0	73.8	66.2	53.0	41.3
		未抽出放射能 (NER)	1.0	1.9	4.1	4.9	6.7	8.2	9.7	11.7	12.6	
	物質収支		98.8	98.7	97.8	98.5	97.6	97.5	96.1	97.1	99.2	

N.A. : 測定せず。\* 個別値が「0.1%AR、<0.1%AR」であり、平均値として「<0.1%AR」とした。

表 1 (続き) : 物質収支及び放射能分布 (%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)										
		0	1	3	7	14	21	30	59	120		
HF シルト質壤土	揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.3	1.7	5.3	11.8	17.0	23.0	37.1	58.6	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	0.3	1.7	5.3	11.8	17.0	23.0	37.1	58.6	
	土壤中放射能	抽出放射能	CaCl <sub>2</sub>	56.8	51.1	50.0	46.3	38.8	33.6	28.3	17.7	9.2
			室温抽出	39.3	44.1	42.7	41.1	38.4	36.7	34.3	26.7	17.7
			過酷抽出	0.9	1.4	1.8	1.6	2.1	2.1	2.4	2.6	2.4
			計	97.0	96.6	94.4	89.0	79.3	72.5	64.9	47.0	29.3
		未抽出放射能 (NER)	1.5	3.1	3.1	4.8	6.6	8.0	9.3	12.0	13.2	
	物質収支		98.4	100.0	99.2	99.1	97.7	97.4	97.2	96.1	101.1	
	HN 壤土	揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.3	1.2	3.3	3.9	9.1	11.8	19.7	29.4
揮発性有機物質			N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
合計			N.A.	0.3	1.2	3.3	3.9	9.1	11.8	19.7	29.4	
土壤中放射能		抽出放射能	CaCl <sub>2</sub>	45.4	41.1	37.5	33.3	28.3	25.2	22.8	16.4	12.2
			室温抽出	50.6	56.1	52.9	53.8	51.3	51.2	48.4	43.4	35.6
			過酷抽出	1.3	1.8	2.9	2.9	3.9	4.0	4.5	5.5	5.6
			計	97.2	99.1	93.3	90.0	83.5	80.5	75.7	65.3	53.4
		未抽出放射能 (NER)	1.9	3.0	4.7	6.3	8.2	9.6	11.2	14.0	16.8	
物質収支		99.2	102.4	99.2	99.6	95.6	99.2	98.6	99.1	99.5		
DD 埴壤土		揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.3	1.8	5.7	12.1	17.1	23.5	39.5	57.3
	揮発性有機物質		N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1*	<0.1	<0.1	
	合計		N.A.	0.3	1.8	5.7	12.1	17.1	23.5	39.5	57.3	
	土壤中放射能	抽出放射能	CaCl <sub>2</sub>	35.4	33.4	31.4	28.3	23.9	20.8	17.6	11.0	6.3
			室温抽出	56.0	56.4	56.1	55.6	49.2	47.7	43.3	32.8	21.7
			過酷抽出	3.0	2.4	4.2	3.2	3.7	2.8	3.4	3.6	3.4
			計	94.4	92.2	91.6	87.1	76.9	71.3	64.3	47.4	31.5
		未抽出放射能 (NER)	4.1	5.5	6.2	6.3	8.9	8.9	9.5	11.8	12.5	
	物質収支		98.5	98.1	99.6	99.2	97.8	97.2	97.3	98.7	101.3	

N.A.: 測定せず。\* 個別値が「0.1%AR、<0.1%AR」であり、平均値として「<0.1%AR」とした。

残留物の同定及び特徴付け

残留物として、未変化の親化合物【P】及び放射性二酸化炭素が同定された。

残留物プロファイル (表 2)

120 日間の好氣的条件下において、未変化の親化合物【P】は AX 土壤 (砂壤土) で 97.1%AR (第 0 日) から 37.1%AR (第 120 日)、HF 土壤 (シルト質壤土) で 96.1%AR (第 0 日) から 24.5%AR (第 120 日)、HN 土壤 (壤土) で 98.8%AR (第 1 日) から 50.2%AR (第 120 日)、DD 土壤 (埴壤土) で 93.1%AR (第 0 日) から 28.7%AR (第 120 日) へとそれぞれ減少した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

4 土壌とも、土壌抽出物において 分解物は認められなかった。また HPLC クロマトグラムにおいて極微量の未知分解物が認められたが、いずれもその最大生成量は であつた。

表 2：好氣的土壌における親化合物及び分解物の動態 (%AR、n=2 の平均値)

放射性成分		処理後経過日数 (日)										
		0	1	3	7	14	21	30	59	120		
A X 土壌 砂壌土	抽出放射能	親化合物【P】	97.1	95.9	90.1	86.7	76.5	71.4	63.1	49.9	37.1	
		非特徴付けの放射能	0.7	0.2	0.5	0.4	1.0	0.4	0.6	0.4	2.0	
		合計	97.8	96.5	92.3	88.9	80.0	73.8	66.2	53.0	41.3	
	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	0.3	1.4	4.7	10.8	15.4	20.2	32.3	41.3		
	その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
	抽出残渣 (NER)	1.0	1.9	4.1	4.9	6.7	8.2	9.7	11.7	12.6		
	総回収率 (%)	98.8	98.7	97.8	98.5	97.6	97.5	96.1	97.1	99.2		
	H F 土壌 シルト質壤土	抽出放射能	親化合物【P】	96.1	95.9	92.1	87.1	77.1	71.4	63.2	45.2	24.5
			非特徴付けの放射能	0.8	0.3	0.6	0.4	0.6	0.5	0.6	0.5	3.6
			合計	97.0	96.6	94.4	89.0	79.3	72.5	64.9	47.0	29.3
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>		n.a.	0.3	1.7	5.3	11.8	17.0	23.0	37.1	58.6		
その他揮発性物質		n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
抽出残渣 (NER)		1.5	3.1	3.1	4.8	6.6	8.0	9.3	12.0	13.2		
総回収率 (%)		98.4	100.0	99.2	99.1	97.7	97.4	97.2	96.1	101.1		

n.a. : 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 2 (続き) : 好氣的土壌における親化合物及び分解物の動態 (%AR、n=2 の平均値)

放射性成分		処理後経過日数 (日)									
		0	1	3	7	14	21	30	59	120	
H N 土 壌 堆 土	抽出放射能										
	親化合物【P】	96.5	98.8	92.0	88.6	82.3	79.5	74.2	63.2	50.2	
	非特徴付けの放射能	0.8	0.1	0.5	0.5	0.4	0.4	0.4	0.4	2.0	
	合計	97.2	99.1	93.3	90.0	83.5	80.5	75.7	65.3	53.4	
	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	0.3	1.2	3.3	3.9	9.1	11.8	19.7	29.4	
	その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
	抽出残渣 (NER)	1.9	3.0	4.7	6.3	8.2	9.6	11.2	14.0	16.8	
	総回収率 (%)	99.2	102.4	99.2	99.6	95.6	99.2	98.6	99.1	99.5	
	D D 土 壌 堆 土	抽出放射能									
		親化合物【P】	93.1	91.9	89.8	86.0	75.9	70.8	63.1	46.1	28.7
非特徴付けの放射能		0.7	0.2	0.5	0.4	0.6	0.4	0.6	0.4	2.0	
合計		94.4	92.2	91.6	87.1	76.9	71.3	64.3	47.4	31.5	
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>		n.a.	0.3	1.8	5.7	12.1	17.1	23.5	39.5	57.3	
その他揮発性物質		n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1*	<0.1	<0.1	
抽出残渣 (NER)		4.1	5.5	6.2	6.3	8.9	8.9	9.5	11.8	12.5	
総回収率 (%)		98.5	98.1	99.6	99.2	97.8	97.2	97.3	98.7	101.3	

n.a. : 分析せず。

\* 個別値が「0.1%AR、<0.1%AR」であり、平均値として「<0.1%AR」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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## 分解経路

フルピラジフロン【P】の好氣的土壤中での分解経路を示す。

親化合物フルピラジフロン【P】は、極めてその半減期が短い中間変化生成物を経て抽出残渣の形成と二酸化炭素となる無機化作用の主分解反応を受けると考えられた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### III. 土壤中動態試験

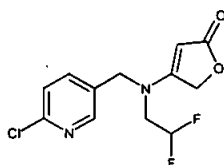
#### 3. 好氣的土壤中動態試験

(資料No. 動態3)

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

#### 【供試標識化合物】

供試標識化合物（<sup>14</sup>C 標識体、以下 標識体とする。）：  
構造式：



比放射能： MBq/mg  
放射化学的純度： % ( )  
\*：標識位置

化学名：4-[[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【供試土壌】

本試験では、次に示す土壌4種類を農地から採取して使用した。

土壌採取国		ドイツ			
試験土壌名 (略称)		Laacherhof AXXa (AX 土壌)	Hoefchen am Hohenseh4a 土壌 (HF 土壌)	Hanscheider hof (HN 土壌)	Dollendorf II (DD 土壌)
土性	USDA 区分	砂壤土	シルト質 壤土	シルト質 壤土	シルト質 埴土
	砂 (50µm~2 mm)	67%	21%	27%	17%
	シルト (2µm~50µm)	19%	59%	53%	41%
	粘土 (<2µm)	14%	20%	20%	42%
有機炭素含有量		2.0%	2.5%	3.3%	4.1%
陽イオン交換容量 (meq/100 g)		9.6	13.4	10.5	19.2
pH	H <sub>2</sub> O (土壌/水=1/1)	6.3	6.6	5.1	7.2
	CaCl <sub>2</sub> (土壌/CaCl <sub>2</sub> =1/2)	6.1	6.5	4.8	7.1
	KCl (土壌/KCl=1/1)	5.9	6.2	4.4	6.8
最大容水量 (g H <sub>2</sub> O/ 100 g DM)		51.6	66.3	75.2	77.6
土壌 微生物 活性	試験開始時(*)	561	1140	751	2541
	開始後 59 日(*)	433	719	477	1999
	開始後 120 日(*)	367	635	336	1797

(\*) : mg microbial carbon / kg soil

採取した供試土壌を粒径 2mm の篩に通した。

## 【試験方法】

### 処理量の設定根拠及び試験土壌中濃度

想定圃場処理量 400g 有効成分/ha が土壌層 2.5cm (かさ比重 1.5) に均一に分布したと仮定し、試験土壌中濃度として 1.067 mg 有効成分/kg を設定した。

### 試験系の調製及び土壌への処理

処理の 3 日前に乾土重 100g の試験土壌を三角フラスコに秤取り、最大容水量の 55% となるように水を添加してプレインキュベーションを行った。

標識体のメタノール溶液を Milli-Q 水で希釈し、土壌表面に滴下した。処理後直ちに酸素透過性の揮発性物質捕集器 (ソーダ石灰及びポリウレタンフォームを含有、以下トラップ) を接続し、最長 120 日間にわたって  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  の暗条件下 (土壌水分量は最大容水量の 55%) で培養した。

### 試料採取

下表に示す試料採取時点において、2 連の試料 (土壌及びトラップ) を採取した。

試料採取時点: 処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、3、7、14、30、45、59、85 及び 120 日

### 分析試料の抽出処理

#### 土壌試料

室温条件下で① アセトニトリル/水混合液 (50/50 v/v、30 分間、2 回)、② アセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、30 分間、1 回) 及び③ アセトニトリル (30 分間、1 回) の順で室温抽出を行った。各抽出物を合わせて室温抽出物とした。

室温抽出後の過酷抽出として、更に土壌試料に  $70^\circ\text{C}$  のマイクロ波浴でアセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、10 分間、1 回) によるマイクロ波抽出を行った。

#### トラップ

ポリウレタンフォームを 30mL の酢酸エチルで抽出し、放射能測定に供した。

ソーダ石灰中に捕集された放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、液体シンチレーション (LSC) カクテルにパージした。

### 試料中放射能の測定

液体試料中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。固形試料は粉碎後にオキサダイザーで燃焼させ、生成した放射性二酸化炭素を液体シンチレーションカクテルに捕集し、放射能を LSC で測定した。

### 分解物の定量、同定及び特徴付け

分解物の定量は放射線検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC) で行った。

親化合物の同定及び特徴付けは、まず逆相 HPLC 及び薄層クロマトグラフィー (TLC、Merck Si60, F254) において認証済標準品とのコクロマトグラフィーで行い、次いで液体

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

クロマトグラフィー/マススペクトロメトリー (HPLC-MS、HPLC-MS/MS) 及び液体クロマトグラフィー/核磁気共鳴分析 (HPLC-NMR) により確認した。

分解物の特徴付けは、クロマトグラフィーでの保持時間の比較で行われた。

放射性二酸化炭素の同定は、バリウムイオンで沈積させて行った。

#### 未抽出放射能の特徴付け

開始後第 120 日の試料 (各土壌について 1 試料) を用いて、未抽出放射能のヒューミン、フミン酸及びフルボ酸への特徴付けを次のとおり行った。

土壌残渣に 50mL の 0.5M 水酸化ナトリウム (NaOH) を加えて 24 時間の振とう抽出を行い、遠心分離によりヒューミン画分 (土壌残渣) と抽出物を得た。5M 塩酸で pH 1 に調整した抽出物を冷蔵庫で一夜保管し、沈殿物を生成させた。遠心分離で取り除いた沈殿物を 5M 塩酸で洗浄し、洗浄後の沈殿物を 0.5M 水酸化ナトリウムに溶解させてフミン酸画分とした。抽出物の遠心分離後の上澄み液及び沈殿物の洗浄液を合わせ、フルボ酸画分とした。

#### 分解速度の算出

フルピラジフロンの試験系における分解速度を、SOF ( Simple First-Order)、FOMC ( First-Order Multi-Compartment) 及び DFOP ( Double First-Order in Parallel) のモデルを用いて算出した。

【試験結果】

試験系の物質収支及び放射能分布（表 1）

表 1 に各供試土壌における物質収支及び放射能分布を示す。

試験 4 土壌とも物質収支は高く、各採取時点の処理放射能（AR）に対する物質収支は AX 土壌（砂壌土）で 95.8～99.7%AR、HF 土壌（シルト質壤土）で 94.9～100.5%AR、HN 土壌（シルト質壤土）で 96.9～100.0%AR、DD 土壌（シルト質埴土）で 94.9～99.6%AR の範囲にあった。

室温抽出及び過酷抽出による放射能回収（抽出放射能）は、4 土壌とも経時的に減少した。抽出放射能は、処理直後（第 0 日）のそれぞれ 97.3%AR（AX 土壌、砂壌土）、96.3%AR（HF 土壌、シルト質壤土）、96.7%AR（HN 土壌、シルト質壤土）及び 94.6%AR（DD 土壌、シルト質埴土）から、終了時（第 120 日）のそれぞれ 40.4%AR（AX 土壌、砂壌土）、23.0%AR（HF 土壌、シルト質壤土）、48.0%AR（HN 土壌、シルト質壤土）及び 28.8%AR（DD 土壌、シルト質埴土）となった。

土壌及び採取時点に係わらず、抽出放射能は主として室温抽出で回収された。

抽出放射能の経時的な減少に対して、抽出残渣放射能（Non-Extractable Residue, NER）及び放射性二酸化炭素の増加が認められた。

抽出残渣放射能は、処理直後（第 0 日）の 2.4%AR（AX 土壌、砂壌土）、3.8%AR（HF 土壌、シルト質壤土）、3.3%AR（HN 土壌、シルト質壤土）及び 4.6%AR（DD 土壌、シルト質埴土）から、第 120 日には 27.8%AR（AX 土壌、砂壌土）、33.0%AR（HF 土壌、シルト質壤土）、31.0%AR（HN 土壌、シルト質壤土）及び 34.1%AR（DD 土壌、シルト質埴土）となった。

放射性二酸化炭素の生成量は経時的に増加し、第 120 日にそれぞれ最大値 27.6%AR（AX 土壌、砂壌土）、38.9%AR（HF 土壌、シルト質壤土）、18.0%AR（HN 土壌、シルト質壤土）及び 32.0%AR（DD 土壌、シルト質埴土）となった。

表 1：物質収支及び放射能分布（%AR、n=2 の平均値）

		処理後日数（日）											
		0	1	3	7	14	30	45	59	85	120		
A X 土 壌	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.5	1.6	3.7	6.8	13.2	16.9	20.4	24.5	27.6	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	0.5	1.6	3.7	6.8	13.2	16.9	20.4	24.5	27.6	
砂 壌 土	土壌中 放射能	抽出 放射能	室温抽出	96.2	93.4	88.0	82.0	73.6	60.4	53.8	48.3	42.5	37.5
			過酷抽出	1.0	1.4	1.6	2.2	2.5	3.3	3.7	3.3	3.2	3.0
			計	97.3	94.8	89.7	84.1	76.0	63.7	57.5	51.6	45.7	40.4
	未抽出放射能(NER)	2.4	4.5	6.9	11.0	16.1	21.2	23.7	25.2	27.1	27.8		
物質収支			99.7	99.7	98.1	98.8	99.0	98.0	98.1	97.2	97.3	95.8	

N.A.：測定せず。

表 1 (続き) : 物質収支及び放射能分布 (%AR、n=2 の平均値)

			処理後日数 (日)										
			0	1	3	7	14	30	45	59	85	120	
HF 土壌	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.5	1.6	4.3	8.3	17.3	23.6	27.7	32.7	38.9	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	0.5	1.6	4.3	8.3	17.3	23.6	27.7	32.7	38.9	
シルト 質壤土	土壤中 放射能	抽出 放射能	室温抽出	93.9	92.4	89.1	79.6	70.4	52.4	41.4	34.6	27.2	21.4
			過酷抽出	2.4	1.7	1.9	2.1	2.2	2.5	2.8	2.2	2.0	1.6
		計	96.3	94.1	91.0	81.7	72.5	54.9	44.2	36.8	29.2	23.0	
	未抽出放射能(NER)	3.8	5.3	7.9	12.5	17.7	25.5	29.7	31.7	33.6	33.0		
	物質収支		100.1	99.9	100.5	98.4	98.6	97.7	97.5	96.1	95.5	94.9	
HN 土壌	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.4	1.1	2.3	3.9	7.0	9.2	11.0	14.0	18.0	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	0.4	1.1	2.3	3.9	7.0	9.2	11.0	14.0	18.0	
シルト 質壤土	土壤中 放射能	抽出 放射能	室温抽出	95.0	90.2	85.9	80.1	75.8	65.4	59.2	55.1	48.0	43.0
			過酷抽出	1.7	2.3	2.8	3.4	3.7	4.5	5.3	4.6	5.4	5.0
		計	96.7	92.5	88.7	83.6	79.5	69.9	64.4	59.7	53.4	48.0	
	未抽出放射能(NER)	3.3	6.9	9.4	12.8	16.5	21.7	24.9	26.7	29.8	31.0		
	物質収支		100.0	99.8	99.2	98.7	99.9	98.6	98.4	97.5	97.2	96.9	
DD 土壌	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.3	1.0	2.8	5.5	11.7	17.4	21.6	26.8	32.0	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	0.3	1.0	2.8	5.5	11.7	17.4	21.6	26.8	32.0	
シルト 質壤土	土壤中 放射能	抽出 放射能	室温抽出	91.4	91.4	87.2	82.0	74.0	61.5	49.0	41.2	33.5	26.4
			過酷抽出	3.3	2.4	2.8	2.8	2.7	3.3	4.5	3.0	2.7	2.4
		計	94.6	93.8	90.0	84.8	76.7	64.8	53.4	44.2	36.2	28.8	
	未抽出放射能(NER)	4.6	5.5	8.2	11.0	15.8	21.6	24.9	30.2	32.4	34.1		
物質収支		99.3	99.6	99.2	98.6	98.0	98.1	95.8	96.0	95.4	94.9		

N.A. : 測定せず。

分解物の同定及び特徴付け

未変化の親化合物【P】の他、分解物として、炭素が同定され、DD 土壌 (シルト質壤土) からクロマトグラフィーで特徴付けられた。

及び放射性二酸化  
がコ

分解物プロファイル (表 2)

4 種類の土壌において親化合物【P】は中程度の速さで分解し、試験終了時 (第 120 日) の残存量はそれぞれ 37.3%AR (AX 土壌、砂壤土)、20.2%AR (HF 土壌、シルト質壤土)、45.2%AR (HN 土壌、シルト質壤土) 及び 26.9%AR (DD 土壌、シルト質壤土) 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

分解物として 10%AR 以上の成分は認められなかった。  
 類の土壌に共通して認められたが、その最大生成量は

は 4 種

であった。

また DD 土壌（シルト質埴土）から、

であった。

表 2：好氣的土壌における親化合物及び分解物の動態（%AR、n=2 の平均値）

放射性成分		処理後経過日数（日）											
		0	1	3	7	14	30	45	59	85	120		
A X 土 壌  砂 埴 土	抽出放射能	親化合物【P】	96.9	94.4	89.3	83.0	74.2	62.6	54.3	48.4	42.3	37.3	
		その他 未同定放射能	0.4	0.4	0.3	0.4	0.3	0.3	0.3	0.2	0.3	0.2	
		合計	97.3	94.8	89.7	84.1	76.0	63.7	57.5	51.6	45.7	40.4	
		<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	0.5	1.6	3.7	6.8	13.2	16.9	20.4	24.5	27.6	
	その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
	抽出残渣（NER）	2.4	4.5	6.9	11.0	16.1	21.2	23.7	25.2	27.1	27.8		
	総回収率（%）	99.7	99.7	98.1	98.8	99.0	98.0	98.1	97.2	97.3	95.8		
	H F 土 壌  シ ル ト 質 埴 土	抽出放射能	親化合物【P】	95.9	93.7	90.4	80.6	71.1	52.7	40.6	33.3	26.2	20.2
			その他 未同定放射能	0.3	0.4	0.4	0.2	0.2	0.4	0.3	0.2	0.3	0.1
			合計	96.3	94.1	91.0	81.7	72.5	54.9	44.2	36.8	29.2	23.0
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>		n.a.	0.5	1.6	4.3	8.3	17.3	23.6	27.7	32.7	38.9		
その他揮発性物質		n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
抽出残渣（NER）		3.8	5.3	7.9	12.5	17.7	25.5	29.7	31.7	33.6	33.0		
総回収率（%）		100.1	99.9	100.5	98.4	98.6	97.7	97.5	96.1	95.5	94.9		

n.d. : 非検出、n.a. : 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 2 (続き) : 好氣的土壤における親化合物及び分解物の動態 (%AR、n=2 の平均値)

放射性成分		処理後経過日数 (日)											
		0	1	3	7	14	30	45	59	85	120		
H N 土 壤  シ ル ト 質 壤 土	抽出放射能	親化合物【P】	96.4	92.0	88.4	82.3	77.7	66.9	60.9	56.6	50.7	45.2	
		その他 未同定放射能	0.4	0.5	0.3	0.4	0.4	0.4	0.3	0.2	0.2	0.3	
		合計	96.7	92.5	88.7	83.6	79.5	69.9	64.4	59.7	53.4	48.0	
	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	0.4	1.1	2.3	3.9	7.0	9.2	11.0	14.0	18.0		
	その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
	抽出残渣 (NER)	3.3	6.9	9.4	12.8	16.5	21.7	24.9	26.7	29.8	31.0		
	総回収率 (%)	100.0	99.8	99.2	98.7	99.9	98.6	98.4	97.5	97.2	96.9		
	D D 土 壤  シ ル ト 質 壤 土	抽出放射能	親化合物【P】	94.3	93.3	89.5	84.5	75.5	63.5	50.9	41.4	34.0	26.9
			その他 未同定放射能	0.4	0.5	0.5	0.3	0.3	0.4	0.3	0.2	0.3	0.3
			合計	94.6	93.8	90.0	84.8	76.7	64.8	53.4	44.2	36.2	28.8
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>		n.a.	0.3	1.0	2.8	5.5	11.7	17.4	21.6	26.8	32.0		
その他揮発性物質		n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		
抽出残渣 (NER)		4.6	5.5	8.2	11.0	15.8	21.6	24.9	30.2	32.4	34.1		
総回収率 (%)		99.3	99.6	99.2	98.6	98.0	98.1	95.8	96.0	95.4	94.9		

n.d. : 非検出、n.a. : 分析せず

### 未抽出放射能の特徴付け (表 3)

第 120 日試料の未抽出放射能の特徴付けを表 3 に示す。

4 土壤とも未抽出放射能はヒューミン画分に最も多く分布し、ヒューミン画分の放射能は未抽出放射能 (NER) に対して 39.3% (AX 土壤、砂壤土)、42.8% (HF 土壤、シルト

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

質壤土)、39.2% (HN 土壌、シルト質壤土) 及び 42.8% (DD 土壌、シルト質埴土) を占めていた。4 土壌ともフミン酸画分及びフルボ酸画分への抽出残渣放射能の分布は同程度であり、それぞれ NER に対して 26.0~32.5% (フミン酸画分) 及び 25.0~32.5% (フルボ酸画分) であった。

表 3：未抽出放射能の特徴付け (n=1)

	AX 土壌 (砂壤土)		HF 土壌 (シルト質壤土)		HN 土壌 (シルト質壤土)		DD 土壌 (シルト質埴土)	
	%AR	%NER	%AR	%NER	%AR	%NER	%AR	%NER
未抽出放射能 (NER)	26.9	100.0	32.8	100.0	30.0	100.0	33.4	100.0
フミン酸画分	7.0	26.0	8.7	26.6	9.7	32.5	9.8	29.3
フルボ酸画分	8.0	29.8	8.8	26.7	9.7	32.5	8.3	25.0
ヒューミン画分	10.6	39.3	14.0	42.8	11.8	39.2	14.3	42.8
分画後の回収率	25.5	95.1	31.6	96.1	31.2	104.2	32.4	97.1

#### 分解速度 (表 4)

被験物質フルピラジフロン【P】の分解速度 (DT<sub>50</sub> 値及び DT<sub>90</sub> 値) を DFOP モデルで算出した結果、4 土壌の DT<sub>50</sub> 値及び DT<sub>90</sub> 値はそれぞれ 33.2~98.3 日及び 229.5~390.6 日であった。

表 4：4 土壌における分解速度

土壌	分解速度モデル	DT50 値 (日)	DT90 値 (日)	Chi <sup>2</sup> 値
AX 土壌 (砂壤土)	DFOP	62.2	390.6	1.55
HF 土壌 (シルト質壤土)	DFOP	33.2	229.5	1.71
HN 土壌 (シルト質壤土)	DFOP	98.3	462.5	2.03
DD 土壌 (砂壤土)	DFOP	49.3	303.1	2.26

#### 分解経路

フルピラジフロン【P】の好氣的土壌中での分解経路を次頁に示す。

親化合物フルピラジフロン【P】は未抽出放射能の形成と二酸化炭素となる無機化作用の主分解反応を受けると考えられた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

好氣的土壤中でのフルピラジフロン【P】(コード BYI02960) の想定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### III. 土壤中動態試験

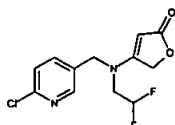
#### 4. 好氣的土壤中動態試験

(資料No.動態4)

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

#### 【供試標識化合物】

供試標識化合物 (  $^{14}\text{C}$  標識体、以下 標識体とする。) :  
構造式 :



比放射能 : MBq/mg  
放射化学的純度 : % ( )  
\* : 標識位置

化学名 : 4-[[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【供試土壌】

本試験では、次に示す土壌3種類を農地から採取して使用した。

土壌採取国		ドイツ		
試験土壌名 (略称)		Dollendorf II (DD 土壌)	Laacherhof AXXa (AX 土壌)	Hoefchen am Hohenseh4a 土壌 (HF 土壌)
土性	USDA 区分	埴壤土	壤質砂土	シルト質壤土
	砂 (50 $\mu\text{m}$ ~2 mm)	43%	81%	23%
	シルト (2 $\mu\text{m}$ ~50 $\mu\text{m}$ )	26%	10%	60%
	粘土 (<2 $\mu\text{m}$ )	31%	9%	17%
有機炭素含有量		5.1%	1.9%	2.4%
陽イオン交換容量 (meq/100 g)		25.6	9.3	13.4
pH	H <sub>2</sub> O (土壌/水=1/1)	7.3	6.5	6.8
	CaCl <sub>2</sub> (土壌/CaCl <sub>2</sub> =1/2)	7.1	6.2	6.5
	KCl (土壌/LCl=1/1)	6.9	6.1	6.3
最大容水量 (g H <sub>2</sub> O/ 100 g DM)		83.9	50.7	64.7
土 壤 微生物 活 性	試験開始時(*)	2831 (第-1日)	627 (第0日)	979 (第0日)
	試験中(*)	2208 (第69日)	398 (第61日)	731 (第61日)
	終了時(*)	1753 (第114日)	224 (第117日)	455 (第117日)

(\*) : mg microbial carbon / kg soil

採取した供試土壌を粒径 2mm の篩に通した。

## 【試験方法】

### 処理量の設定根拠及び試験土壌中濃度

想定圃場処理量 400g 有効成分/ha が土壌層 2.5cm (かさ比重 1.5) に均一に分布したと仮定し、試験土壌中濃度として 1.067 mg 有効成分/kg を設定した。

### 試験系の調製及び土壌への処理

DD 土壌 (埴壤土) は処理の前日、AX 土壌 (壤質砂土) 及び HF 土壌 (シルト質壤土) は処理 3 日前にそれぞれ乾土重 100g の試験土壌を三角フラスコに秤取り、最大容水量の 55% となるように水を添加してプレインキュベーションを行った。

標識体のメタノール溶液を Milli-Q 水で希釈し、土壌表面に滴下した。処理後直ちに酸素透過性の揮発性物質捕集器 (ソーダ石灰及びポリウレタンフォームを含有、以下トラップ) を接続し、DD 土壌 (埴壤土) は最長 118 日間、AX 土壌 (壤質砂土) 及び HF 土壌 (シルト質壤土) は最長 117 日間にわたって 20±1°C の暗条件下 (土壌水分量は最大容水量の 55%) で培養した。

### 試料採取

処理直後 (第 0 日) のトラップを除いて、下表に示す試料採取時点において、2 連の試料 (土壌及びトラップ) を採取した。

試料採取時点：

DD 土壌 (埴壤土)：

処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、3、7、14、30、45、62、90 及び 118 日

AX 土壌 (壤質砂土) 及び HF 土壌 (シルト質壤土)

処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、4、7、14、29、48、61、90 及び 117 日

### 分析試料の抽出処理

#### 土壌試料

室温条件下で① アセトニトリル/水混合液 (50/50 v/v、30 分間、2 回)、② アセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、30 分間、1 回) 及び③ アセトニトリル (30 分間、1 回) の順で室温抽出を行った。各抽出物を合わせて室温抽出物とした。

室温抽出後の過酷抽出として、更に土壌試料に 70°C のマイクロ波浴でアセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、10 分間、1 回) によるマイクロ波抽出を行った。

#### トラップ

ポリウレタンフォームを 30mL の酢酸エチルで抽出し、放射能測定に供した。

ソーダ石灰中に捕集された放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、液体シンチレーション (LSC) カクテルにパージした。

### 試料中放射能の測定

液体試料中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。固形試料は粉碎後にオキサダイザーで燃焼させ、生成した放射性二酸化炭素を液体シンチレーションカクテルに捕集し、放射能を LSC で測定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はパイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### 分解物の定量、同定及び特徴付け

分解物の定量は放射線検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC) で行った。

親化合物の同定及び特徴付けは、まず逆相 HPLC 及び薄層クロマトグラフィー (TLC、Merck Si60, F254) において認証済標準品とのクロマトグラフィーで行い、次いで液体クロマトグラフィー/マススペクトロメトリー (HPLC-MS、HPLC-MS/MS) 及び液体クロマトグラフィー/核磁気共鳴分析 (HPLC-NMR) により確認した。

分解物の特徴付けは、クロマトグラフィーでの保持時間の比較で行われた。

放射性二酸化炭素の同定は、バリウムイオンで沈積させて行った。

#### 分解速度の算出

フルピラジフロンの試験系における分解速度を、SFO ( Simple First-Order)、FOMC ( First-Order Multi-Compartment) 及び DFOP ( Double First-Order in Parallel) のモデルを用いて算出した。

また本試験で認められた主要分解物についても、分解速度を別途算出した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

【試験結果】

試験系の物質収支及び放射能分布（表 1）

表 1 に各供試土壌（DD 土壌：埴壌土、AX 土壌：壤質砂土、HF 土壌：シルト質壤土）における物質収支及び放射能分布を示す。

試験 3 土壌とも物質収支は高く、各採取時点の処理放射能（AR）に対する物質収支は DD 土壌（埴壌土）で 95.5～100.0%AR、AX 土壌（壤質砂土）で 96.3～100.3%AR、HF 土壌（シルト質壤土）で 97.0～101.0%AR の範囲にあった。

室温抽出及び過酷抽出による放射能回収（抽出放射能）は、3 土壌とも経時的に減少した。抽出放射能は、処理直後（第 0 日）のそれぞれ 96.5%AR（DD 土壌、埴壌土）、97.0%AR（AX 土壌、壤質砂土）及び 97.5%AR（HF 土壌、シルト質壤土）から、試験終了時の 35.3%AR（DD 土壌、埴壌土、第 118 日）、57.6%AR（AX 土壌、壤質砂土、第 117 日）及び 48.6%AR（HF 土壌、シルト質壤土、第 117 日）となった。

土壌及び採取時点に係わらず、抽出放射能は主として室温抽出で回収された。

抽出放射能の経時的な減少に対して、未抽出放射能（Non-Extractable Residue, NER）及び放射性二酸化炭素の増加が認められた。

未抽出放射能は、それぞれ処理直後（第 0 日）の 2.7%AR（DD 土壌、埴壌土）、2.8%AR（AX 土壌、壤質砂土）及び 3.2%AR（HN 土壌、シルト質壤土）から、試験終了時に 17.9%AR（DD 土壌、埴壌土、第 118 日）、14.3%AR（AX 土壌、壤質砂土、第 117 日）及び 15.4%AR（HF 土壌、シルト質壤土、第 117 日）となった。

放射性二酸化炭素の生成量は経時的に増加し、試験終了時に最大値 42.3%AR（DD 土壌、埴壌土、第 118 日）、25.9%AR（AX 土壌、壤質砂土、第 117 日）及び 33.9%AR（HN 土壌、シルト質壤土）となった。その他に 0.1%AR を上回る揮発性物質は土壌及び採取時点に関わりなく認められなかった。

表 1：物質収支及び放射能分布（%AR、n=2 の平均値）

		処理後日数（日）											
		0	1	3	7	14	30	45	62	90	118		
D D 土 壌  埴 壌 土	揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	<0.1	0.1	0.7	2.2	7.8	14.3	22.3	33.4	42.3	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	<0.1	0.1	0.7	2.2	7.8	14.3	22.3	33.4	42.3	
	土壌中放射能	抽出放射能	室温抽出	95.1	91.4	90.6	87.1	81.5	75.6	65.6	56.1	42.2	32.8
			過酷抽出	1.5	2.5	2.4	3.1	7.7	3.4	3.6	3.6	2.9	2.5
			計	96.5	93.9	93.0	90.2	89.2	79.0	69.1	59.7	45.0	35.3
		未抽出放射能(NER)	2.7	3.8	4.6	6.9	8.6	11.1	13.9	15.7	17.5	17.9	
	物質収支		99.2	97.7	97.7	97.8	100.0	97.8	97.4	97.7	96.0	95.5	

N.A.：測定せず。

表 1 (続き) : 物質収支及び放射能分布 (%AR、n=2 の平均値)

			処理後日数 (日)										
			0	1	4	7	14	29	48	61	90	117	
A X 土 壤  壤 質 砂 土	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	<0.1	0.2	0.4	1.6	5.4	10.8	14.4	21.2	25.9	
		揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
		合計	N.A.	<0.1	0.2	0.4	1.6	5.4	10.8	14.4	21.2	25.9	
	土 壤 中 放 射 能	抽 出 放 射 能	室温抽出	96.0	93.7	91.6	87.8	87.4	74.7	73.4	66.7	58.4	53.6
			過酷抽出	1.0	1.6	2.2	2.8	3.7	3.8	4.1	4.1	4.4	4.0
			計	97.0	95.4	93.9	90.6	91.1	78.6	77.5	70.8	62.8	57.6
		未抽出放射能(NER)	2.8	3.1	4.6	5.3	7.7	15.0	11.9	13.2	14.8	14.3	
	物質収支			99.8	98.4	98.6	96.3	100.3	98.9	100.2	98.4	98.8	97.8
	H F 土 壤  シ ル ト 質 壤 土	揮発性 放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	<0.1	0.2	0.5	1.9	6.3	13.0	17.5	27.1	33.9
			揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
合計			N.A.	<0.1	0.2	0.5	1.9	6.3	13.0	17.5	27.1	33.9	
土 壤 中 放 射 能		抽 出 放 射 能	室温抽出	95.8	93.7	91.1	85.3	86.1	79.9	71.9	63.6	53.8	45.8
			過酷抽出	1.7	2.1	2.8	3.9	3.3	3.4	3.5	3.5	3.2	2.8
			計	97.5	95.8	93.9	89.1	89.4	83.3	75.4	67.1	57.0	48.6
		未抽出放射能(NER)	3.2	4.2	5.2	7.3	8.2	11.0	12.6	14.5	14.4	15.4	
物質収支			100.7	100.0	99.3	97.0	99.4	100.6	101.0	99.1	98.5	97.9	

N.A.: 測定せず。

#### 分解物の同定及び特徴付け

未変化の親化合物【P】の他、分解物として及び放射性二酸化炭素が同定された。

#### 分解物プロフィール (表 2)

3種類の土壌において、親化合物【P】は土壌によって中程度から速やかな速度で分解し、試験終了時の残存量はそれぞれ 17.7%AR (DD 土壌、埴壤土、第 118 日)、39.6%AR (AX 土壌、壤質砂土、第 117 日) 及び 23.0%AR (HF 土壌、シルト質壤土、第 117 日) となった。

10%AR 以上生成した分解物として、全土壌において が認められた。 の最大生成量は、DD 土壌 (埴壤土)、AX 土壌 (壤質砂土) 及び HF 土壌 (シルト質壤土) においてそれぞれ であり、試験終了時にはそれぞれ へと減少した。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 2：好氣的土壌における親化合物/分解物の動態 (%AR、n=2 の平均値)

放射性成分		処理後経過日数 (日)										
		0	1	3	7	14	30	45	62	90	118	
D D 土 壤 植 壊 土	抽出放射能	親化合物【P】	96.0	92.8	89.3	82.1	73.2	52.2	38.6	31.3	21.4	17.7
		合計	96.5	93.9	93.0	90.2	89.2	79.0	69.1	59.7	45.0	35.3
		<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	<0.1	0.1	0.7	2.2	7.8	14.3	22.3	33.4	42.3
		その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		抽出残渣 (NER)	2.7	3.8	4.6	6.9	8.6	11.1	13.9	15.7	17.5	17.9
		総回収率 (%)	99.2	97.7	97.7	97.8	100.0	97.8	97.4	97.7	96.0	95.5
放射性成分		処理後経過日数 (日)										
		0	1	4	7	14	29	48	61	90	117	
A X 土 壤 壊 質 砂 土	抽出放射能	親化合物【P】	96.6	94.3	90.5	83.7	76.7	59.6	53.8	49.4	44.5	39.6
		合計	97.0	95.4	93.9	90.6	91.1	78.6	77.5	70.8	62.8	57.6
		<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	<0.1	0.2	0.4	1.6	5.4	10.8	14.4	21.2	25.9
		その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		抽出残渣 (NER)	2.8	3.1	4.6	5.3	7.7	15.0	11.9	13.2	14.8	14.3
		総回収率 (%)	99.8	98.4	98.6	96.3	100.3	98.9	100.2	98.4	98.8	97.8
H F 土 壤 シル ト 質 壊 土	抽出放射能	親化合物【P】	97.1	94.5	88.5	80.1	71.9	55.6	39.8	32.7	27.0	23.0
		合計	97.5	95.8	93.9	89.1	89.4	83.3	75.4	67.1	57.0	48.6
		<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	n.a.	<0.1	0.2	0.5	1.9	6.3	13.0	17.5	27.1	33.9
		その他揮発性物質	n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		抽出残渣 (NER)	3.2	4.2	5.2	7.3	8.2	11.0	12.6	14.5	14.4	15.4
		総回収率 (%)	100.7	100.0	99.3	97.0	99.4	100.6	101.0	99.1	98.5	97.9

n.d. : 非検出、n.a. : 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### 分解速度（表 4）

被験物質フルピラジフロンの分解速度（DT<sub>50</sub>値及びDT<sub>90</sub>値）をDFOPモデルで算出した結果、3 土壌のDT<sub>50</sub>値及びDT<sub>90</sub>値はそれぞれ33.2～98.3 日及び229.5～390.6 日であった。

表 4：3 土壌におけるフルピラジフロンの分解速度

土壌	分解速度モデル	DT50 値（日）	DT90 値（日）
DD 土壌 （砂壌土）	DFOP	33.9	649.6
AX 土壌 （樹脂津砂土）	DFOP	62.0	538.1
HF 土壌 （シルト質壤土）	DFOP	34.1	329.8

#### 分解経路

フルピラジフロンの好氣的土壌中での分解経路を次頁に示す。

親化合物フルピラジフロンの抽出残渣の形成と二酸化炭素となる鉱化作用の主分解反応を受けると考えられた。

また、主要分解物として が認められ、この主要分解物も抽出残渣  
の形成と二酸化炭素となる無機化作用の主分解反応を受けると考えられた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

好氣的土壤中でのフルピラジフロン【P】(コード BY102960) の想定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

### III. 土壤中動態試験

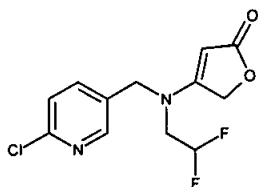
#### 5. 好氣的土壤中動態試験

(資料No. 動態5)

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

#### 【供試標識化合物】

供試標識化合物（<sup>14</sup>C 標識体、以下 標識体とする。）：  
構造式：



比放射能： MBq/mg  
放射化学的純度： % ( )  
\*：標識位置

化学名：4-[[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【供試土壌】

本試験では、次に示す土壌 1 種類を使用した。

土壌採取国		ドイツ
試験土壌名 (略称)		Hoefchen am Hohenseh 土壌 (HF 土壌)
土性	USDA 区分	シルト質壤土
	砂 (50µm~2 mm)	23%
	シルト (2µm~50µm)	60%
	粘土 (<2µm)	17%
有機炭素含有量		2.4%
陽イオン交換容量		13.4 meq/100 g
pH	H <sub>2</sub> O (土壌/水=1/1)	6.8
	CaCl <sub>2</sub> (土壌/CaCl <sub>2</sub> =1/2)	6.5
	KCl (土壌/LCl=1/1)	6.3
最大容水量		64.7 g 水/100 g DM
土壌微生物活性	試験開始時	970 mg microbial carbon / kg 土壌
	開始後第 61 日	756 mg microbial carbon / kg 土壌
	開始後 117 日	554 mg microbial carbon / kg 土壌

採取した供試土壌を粒径<2cm の篩に通した。

## 【試験方法】

### 処理量の設定根拠及び試験土壌中濃度

想定圃場処理量 400g 有効成分/ha が土壌層 2.5cm (かさ比重 1.5) に均一に分布したと仮定し、試験土壌中濃度として 1.067 mg 有効成分/kg を設定した。

### 試験系の調製及び土壌への処理

処理の 3 日前に乾土重 100g の試験土壌を三角フラスコに秤取り、最大容水量の 55% となるように水を添加してプレインキュベーションを行った。

標識体のメタノール溶液を Milli-Q 水で希釈し、土壌表面に滴下した。処理後直ちに酸素透過性の揮発性物質捕集器 (ソーダ石灰及びポリウレタンフォームを含有、以下トラップ) を接続し、最長 117 日間にわたって  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  の暗条件下で培養した。

### 試料採取

下表に示す試料採取時点において、2 連の試料 (土壌及びトラップ) を採取した。

試料採取時点：処理直後 (第 0 日)、処理後第 1、4、7、14、29、48、61、90 及び 117 日

### 分析試料の抽出処理

#### 土壌試料

室温条件下で① アセトニトリル/水混合液 (50/50 v/v、30 分間、2 回)、② アセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、30 分間、1 回) 及び③ アセトニトリル (30 分間、1 回) の順で室温抽出を行った。各抽出物を合わせて室温抽出物とした。室温抽出後の過酷抽出として、更に土壌試料に  $70^\circ\text{C}$  のマイクロ波浴でアセトニトリル/水混合液 (80/20 v/v、10 分間、1 回) によるマイクロ波抽出を行った。

#### トラップ

ポリウレタンフォームを 30mL の酢酸エチルで抽出し、放射能測定に供した。ソーダ石灰中に捕集された放射性二酸化炭素を 18% 塩酸水溶液で遊離させ、液体シンチレーション (LSC) カクテルにパージした。

### 試料中放射能の測定

液体試料中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。固形試料は粉碎後にオキサダイザーで燃焼させ、生成した放射性二酸化炭素を液体シンチレーションカクテルに捕集し、放射能を LSC で測定した。

### 分解物の定量、同定及び特徴付け

分解物の定量は放射線検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC) で行った。

親化合物の同定及び特徴付けは、まず逆相 HPLC 及び薄層クロマトグラフィー (TLC、Merck Si60, F254) において認証済標準品とのコクロマトグラフィーで行い、次いで液体クロマトグラフィー/マススペクトロメトリー (HPLC-MS) 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

分解物の特徴付けは、クロマトグラフィーでの保持時間の比較で行われた。

放射性二酸化炭素の同定は、バリウムイオンで沈積させて行った。

#### 分解速度の算出

フルピラジフロンの試験系における分解速度を、SFO ( Simple First-Order)、FOMC ( First-Order Multi-Compartment) 及び DFOP ( Double First-Order in Parallel) のモデルを用いて算出した。

【試験結果】

試験系の物質収支及び放射能分布 (表 1)

表 1 に物質収支及び放射能分布を示す。

物質収支は各採取時点とも良好であり、処理放射能 (AR) に対して 94.1~100.3%AR の範囲にあった。

室温抽出及び過酷抽出による放射能回収は、処理直後 (第 0 日) の 96.7%AR から培養終了時 (第 117 日) の 24.6%AR へと経時的に低下した。抽出放射能の大部分は室温抽出により回収された。

この経時的な抽出放射能の低下に対して、未抽出放射能 (Non-Extractable Residue, NER) 及び放射性二酸化炭素が増加した。

抽出残渣放射能は第 0 日の 3.3%AR から最高値 16.7%AR (第 90 日) を経て第 117 日に 16.2%AR となり、20%AR を上回ることはなかった。放射性二酸化炭素は第 1 日の 0.1%AR から第 117 日に最高値 57.4%AR となった。

表 1 : 物質収支及び放射能分布 (%AR、n=2 の平均値)

		処理後日数 (日)										
		0	1	4	7	14	29	48	61	90	117	
揮発性放射能	<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>	N.A.	0.1	1.9	5.1	13.4	26.8	40.6	46.0	52.5	57.4	
	揮発性有機物質	N.A.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	
	合計	N.A.	0.1	1.9	5.1	13.4	26.8	40.6	46.0	52.5	57.4	
土壤中放射能	抽出放射能	室温抽出	95.0	93.6	88.3	78.0	70.8	53.4	40.9	33.4	26.0	22.6
		過酷抽出	1.6	2.2	2.3	3.2	3.1	2.9	3.0	2.7	2.6	2.0
		計	96.7	95.8	90.6	81.2	73.9	56.4	43.9	36.1	28.6	24.6
	未抽出放射能 (NER)	3.3	4.2	6.1	7.8	10.4	14.1	15.7	16.3	16.7	16.2	
物質収支		100.0	100.2	98.6	94.1	97.7	97.3	100.3	98.3	97.8	98.3	

N.A. : 測定せず。

分解物の同定及び特徴付け

未変化の親化合物【P】の他、分解物として炭素が同定された。

及び放射性二酸化

分解物プロファイル (表 2)

未変化の親化合物【P】は第 0 日の 96.3%AR から試験終了時 (第 117 日) の 22.7%AR へと経時的に減少し、また 10%AR 以上認められた単一分解物は認められなかった。

微量分解物として、  
られたが、その最大生成量は

が認め  
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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 2：好氣的土壌における親顔愚物/分解物の動態 (%AR、n=2 の平均値)

放射性成分		処理後経過日数 (日)									
		0	1	4	7	14	29	48	61	90	117
抽出放射能	親化合物【P】	96.3	95.3	88.5	78.4	70.9	53.5	40.9	33.9	27.3	22.7
	合計	96.7	95.8	90.6	81.2	73.9	56.4	43.9	36.1	28.6	24.6
<sup>14</sup> CO <sub>2</sub>		n.a.	0.1	1.9	5.1	13.4	26.8	40.6	46.0	52.5	57.4
その他揮発性物質		n.a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
抽出残渣		3.3	4.2	6.1	7.8	10.4	14.1	15.7	16.3	16.7	16.2
総回収率 (%)		100.0	100.2	98.6	94.1	97.7	97.3	100.3	98.3	97.8	98.3

n.a. : 分析せず

#### 分解速度

被験物質フルピラジフロン【P】の分解速度 (DT<sub>50</sub>値及びDT<sub>90</sub>値) を適合性が最良であった DFOP モデルで算出した結果、DT<sub>50</sub>値及びDT<sub>90</sub>値はそれぞれ 33.0 日及び 221.3 日であった。

モデル	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)	Chi <sup>2</sup> 値
DFOP	33.0	221.3	2.0

#### 分解経路

フルピラジフロン【P】の好氣的土壌中での分解経路を次頁に示す。

親化合物フルピラジフロン【P】は未抽出放射能の形成と二酸化炭素となる無機化作用の主分解反応を受けると考えられた。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

好氣的土壤中でのフルピラジフロン【P】（コード BY102960）の想定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### IV. 水中動態試験

##### 1. 加水分解動態試験

(資料No. 動態6)

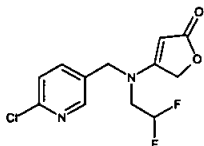
試験機関:

[GLP 対応]

報告書作成年: 2011 年

供試標識化合物 (  $^{14}\text{C}$  標識体、以下 標識体とする。 ) :

構造式:



比放射能: MBq/mg ( mCi/mMole)

放射化学的純度: %

\*: 標識位置

化学名: 4-[[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【供試緩衝液】

以下の3種類のpHの緩衝液を調製した。

なお緩衝液の調製に使用した水はMilli-Q精製水であった。緩衝液調製後にオートクレーブを用いて滅菌処理を行った。

- ・ pH 4 緩衝液 (0.01M 酢酸ナトリウム/酢酸緩衝液)  
0.2gの酢酸ナトリウムを250mLの水に加えて0.01M酢酸ナトリウム水溶液を調製し、これと0.6mLの氷酢酸を1000mLの水に加え、供試pH4緩衝液を調製した。
- ・ pH 7 緩衝液 (0.01M トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン緩衝液)  
1.51gの0.1Mトリス(ヒドロキシメチル)アミノエタンを125mLの水に加えて0.1M水溶液を調製し、この水溶液105mLを1000mLの0.01M塩酸水溶液に加えて供試pH7緩衝液を調製した。
- ・ pH 9 緩衝液 (0.01M ホウ酸緩衝液)  
0.2gの水酸化ナトリウムを50mLの水に加えて0.1M水酸化ナトリウム水溶液を調製し、この溶液40mLを0.01Mホウ酸水溶液に加えて窮しpH9緩衝液を調製した。

#### 【試験方法】

##### 試験条件

試験温度:  $50 \pm 0.5^\circ\text{C}$  (暗所)

培養期間: 最長5日間

試験設定濃度: 0.1 mg 有効成分/L (アセトニトリル含有量: 0.85%)

試験容器: スクリューキャップ付き褐色バイアル (テフロン加工)

##### 処理溶液及び試験溶液の調製

FUR 標識体をアセトニトリルに加え、濃度 1.089mg/L の処理溶液を調製した。各 10mL の供試緩衝液に 85 $\mu\text{L}$  の処理溶液を加え、試験溶液を調製した。

処理終了後に、所定期間にわたって培養した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### 試料の採取

培養開始直後、開始後 1、2、3、4 及び 5 日（計 6 時点）に各 pH からそれぞれ 2 連の試験容器を採取した。

試験容器の採取後に、試験溶液の一部を pH 測定及び 3M Petrifilm™ aerobic 好気性菌数プレートによる滅菌性の確認に供した。

なお、別途実施された予備試験において揮発性物質の生成が認められなかったため、本試験で揮発性物質の捕集は行わなかった。

#### 試験溶液中の放射能測定、分解物の定量/同定

試験溶液中の放射能は液体シンチレーションカウンター（LSC）で測定し、放射性成分の定量は試験溶液を放射能検出器付き高速液体クロマトグラフィー（ラジオ HPLC）に直接注入して行った。

放射性成分の同定は、液体クロマトグラフィー/質量分析（ESI）で実施した。

#### 【試験結果】

##### 物質収支（試験溶液中の放射能）

本試験及びおける物質収支を表 1 に示す。

試験溶液中の放射能は、処理放射能（AR）に対して pH4、pH7 及び pH9 でそれぞれ 95.8~100.9%（平均：98.8%AR）、95.0~102.7%AR（平均：99.4%AR）及び 100.3~101.2%（平均：100.7%AR）と良好であった。

これらの値から、試験容器への吸着は無視しうると考えられた。

表 1：物質収支（表中の値は処理放射能（AR）に対する%（%AR、n=2 の平均値）

試験 pH	培養開始後の経過日数						平均±標準偏差
	直後	1 日	2 日	3 日	4 日	5 日	
pH 4	100.6	100.9	95.8	98.4	100.7	96.5	98.8±2.3
pH 7	98.8	95.0	99.0	99.7	102.7	101.3	99.4±2.6
pH 9	100.6	101.2	100.5	100.3	101.2	100.3	100.7±0.4

##### 培養期間中の pH 及び滅菌状態の維持

各試験条件下において、試験溶液の pH は設定 pH に保たれ、また滅菌状態も維持されていた。

##### 分解物の同定及び生成量（表 2）

試験溶液中の放射性成分の生成量を表 2 に示す。

試験溶液中の放射性成分として、未変化の親化合物【P】のみが同定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

最長 5 日間の培養終了時に、未変化の親化合物【P】は各 pH においてそれぞれ 92.1% AR (pH 4)、96.6%AR (pH 7) 及び 95.8%AR (pH 9) の量で残存していた。

各 pH とも被験物質はほとんど分解しなかった。種類の未知物質が認められたが各生成量は であった。

表 2：試験溶液における放射性成分の動態（表中の数値は%AR、n=2 の平均値±標準偏差）

試験 pH	放射性成分	培養開始後の経過日数					
		直後	1 日	2 日	3 日	4 日	5 日
pH4	親化合物【P】	96.2±1.2	96.1±1.9	91.2±0.2	93.7±1.6	96.3±0.5	92.1±3.6
	回収率	100.6±0.9	100.9±1.6	95.8±0.1	98.4±1.6	100.7±0.7	96.5±3.8
pH7	親化合物【P】	94.5±1.0	90.7±6.0	94.3(*)	95.1±2.1	97.8±0.1	96.6±0.4
	回収率	98.8±1.6	95.0±5.9	99.0(*)	99.7±2.2	102.7±0.2	101.3±0.3
pH9	親化合物【P】	95.8±0.7	97.5±1.1	96.2±0.2	95.8±0.1	96.9±0.2	95.8±1.1
	回収率	100.6±0.9	101.2±0.2	100.5±0.4	100.3±0.1	101.2±0.1	100.3±1.2

\* : n=1 の値

#### 被験物質の加水分解速度及び加水分解経路

pH4、pH7 及び pH9 において被験物質の分解が認められなかったため、加水分解速度 (DT50 及び DT90 値) は算出しなかった。

親化合物【P】は、暗所及び滅菌条件下の水中において安定であると考えられた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### IV. 水中動態試験

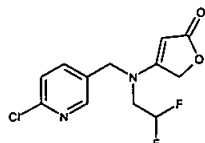
##### 2. 水中（滅菌緩衝液中）光分解動態試験

（資料No. 動態7）

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

供試標識化合物（<sup>14</sup>C 標識体、以下 標識体とする。）：

構造式：



比放射能： MBq/mg ( mCi/mMole)

放射化学的純度： %

\*：標識位置

化学名：4-[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【試験系】

供 試 水：滅菌した 0.01M リン酸カリウム緩衝液  
(2.72 g のリン酸二水素カリウムを 1.9L の Milli-Q 精製水に溶解し、1M 酸化カリウムで pH 7 に調整後に Milli-Q 精製水で 2.0L 定容とした。)

設定試験濃度：1mg/L (実測濃度 1.11 mg/L、共存溶媒としてアセトニトリルを 0.02% 含有)

試験温度：25±1℃

光照射装置：Suntest CPS 照射装置

光照射容器：密封式石英ガラス製

光源：キセノンランプ（フィルターにより 290nm 未満の波長光を除去）

光強度：680W/m<sup>2</sup>（測定波長範囲：300～800nm）

照射期間：最長 35 時間

#### 【試験方法】

224μL の標識体アセトニトリル溶液を 900mL の供試 pH7 緩衝液で希釈し、0.22μm 滅菌フィルターで滅菌して試験水を調製した。この試験水 20mL を各光照射容器に移し替えた後に照射容器を密栓した。暗対照試料として、試験水 20mL を滅菌した褐色瓶に移し替えて暗対照試験容器を密栓した。

光照射試験系では、光照射容器を Suntest CPS 照射装置内に設置し、最長 35 時間にわたって連続的に光照射した。暗対照試験系では、暗対照試験容器をそれぞれ培養チャンバ内に設置し、所定期間にわたって培養した。

光照射試験系及び暗対照試験系とも、揮発性物質を捕集するトラップを設置しなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

照射開始後、次の時点で試料を採取した。

	採取時点 (試験開始後の経過時間, hr)							
	0	4	8	12	16	22	28	35
光照射試験系の採取数	2	2	2	2	2	2	2	2
暗対照試験系の採取数	1	1	1	1	1	1	1	1

また各採取時点で試験水の pH 及び 3M Petrifilm™ 好気性菌数プレートでの滅菌状態の確認を行った。

試験水中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。  
 試験水中の放射性成分の定量は放射能検出器付き高速液体クロマトグラフィー (ラジオ HPLC) で行い、同定及び特徴付けは一次元薄層クロマトグラフィー (TLC) による認証済標準品とのコクロマトグラフィー、液体クロマトグラフィー/質量分析 (LC/MS 及び LC/MS-MS) 及び液体クロマトグラフィー/核磁気共鳴スペクトロメトリー (LC-NMR) により行った。

また親化合物【P】の残存量に基づいて、光分解速度定数及び光分解速度 (DT50 及び DT90 値) を算出した。

#### 【試験結果】

試験水の滅菌状態及び pH 及び溶存酸素：

照射期間を通じて滅菌状態が維持されていた事が確認され、また pH は 6.94~7.02 の範囲にあった。

物質収支 (表 1)：

試験水 (光照射試験系及び暗対照試験系) から回収された放射能 (物質収支) を、表 1 に示す。

光照射試験系の物質収支は、各採取時点の平均値として処理放射能 (AR) に対して 100.6% であり、暗対照試験系の物質収支は各採取時点の平均値として 101.1% であった。

表 1：試験水から回収された放射能 (処理放射能 AR に対する%)

	採取時点 (試験開始後の経過時間, hr)								平均値±標準偏差
	0	4	8	12	16	22	28	35	
光照射 (*)	99.5	100.8	100.3	101.2	100.3	100.1	101.5	101.2	100.6±0.8
暗対照 (#)	101.0	100.8	101.4	101.4	99.6	101.4	101.4	101.4	101.1±0.6

\*：2連の平均値、#1連の値

分解物の同定：

試験水中の放射性成分として、未変化の親化合物【P】の他、

が同定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

分解物の生成量 (表 2～表 3)

光照射試験系及び暗対照試験系の分解物生成量を、それぞれ表 2 及び表 3 に示す。

光照射試験系

35 時間の光照射により、親化合物【P】は照射開始直後の 98.1%AR から照射終了時の 8.4%AR へと減少した。

主要光分解物として、

照射終了時点では、  
 は  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  が認められた。  
 へと減少した。  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  に到達し、  
 は  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  となった。

一方、微量分解物として  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  が認められ、  
 その最大生成量は  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  であった。

また、HPLC において 2 種類の極性域が認められたが、  
 を超える単一成分は認められなかった。

合計で  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_2$  のその他の微量分解物が認められたが、  
 を上回る個別成分は認められなかった。

暗対照試験系

暗条件下において親化合物【P】は安定であり、各採取時点で親化合物【P】のレベルは 95%AR 以上であった。

表 2：光照射試験系の放射性成分の動態 (処理放射能 AR に対する%、n=2 の平均値)

	試験開始後の経過時間 (hr)							
	0	4	8	12	16	22	28	35
親化合物【P】	98.1	86.8	71.8	55.3	55.7	41.3	14.1	8.4
総回収率	99.5	100.8	100.3	101.2	100.3	100.1	101.5	101.2

表 3 : 暗対照試験系での放射性成分の動態 (処理放射能 AR に対する%, n=1 の値)

	試験開始後の経過時間 (hr)							
	0	4	8	12	16	22	28	35
親化合物【P】	100.1	98.9	99.8	100.2	98.4	100.1	100.3	100.1
総回収率	101.0	100.8	101.4	101.4	99.6	101.4	101.4	101.4

光分解速度 :

光分解速度定数及び光分解速度 (DT50 及び DT90 値) を下表に示す。また申請者が算出した北緯 35 度及び春期太陽光 (4~6 月) 条件下における DT50 値も示す。

pH7 の緩衝液中における DT50 値 (実験条件下) は 13.8 時間であり、親化合物【P】は速やかに光分解された。また北緯 35 度及び春期太陽光 (4~6 月) 条件下における DT50 値は 3.7 日と算出された。

	実験条件下			春期太陽光 (北緯 35 度) 条件での DT50 (days) (申請者が算出)
	分解速度定数 (hr <sup>-1</sup> )	DT50 (hrs)	DT90 (hrs)	
光照射試験系	0.0503	13.8	45.8	3.7 (89.2hr)

以上の結果、親化合物【P】は pH 7 の緩衝液中で光分解を受け、実験条件下の DT50 値は 13.8 時間であった。春期太陽光 (北緯 35 度) 条件での DT50 値は 3.7 日と算出された。

処理放射能 (AR) に対して

主要光分解物として、  
が認められ、微量光分解物として  
が認められた。

親化合物【P】は主要光分解物  
化的脱塩素化により  
また、

へと分解され、同分解物は酸  
に変換された。  
により が  
に直接変換される経路も考えられた。  
は効率的に  
に分解されると考えられた。

へと変換され、更に



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

pH7 緩衝液中における推定光分解経路を示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### IV. 水中動態試験

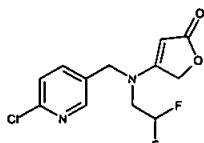
##### 3. 水中（滅菌自然水中）光分解動態試験

(資料No. 動態8)

試験機関：  
[GLP 対応]  
報告書作成年：2011 年

供試標識化合物（<sup>14</sup>C 標識体、以下 標識体とする。）：

構造式：



比放射能： MBq/mg ( mCi/mMole)

放射化学的純度： %

\*：標識位置

化学名：4-[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【試験系】

供試水：滅菌した自然水（湖水）  
（自然水の採取地：米国カンザス州 Olathe, Heritage Park 湖）  
（2010 年 3 月 29 日に水深 0～6 インチ（0～15.24cm）の表層水を採取）

設定試験濃度：1mg/L（共存溶媒のアセトニトリル含有量は<0.03%）

試験設定温度：25±2℃

光照射装置：Suntest CPS 照射装置

光照射容器：密封式石英ガラス製

光源：キセノンランプ（フィルターにより 290nm 未満の波長光を除去）

光強度：680W/m<sup>2</sup>（測定波長範囲：300～800nm）

照射期間：最長 28 時間（北緯 35 度、春期太陽光条件下の 7.5 日間に相当）

#### 【試験方法】

224μL の標識体アセトニトリル溶液を 700mL の自然水で希釈し、0.22μm 滅菌フィルターで滅菌して試験水を調製した。この試験水 20mL を各光照射容器に移し替えた後に照射容器を密栓した。暗対照試料として、試験水 20mL を滅菌した褐色瓶に移し替えて暗対照試験容器を密栓した。

光照射試験系では、光照射容器を Suntest CPS 照射装置内に設置し、最長 28 時間にわたって連続的に光照射した。暗対照試験系では、暗対照試験容器をそれぞれ及び暗条件下の培養チャンバ内に設置し、所定期間にわたって培養した。

光照射試験系及び暗対照試験系とも、揮発性物質を捕集するトラップを設置しなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

照射開始後、次の時点で試料を採取した。

	採取時点 (試験開始後の経過時間、hr)						
	0	4	8	12	16	22	28
光照射試験系の採取数	2	2	2	2	2	2	2
暗対照試験系の採取数	1	1	1	1	1	1	1

また各採取時点で試験水の pH 及び 3M Petrifilm™ 好気性菌数プレートでの滅菌状態の確認を行った。

試験水中の放射能測定は液体シンチレーションカウンター (LSC) で行った。  
 試験水中の放射性成分の定量は放射能検出器付き高速液体クロマトグラフィー (ラジオ HPLC) で行い、同定及び特徴付けは一次元薄層クロマトグラフィー (TLC) による認証済標準品とのコクロマトグラフィー、液体クロマトグラフィー/質量分析 (LC/MS 及び LC/MS-MS) 及び液体クロマトグラフィー/核磁気共鳴スペクトロメトリー (LC-NMR) により行った。

また親化合物【P】の残存量に基づいて、光分解速度定数及び光分解速度 (DT50 及び DT90 値) を算出した。

#### 【試験結果】

試験水の pH 及び滅菌状態：

照射期間を通じて、pH は 7.80~8.16 (光照射試験系、平均 8.01) 及び 8.01~8.13 (暗対照試験系、平均 8.06) の範囲にあった。

滅菌状態は、光照射試験系では照射期間を通じて維持されていた。

一方、暗対照試験系では照射開始後 22 時間の試験水にコロニー形成が認められた。しかしながら、暗対照試験系では同時点の親化合物【P】の値がその前後 (照射開始後 16 時間及び 28 時間) の値よりも高かったことから、試験結果への影響は無視しうると考えられた。

物質収支 (表 1)：

試験水 (光照射試験系及び暗対照試験系) から回収された放射能 (物質収支) を、表 1 に示す。

光照射試験系の物質収支は、各採取時点の平均値として処理放射能 (AR) に対して 98.1 % であり、暗対照試験系の物質収支は各採取時点の平均値として 98.5% であった。

表 1：試験水から回収された放射能 (処理放射能 AR に対する %、%AR)

	採取時点 (試験開始後の経過時間、hr)							平均値 ± 標準偏差
	0	4	8	12	16	22	28	
光照射 (*)	96.1	98.3	99.0	99.7	97.6	96.9	98.9	98.1 ± 1.3
暗対照 (#)	99.1	98.9	98.3	99.8	98.1	98.2	97.1	98.5 ± 0.9

\* : 2 連の平均値、#1 連の値

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

分解物の同定：

試験水中の放射性成分として、未変化の親化合物【P】の他、

が同定された。

分解物の生成量（表 2～表 3）

光照射試験系及び暗対照試験系の分解物生成量を、それぞれ表 2 及び表 3 に示す。

光照射試験系

28 時間の光照射により、親化合物【P】は照射開始直後の 95.1%AR から照射終了時の 17.2%AR へと減少した。

主要光分解物として、

が認められた。

は経時

的に増加し、  
となった。

一方、微量分解物として

が認められ、

その最大生成量は であって。

また、HPLC において 種類の極性域が認められたが、これら 2 種類の極性域を合わせて TLC で分析した結果、 を超える単一成分は認められなかった。

その他に未同定の微量分解物が認められたが、 を上回る単一成分は認められなかった。

暗対照試験系

暗条件下において親化合物【P】は安定であり、各採取時点での親化合物【P】のレベルは 96.0%AR 以上であった。

表 2：光照射試験系の分解物生成量（処理放射能 AR に対する%、%AR、n=2 の平均値）

	試験開始後の経過時間 (hr)						
	0	4	8	12	16	22	28
親化合物【P】	95.1	85.0	72.7	64.0	55.7	21.8	17.2
総回収率	96.1	98.3	99.0	99.7	97.6	96.9	98.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 3 : 暗対照試験系の分解物生成量 (処理放射能 AR に対する %、%AR、n=1 の値)

	試験開始後の経過時間 (hr)						
	0	4	8	12	16	22	28
親化合物【P】	98.0	97.7	97.5	98.7	96.6	97.5	96.0
総回収率	99.1	98.9	98.3	99.8	98.1	98.2	97.1

光分解速度 :

算出された光分解速度定数、光分解速度 (DT50 及び DT90 値)、北緯 35 度及び春期太陽光 (4~6 月) 条件下における DT50 値を示す。

滅菌自然水中における DT50 値 (実験条件下) は 14.0 時間であり、親化合物【P】は速やかに光分解された。また北緯 35 度及び春期太陽光 (4~6 月) 条件下における DT50 値は 3.8 日と算出された。

	実験条件下			春期太陽光 (北緯 35 度) 条件での DT50 (days)
	分解速度定数 (hr <sup>-1</sup> )	DT50 (hrs)	DT90 (hrs)	
光照射試験系	0.0495	14.0	46.5	3.8

以上の結果、親化合物【P】は滅菌した自然水中で光分解を受け、実験条件下の DT50 値は 14.0 時間であった。春期太陽光 (北緯 35 度) 条件での DT50 値は 3.8 日と算出された。

処理放射能 (AR) に対して

主要光分解物として、  
が認められ、微量光分解物として  
が認められた。

親化合物【P】は主要光分解物  
化的脱塩素化により  
また、

へと分解され、同分解物は酸  
に変換された。  
親化合物【P】が  
に直接変換される経路も考えられた。  
は効率的に  
に分解されると考えられた。

へと変換され、更に

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

滅菌自然水中における推定光分解経路を示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## V. 土壌吸着性

### 1. フルピラジフロン【P】の土壌吸着性/脱着性試験

(資料No.吸着1)

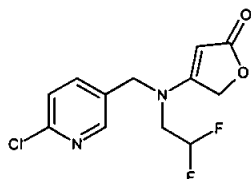
試験機関:

[GLP 対応]

報告書作成年: 2008 年

供試標識化合物 (ピリジニルメチル-<sup>14</sup>C 標識体、以下 PYM 標識体):

構造式:



比放射能: MBq/mg ( μ Ci/mg)  
放射化学的純度: % ( )

\*: <sup>14</sup>C-標識位置

化学名: 4-[[[6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

### 供試土壌

次に示す 4 種類の海外土壌 (ドイツ土壌) を使用した。

土壌採取国	ドイツ				
土壌呼称 (略称)	Laacher Hof AXXa (AX)	Howfchen am Hohensch 4a (HF)	Hanscheiderhof (HN)	Dollendorf II (DD)	
土壌採取地 (市町村名/州名)	Monheim / Northrhine- Westfalia	Burscheid / Northrhine- Westfalia	Burscheid / Northrhine- Westfalia	Blankenheim / Northrhine- Westfali	
土性 (USDA)	砂壤土	壤土	壤土	壤土	
砂 (%)	73	39	35	33	
シルト (%)	18	46	50	42	
粘土 (%)	9	15	15	25	
有機炭素含有率 (%)	2.1	2.4	2.2	5.1	
陽イオン交換容量 (meq/100 g 乾土)	9.4	12.3	8.8	20.3	
pH	0.01M CaCl <sub>2</sub>	6.2	6.6	5.3	7.2
	H <sub>2</sub> O	6.6	7.0	5.7	7.4
	KCl	6.1	6.4	4.9	7.0
OECD 土壌 No.	No.5 に類似	No.3 に類似	No.4 に類似	No.2 に類似	

### 試験温度及び試験容器

試験温度: 20±1°C (暗所)

試験容器: スクリューキャップ付きテフロン加工遠沈管 (容量 43mL)

## 試験方法

### 1) 試験溶液の調製

PYM 標識体を 5mL のアセトニトリル/Milli Q 精製水混合液 (1/1, v/v) に溶解して保存原液とした。保存原液を 0.01M 塩化カルシウム ( $\text{CaCl}_2$ ) 水溶液で希釈し、被験物質濃度 10mg/L (予備試験のみ)、1mg/L、0.3mg/L、0.1mg/L、0.03mg/L、0.01mg/L の処理溶液を調製した。

### 2) 予備試験

予備試験において、被験物質濃度 10mg/L の処理溶液を用いて土壌/水比、吸着平衡化時間及び脱着平衡化時間の測定、試験容器への吸着を含む被験物質の安定性の測定が行われた。

#### 土壌/水比の測定

土壌/水比が 1/4、1/3 及び 1/2 となるように各供試土壌を試験容器に量り取り、18mL の 0.01M  $\text{CaCl}_2$  水溶液を添加して 24 時間の予備平衡化を行った。その後、処理溶液 2mL を添加し、96 時間にわたって振とう攪拌した。遠心分離後に上澄み液を採取し、液体シンチレーション計測 (LSC) 及び高速液体クロマトグラフィー (HPLC) に供した。1/4 の土壌/水比で各土壌とも上澄み液からの放射能回収率が高く且つ被験物質の分解が認められなかったため、高次試験での土壌/水比を「1/4」とした。

#### 被験物質の安定性及び吸着平衡化時間の測定

##### 試験容器への吸着を含む被験物質の安定性

試験容器への被験物質の吸着を含めた被験物質の安定性を測定するブランク試料として、土壌を除去した同条件で 96 時間攪拌して試料を採取した。採取試料を LSC (放射能測定) 及び高速液体クロマトグラフィー (HPLC、被験物質の分析) に供した。

##### 吸着平衡化時間

各供試土壌 5g (乾土重) を試験容器に量り取り、0.01M  $\text{CaCl}_2$  溶液を加えて短くとも 24 時間にわたって予備平衡化を行った。処理溶液 2mL を加え、6 時間、24 時間、48 時間、72 時間及び 96 時間にわたって振とう攪拌 ( $30 \pm 2$  rpm) し、遠心分離で採取した上澄み液の一部を LSC に供した。土壌が存在しない対照試料についても同様に行った。

また、遠心分離後の土壌残渣をアセトニトリル/Milli-Q 精製水混合液 (50/50, v/v、16mL、2 回)、アセトニトリル/Milli-Q 精製水混合液 (80/20, v/v、16mL、1 回) 及びアセトニトリル (16mL、1 回) の順に 30 分間振とう抽出し、各抽出物を合わせて LSC 及び HPLC に供した。

##### 脱着平衡化時間の測定

24 時間にわたって吸着平衡化させた遠沈管を遠心分離し、上澄み液を除去した。除去した上澄み液と同容量の 0.01M  $\text{CaCl}_2$  水溶液を試験管に加え、所定時間 (6、24、48 及び 96 時間) にわたって振とう攪拌 ( $30 \pm 2$  rpm) し、遠心分離で採取した上澄み液の一部を LSC に供した。結果として、振とう攪拌開始 24 時間後に被験物質の平衡化濃度が認められたため、本試験での脱着平衡化時間を 24 時間とした。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### 4) 本試験

##### 吸着性試験

各土壌 5g を 18mL の 0.01M CaCl<sub>2</sub> 水溶液で 24 時間にわたって予備平衡化した。その後、各被験物質濃度 (1mg/L、0.3mg/L、0.1mg/L、0.03mg/L、0.01mg/L) の処理溶液 2mL を添加し、暗条件下で 24 時間にわたって吸着操作 (振とう攪拌) を 1 回行った。操作終了後に遠心分離により上澄み液と土壌に分離した。上澄み液を採取し、その容量を測定後に LSC による放射能測定に供した。

##### 脱着性試験

吸着性試験で除去された上澄み液を新鮮な 0.01M CaCl<sub>2</sub> 水溶液で置換し、試験容器を暗条件下での 24 時間の脱着操作 (振とう攪拌) を 1 回行った。攪拌終了後に遠心分離により上澄み液と土壌に分離した。上澄み液を採取し、その容量を測定後に LSC による放射能測定に供した。土壌残渣を凍結乾燥後に燃焼させて LSC で放射能を測定した。

##### 物質収支

各土壌における物質収支を、吸着性/脱着性操作後の上澄み液中放射能と最終脱着操作後の土壌中放射能の合計として算出した。

## 試験結果

### 1) 予備試験

#### 被験物質の安定性及び (表 1~2)

表 1 に 0.01M CaCl<sub>2</sub>水溶液中における被験物質の安定性を、表 2 に吸着上澄み液中の放射能濃度推移を示す。

最長 96 時間の振とう攪拌において、被験物質は 0.01M CaCl<sub>2</sub>水溶液中での安定であった (表 1)。また土壌存在下においても、供試 4 土壌で上澄み液中及び土壌中から処理放射能 (AR) に対して計 90%以上が被験物質として回収された (表 2)。

表 1 : 0.01M CaCl<sub>2</sub>水溶液中での被験物質安定性

濃度	平衡化時間 (hr)		平衡化後の放射能 (%AR)	HPLC による純度 (面積%)	被験物質質量 (%AR)	
					個別値	平均 *
10 mg/L	24	反復 1	98.47	99.4	97.9	97.7
		反復 2	98.40	99.1	97.5	
	48	反復 1	98.63	99.3	97.9	97.9
		反復 2	98.60	99.3	97.9	
	72	反復 1	98.70	99.1	97.8	97.9
		反復 2	98.72	99.2	97.9	
	96	反復 1	98.66	99.1	97.8	97.5
		反復 2	98.12	99.1	97.2	

\* : 申請者が算出

表 2 : 吸着上澄み液中の濃度推移 (処理放射能 AR に対する%、%AR)

供試土壌\攪拌時間	0 hr (*)	6 hr	24 hr	48 hr	72 hr	96 hr
AX 土壌 (砂壤土)	100.0	66.7	63.6	62.3	61.8	60.4
HF 土壌 (壤土)	100.0	65.5	62.8	62.2	60.0	59.6
HN 土壌 (壤土)	100.0	64.6	60.0	58.7	57.5	56.6
DD 土壌 (壤土)	100.0	52.0	48.8	46.7	44.9	44.5
対照試料	100.0	98.8	98.7	98.9	98.9	98.6

(\*) : 0 hr の値は理論値。

#### 吸着平衡化時間の設定 (表 3)

表 3 に吸着平衡化時間の測定における物質収支を示す。

供試 4 土壌における被験物質の吸着平衡化は 24 時間以内に達成され、結果として本試験における吸着平衡化時間が 24 時間に設定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 3：吸着平衡化時間の測定における物質収支（振とう攪拌 96 時間後）

		AX 土壌 (砂壌土)	HF 土壌 (壤土)	HN 土壌 (壤土)	DD 土壌 (壤土)
①	上澄み液中放射能 (%AR)	51.4	49.4	46.1	34.9
②	上澄み液中の被験物質量 (上澄み液中放射能に対する%)	97.3	97.5	97.7	96.7
③	土壌中放射能 (%AR)	45.0	47.5	50.0	60.6
④	土壌中の被験物質量 (土壌中放射能に対する%)	97.9	98.0	97.7	97.7
土壌抽出残渣		該当無し	該当無し	該当無し	該当無し
被験物質の総回収率 (%AR) (*)		94.0	94.7	93.9	92.9

(\*)：被験物質の総回収率 = (①×②/100) + (③×④/100)、%AR：処理放射能に対する%

#### 脱着平衡化時間の設定（表 4）

表 4 に、脱着上澄み液中の放射能濃度推移を示す。

供試 4 土壌における被験物質の脱着平衡化は 24 時間以内に達成され、結果として高次試験における脱着平衡化時間が 24 時間に設定された。

表 4：脱着上澄み液中の濃度推移（処理放射能 AR に対する%、%AR）

供試土壌\攪拌時間	0 hr (*)	6 hr	24 hr	48 hr	72 hr	96 hr
AX 土壌 (砂壌土)	0	43.9	41.0	39.3	38.1	39.3
HF 土壌 (壤土)	0	41.7	43.8	38.5	36.0	37.4
HN 土壌 (壤土)	0	38.5	36.3	35.0	33.1	32.1
DD 土壌 (壤土)	0	30.6	28.3	25.8	25.6	25.4

(\*)：0 時間（0 時間）の値は理論値。

## 2) 本試験

### 物質収支（表 5）

表 5 に本試験（吸着及び脱着操作）後の物質収支を示す。

各供試土壌及び試験濃度の回収率はいずれも 95%AR 以上であり、有意な放射能損失は認められなかった。

表 5：高次試験（吸着及び脱着操作後）の物質収支（%AR）

試験濃度\土壤	AX 土壤 (砂壤土)	HF 土壤 (壤土)	HN 土壤 (壤土)	DD 土壤 (壤土)
0.01 mg/L	98.4	98.2	97.6	97.2
0.03 mg/L	97.9	97.9	97.6	95.7
0.10 mg/L	97.8	97.1	97.4	96.3
0.30 mg/L	97.4	97.4	97.6	95.9
1.0 mg/L	98.1	98.6	98.3	95.7
平均	97.9	97.8	97.7	96.2

吸着率及び脱着率（表 6）

各土壤における吸着率及び脱着率を表 6 に示す。

供試土壤 AX 土壤（砂壤土）、HF 土壤（壤土）、HN 土壤（壤土）及び DD 土壤（壤土）において、それぞれ被験物質の 34.9～52.9%、36.6～52.3%、38.1～54.3%、50.2～66.4%が土壤に吸着された。

また供試土壤 AX 土壤（砂壤土）、HF 土壤（壤土）、HN 土壤（壤土）及び DD 土壤（壤土）において、吸着された被験物質の 31.5～44.4%、33.8～43.4%、31.0～39.9%及び 22.0～44.4%がそれぞれ脱着された。

表 6：高次試験における土壤への吸着率/脱着率（%）

	試験濃度	AX 土壤	HF 土壤	HN 土壤	DD 土壤
		砂壤土	壤土	壤土	壤土
吸着率	0.01 mg/L	52.9	52.3	54.3	66.4
	0.03 mg/L	50.7	49.1	51.5	64.5
	0.10 mg/L	47.0	45.4	47.1	60.1
	0.30 mg/L	39.9	41.1	43.0	56.5
	1.0 mg/L	34.9	36.6	38.1	50.2
脱着率	0.01 mg/L	31.5	33.8	31.0	22.0
	0.03 mg/L	34.0	35.8	31.3	24.0
	0.10 mg/L	35.7	38.1	34.4	27.0
	0.30 mg/L	40.4	40.8	36.6	28.8
	1.0 mg/L	44.4	43.4	39.9	31.9

フロイントリッヒ 吸着/脱着等温線パラメータ（表 7）

フロイントリッヒの吸着/脱着等温線のパラメータを表 7 に示す。

供試 4 土壤について算出されたフロイントリッヒ吸着等温線の  $K_{F(ads)}$  は 2.077～3.822 mL/g、指数  $1/n$  は 0.8445～0.8682 の範囲にそれぞれあり、試験濃度（0.01～1.0 mg/L）が吸着動態に影響したと示された。

また、有機炭素含有率で除した  $K_{oc(ads)}$  は 74.9～107.0 mL/g と変動し、供試 4 種土壤の平均  $K_{oc(ads)}$  は 93.3 mL/g 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある。

供試4土壤のフロイントリッヒ脱着等温線の  $K_{F(ads)}$  は、4.115~7.056 mL/g の範囲にあった。有機炭素含有率で除した  $Koc(des)$  は 138.4~236.7 mL/g であり、供試4土壤の平均  $Koc(des)$  は 188.9 mL/g であった。

$Koc(ads)$  と比較して  $Koc(des)$  は 1.8~2.2 倍高く、土壤に一旦吸着された被験物質の強い結合が示唆された。

得られた  $K_F$  及び  $Koc$  に基づくと、被験物質は中程度の移動性を示すと考えられた。

表7: フロントリッヒの吸着/脱着等温線パラメータ

供試土壤	吸着				脱着			
	$K_{Fads}$ (mg/L)	1/n	$R^2$	$Koc(ads)$ (mg/L)	$K_{Fdes}$ (mg/L)	1/n	$R^2$	$Koc(des)$ (mg/L)
LH 土壤 (砂壤土)	2.077	0.8445	0.9988	98.9	4.115	0.8786	0.9994	196.0
HF 土壤 (壤土)	2.213	0.8682	0.9999	92.2	4.431	0.9086	0.9999	184.6
HN 土壤 (壤土)	2.354	0.8643	0.9998	107.0	5.208	0.9099	0.9996	236.7
DD 土壤 (壤土)	3.822	0.8648	0.9995	74.9	7.056	0.8923	0.9998	138.4
平均	2.616	0.8604	0.9995	93.3	5.202	0.8973	0.9997	188.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## V. 土壌吸着性

### 2. フルピラジフロン【P】の火山灰土壌を用いた土壌吸着性試験

(資料No. 吸着2)

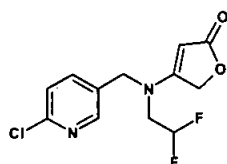
試験機関:

[GLP 対応]

報告書作成年: 2013 年

供試化合物:

構造式:



純度: %

化学名: 4-[[[(6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

### 供試土壌

次に示す 1 種類の火山灰土壌を使用した。

土壌採取地 (市町村名/州名)	茨城県牛久市結束町
土性 (USDA)	壤土
砂 (%)	33.5
シルト (%)	47.0
粘土 (%)	19.5
土壌分類	黒ボク土 (火山灰土壌)
有機炭素含有率 (%)	4.85
陽イオン交換容量 (meq/100 g 乾土)	28.2
pH	0.01M CaCl <sub>2</sub>
	6.1
OECD 土壌 No.	No.2 に類似

### 試験温度及び試験容器

試験温度: 25±1°C (遮光条件下)

試験容器: スクリューキャップ付きテフロン製遠沈管 (容量 30mL)

## 試験方法

### 1) 試験溶液の調製

被検物質を 0.01M 塩化カルシウム溶液に溶解して 500mg/L の被検物質溶液とした。

この溶液を 0.01M 塩化カルシウム溶液で希釈し、被検物質濃度 50mg/L、20mg/L、5.0mg/L、2.0mg/L 及び 0.50mg/L の添加原液を調製した。

### 2) 吸着速度試験

予備試験において、被検物質濃度 10mg/L の処理溶液を用いて土壌/水比、吸着平衡化時間及び脱着平衡化時間の測定、試験容器への吸着を含む被検物質の安定性の測定が行われた。

#### 土壌/水比の測定

土壌/水比が 1/1、1/5 及び 1/25 (g/L) となるように各供試土壌を試験容器に量り取り、4.5mL の 0.01M 塩化カルシウム溶液を添加した。その後、50mg/L 又は 5.0mg/L の添加原液各 5mL を添加し、24 時間にわたって振とう攪拌した。土壌への吸着率が 20% 以上であった土壌水比「1/5」を選定した。

#### 吸着平衡化時間の測定

##### 試験試料

供試土壌 1.00g を試験容器に量り取り、4.5mL の 0.01M 塩化カルシウム溶液を加えて 16 時間の回転振とう (20 回転/分) を行った。その後に 5.0 mg/L の添加原液 0.5mL を加え (試験濃度 0.5mg/L)、2、4、6、8、24 及び 48 時間にわたって回転振とう (20 回転/分) を行った。

所定時間の回転振とう後に試験試料を取り出し、土壌と上澄み液に分離し、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) で上澄み液中の被検物質量を測定した。

##### 対照試験液

試験容器に 4.5mL に 0.01M 塩化カルシウム溶液を量り取り、16 時間の回転振とう (20 回転/分) を行った。その後に 5.0 mg/L の添加原液 0.5mL を加え (試験濃度 0.5mg/L)、51 時間の回転振とう (20 回転/分) 後に HPLC による被検物質量の測定を行った。

##### 土壌ブランク試料

供試土壌 1.00g を試験容器に量り取り、5.0mL の 0.01M 塩化カルシウム溶液を加えて 16 時間の回転振とう (20 回転/分) を行った。51 時間の回転振とう (20 回転/分) 後に土壌と上澄み液に分離し、HPLC で上澄み液中の被検物質量を測定した。

### 3) 吸着等温試験

試験濃度として、被検物質の水溶解度以下で濃度が 2 桁異なるように 50mg/L、20mg/L、5.0mg/L、2.0mg/L 及び 0.50mg/L の 5 濃度を設定した。

試験容器に土壌 1.00g を量り取り、0.01M 塩化カルシウム溶液 4.5mL を添加し、16 時間の回転振とう (20 回転/分) を行った。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

その後、被検物質濃度 50mg/L、20mg/L、5.0mg/L、2.0mg/L 及び 0.50mg/L の添加原液各 0.5mL を対応する試験容器に加え、吸着平衡化時間（48 時間）にわたって回転振とう（20 回転/分）を行った。

振とう終了後に試験試料を取り出し、土壌と上澄み液に分離し、HPLC で上澄み液中の被検物質量を測定した。

また、吸着速度試験と同様の前平衡化条件で各試験濃度の対照試験液及び土壌ブランク試料を調製し、吸着平衡化時間（48 時間）にわたって回転振とう（20 回転/分）を行った。回転振とう終了後に HPLC による対照試験液の被検物質量の測定を行い、土壌ブランク試料は土壌と上澄み液に分離した。

物質収支の検討のため、物質収支の検討のため、試験濃度 50mg/L の土壌をアセトニトリルで 2 回の振とう抽出（10 分間）を行い、抽出物中の被検物質量を HPLC で測定した。



## 試験結果

### 1) 吸着速度試験

吸着平衡化時間の測定及び被検物質の安定性 (表 1)

表 1 に各時点における被検物質の土壌への吸着率を示す。また、表 2 に対照試験液における被検物質安定性を示す。

この試験結果に基づき、平衡状態に到達したと考えられる時間及び吸着率の変化率が 5%以内となる吸着平衡化時間として、48 時間を選択した。

また、回転振とう 51 時間後の対照試験液における被検物質残存率は 102%であり、0.01M 塩化カルシウム溶液中で安定と考えられた。

表 1：土壌吸着率

振とう時間	2 時間	4 時間	6 時間	8 時間	24 時間	48 時間
吸着率 (%)	40.3	45.9	50.2	51.7	60.9	63.9
変化率 (%)	該当無し	14.0	9.26	3.07	17.7	4.84

### 2) 吸着等温試験

フロイントリッヒ 吸着等温線パラメータ (表 2)

フロイントリッヒの吸着等温線のパラメータを表 2 に示す。

表 2：フロイントリッヒ 吸着等温線パラメータ

土壌分類	吸着係数 $K_F^{ads}$	1/n	有機炭素含有率で補正した吸着係数 $K_F^{ads_{oc}}$
黒ボク土 (火山灰土壌)	7.24	0.749	149

### 物質収支

試験濃度 50mg/L の土壌試料の物質収支は 90.3%と良好であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

## 参考 I. 植物代謝試験

### 1. りんご（果実、葉）におけるフルピラジフロンの代謝（散布処理）

（資料No. 参考1）

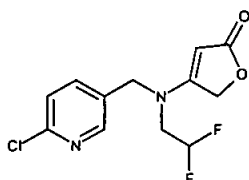
試験機関：

〔GLP 対応〕

報告書作成年：2011 年

供試標識化合物（ 標識体、以下  標識体とする。）：

構造式：



比放射能：  $\mu\text{Ci}/\text{mg}$ （  $\text{MBq}/\text{mg}$ ）

放射化学的純度： %

\*：標識位置

化学名：4-[[[(6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino]furan-2(5H)-one

#### 【試験方法】

作物及び栽培方法：

ドイツ Bayer CropScience AG の試験施設において、（自然太陽光及び自然温度条件下の）ガラス屋根付き栽培エリアでりんご（品種：James Grieve）を栽培した。供試作物（りんご）の樹冠高（CH, canopy height）は 0.5m であり、砂壤土を充填した栽培容器の面積は 0.091m<sup>2</sup>であった。給水方法は土壌への灌水であった。

薬剤処理及び試料採取：

本試験は、単回散布試験区と 2 回散布試験区で構成されている。

PYM 標識体のアセトニトリル溶液と非標識体を混合し、濃縮乾固後に製剤（液剤）白試料及び水と混合して有効成分（ai）を 17.5%又は 17.7%含有する処理液（散布液）を調製した。

本品の単回圃場施用量 75g ai/(ha×mCH) [150 g ai/ha] を担保するように、単回散布試験区及び 2 回散布試験区の開花終期（生育ステージ BBCH69、果実収穫の 98 日前）のりんご樹に処理液 10mL/樹を茎葉散布し、更に 2 回散布処理区では果実収穫の 14 日前（2009 年）にりんご樹に処理液 10mL/樹を散布した。

単回散布試験区及び 2 回散布試験区とも、果実収穫期に果実と葉を採取した。

下表に試験区構成、薬剤処理及び試料採取を要約する。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

試験区構成、薬剤処理及び試料採取

試験区	単回散布処理	2回散布処理
処理方法	茎葉散布	
供試本数	2本	1本
処理量	75 g ai / (ha×mCH)	2回×75 g ai / (ha×mCH)
処理液中の有効成分濃度	17.5% (w/w)	第1回散布処理：17.5% (w/w) 第2回散布処理：17.7% (w/w)
処理日	開花終期（生育ステージ BBCH69）	第1回：開花終期（生育ステージ BBCH69） 第2回：果実収穫の14日前
植物部位の採取日	果実収穫期（生育ステージ BBCH87-89）	
最終処理後の経過日数	98日	14日
採取部位	果実及び葉	

試料の抽出処理及び分画：

各試験区の果実及び葉を、液体窒素中の高速ブレンダーで均質化した。一方、2回散布処理試験区の一部の果実については、ジクロロメタンによる表面洗浄を行い、その後に液体窒素流下的高速ブレンダーで均質化した。

均質化した試料にアセトニトリル/水混合液（8/2, v/v）による3回の抽出次いでアセトニトリル/水混合液（1/1, v/v）の1回の抽出処理を行い、遠心分離で抽出物と抽出残渣を分離した。

抽出物を含量して SPE C18 カードリッジで精製した。流下液をアセトニトリル/水混合液（8/2, v/v）及びメタノール/ジクロロメタン混合液（1/1, v/v）による溶出液を採取し、流下液とアセトニトリル/水混合液（8/2, v/v）画分を合わせて減圧濃縮し、放射能検出器付き逆相高速液体クロマトグラフィー（ラジオ HPLC）による放射性成分の定量に供した。

2回散布処理試験区の果実表面洗浄液は、濃縮後に放射能検出器付き逆相高速液体クロマトグラフィー（ラジオ HPLC）による放射性成分の定量に供した。

図1に2回処理試験で表面洗浄果実以外の試料の抽出手順を、図2に2回処理試験での表面洗浄果実試料の抽出手順をそれぞれ示す。

放射能測定、放射性成分の同定及び定量

液体試料中の放射エネルギーは液体シンチレーションカウンター（LSC）で、また、抽出後の固体試料中の放射エネルギーはオキシダイザーで燃焼後、生じた<sup>14</sup>C<sup>14</sup>CO<sub>2</sub>を液体シンチレーションカウンターで測定した。

代謝物の同定は、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）及び薄層クロマトグラフィー（TLC）における認証済標準品とのコクロマトグラフィーにて行った。

また、単回散布処理試験区の葉の SPE 精製後の抽出物を分取 HPLC で分画し、更に分画して液体クロマトグラフィー/質量分析（LC-MS/MS）で代謝物の構造を解析した。

図 1：抽出手順（2 回処理試験の表面洗浄果実以外）

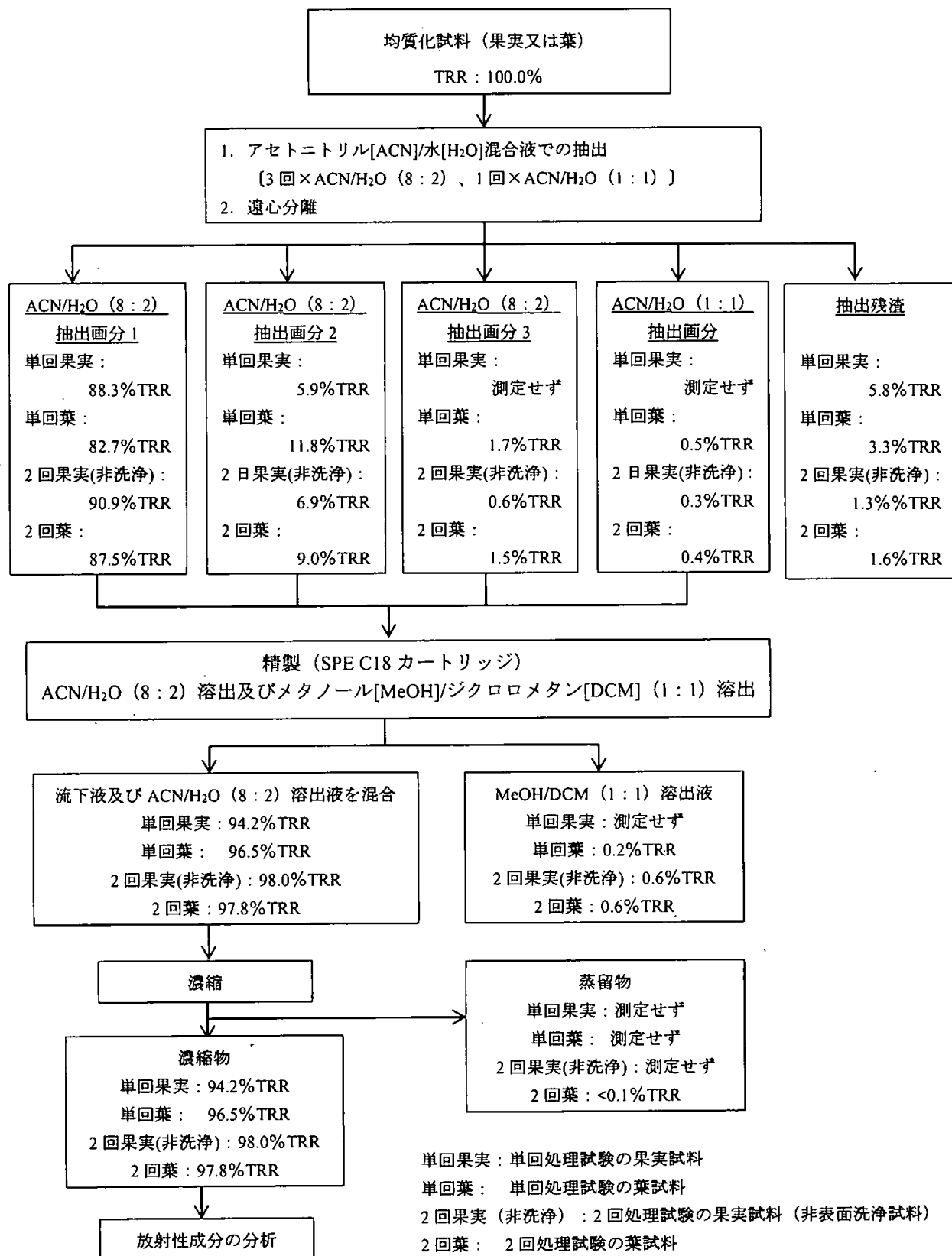
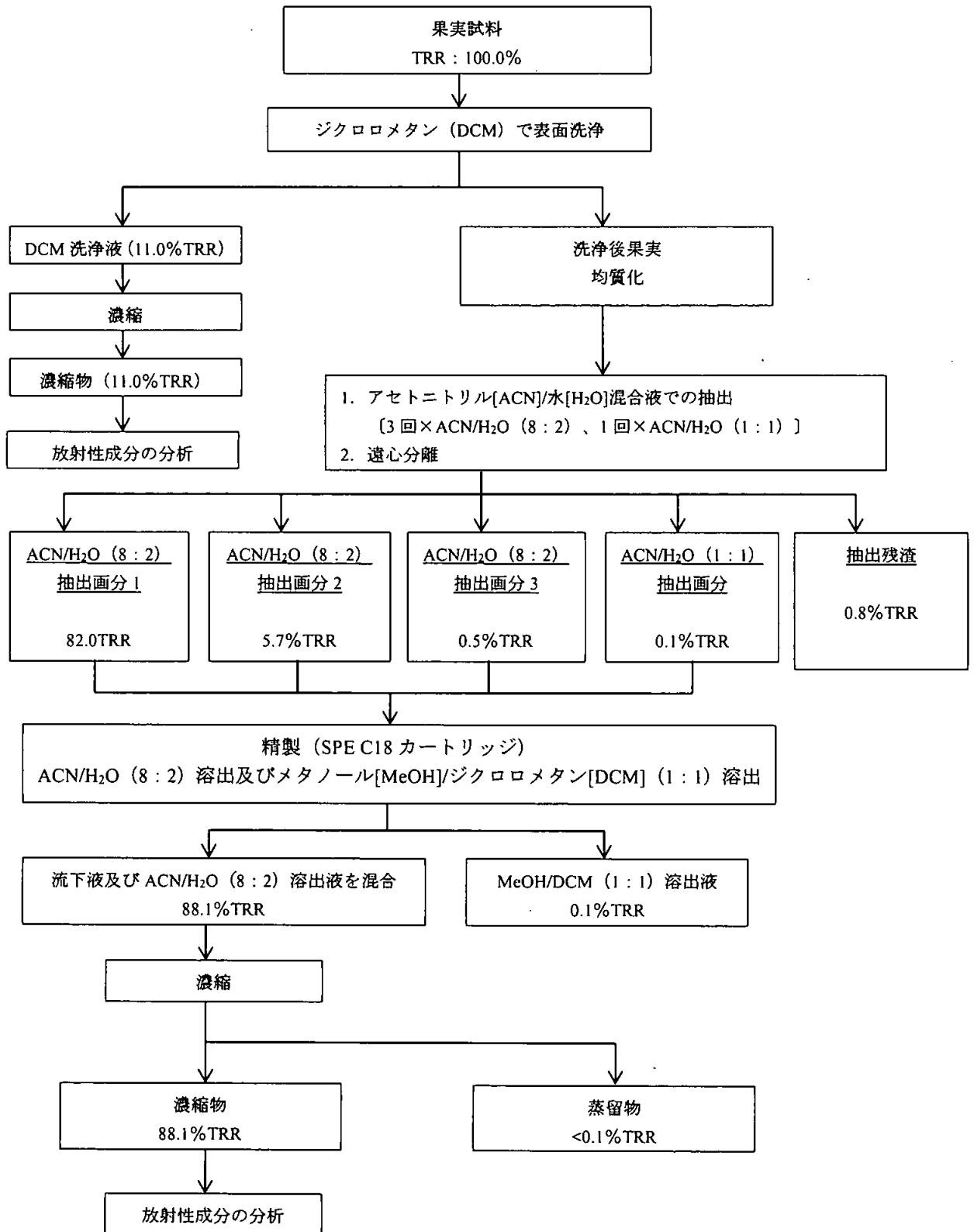


図 2 : 抽出手順 (2 回処理試験の表面洗浄果実)



【試験結果】

放射能分布及び総残留放射能（表1）：

表1に、りんご果実及び葉における総残留放射能（TRR）及び放射能分布を示す。

果実

単回散布処理試験のTRRは0.079 mg eq/kg（親化合物当量濃度）と低かった。

2回散布処理試験のTRRは、ジクロロメタンによる表面洗浄を行った果実で1.868 mg eq/kgであり、非表面洗浄果実では0.545 mg eq/kgであった。

2回散布処理試験で行ったジクロロメタンでの表面洗浄により、11.0%TRR（0.205 mg eq/kg）の放射能が表面洗浄液から回収された。

また、本試験で用いられた抽出方法及び表面洗浄により果実TRRの94.2～99.2%が抽出され、抽出残渣（非抽出性放射能）は5.8%TRR（0.005 mg eq/kg）以下であった。

葉

単回散布処理試験及び2回散布処理試験でのTRRは、それぞれ56.715 mg eq/kg及び134.841 mg eq/kgと高かった。

本試験で用いられた抽出方法により葉TRRの96.7～98.4%が抽出され、抽出残渣（非抽出性放射能）は3.3%TRR（1.855 mg eq/kg）以下であった。

表1：りんご果実及び葉における総残留放射能（TRR）及び放射能分布

	単回散布処理試験				2回散布処理試験					
	果実		葉		果実 (#)		果実		葉	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
TRR (mg/kg)	—	0.079	—	56.715	—	1.868	—	0.545	—	134.181
DCM 表面洗浄液					11.0	0.205				
抽出放射能	94.2	0.074	96.7	54.859	88.2	1.648	98.7	0.538	98.4	132.635
分析供試放射能	94.2	0.074	96.5	54.727	88.1	1.645	98.0	0.534	97.8	131.847
損失放射能	0.0	0.0	0.2	0.132	0.2	0.003	0.6	0.004	0.6	0.788
総抽出放射能	94.2	0.074	96.7	54.859	99.2	1.853	98.7	0.538	98.4	132.635
抽出残渣	5.8	0.005	3.3	1.855	0.8	0.015	1.3	0.007	1.6	2.206
収支	100.0	0.079	100.0	56.715	100.0	1.868	100.0	0.545	100.0	134.841

(#) ジクロロメタン（DCM）による表面洗浄を実施。

代謝物の同定：

放射性成分として、果実及び葉から親化合物フルピラジフロンの他、

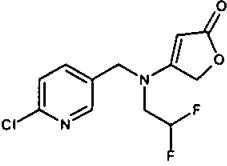
が同定され、

葉のみから

が同定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

同定代謝物

HPLCでの保持時間	代謝物コード (認められた試料)	構造式
約 70 分	親化合物【P】  BYI02960	

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

同定代謝物（続き）

HPLCでの保持時間	代謝物コード (認められた試料)	構造式

代謝物の分布（表2）：

単回散布処理試験の果実及び葉の代謝物プロファイルを表2に、2回散布処理試験の果実及び葉の代謝物プロファイルを表3及び表4にそれぞれ示す。

果実

単回散布処理試験の果実において、果実 TRR に対して 10%以上認められた主要放射性成分は未変化の親化合物【P】のみであり、その量は 43.1%TRR (0.034 mg eq/kg) であった。

親化合物【P】に次ぐ放射性成分として、が  
の生成量で認められた。その他に同定された

の生成量はいずれも

であった。

種類の未同定放射性成分が含量で認められたが、個別未同定成分の最大生成量は  
であった（以上、表2）。

2回散布処理試験の果実においても、果実 TRR に対して 10%以上認められた主要放射性成分は未変化の親化合物【P】のみであり、その量は表面洗浄を行った果実で 88.4%TRR (1.652 mg eq/kg)、非表面洗浄果実で 85.6%TRR (0.467 mg eq/kg) であった（表3）。またジクロロメタンによる表面洗浄を行った果実では、表面洗浄液中放射能の大部分を未変化の親化合物【P】を占めていた（表4）。

単回散布処理試験の果実代謝物プロファイルとは異なり、  
は2回散布処理果実から認められなかった。その他に同定された代謝物の個別生成量も最大で  
であった（表3）。

未同定放射性成分として、表面洗浄果実では計 種類及び  
非表面洗浄果実で 種類の放射性成分が認められたが、個別未同定成分の最大生成量は  
であった（表3）。

以上の結果、散布処理回数にかかわらず果実の主要放射性成分は未変化の親化合物【P】のみであった。

葉

単回散布処理試験の葉において、最も多く認められた放射性成分は未変化の親化合物【P】で



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

あり、その量は葉 TRR に対して 24.5%TRR (13.882 mg eq/kg) であった。親化合物【P】に次ぐ主要放射性成分として、

それぞれ 及び の生成量で認められた。

その他に同定された代謝物の個別生成量は であった。

未同定放射性成分として合計 種類 の放射性成分が特

徴付けられ、個別の未同定成分の最大生成量は であった (以上、表 2)。

2 回散布処理試験の葉においても、未変化の親化合物【P】が最も多く認められた放射性成分であり、その量は 48.2%TRR (64.981 mg eq/kg) であった。親化合物【P】に次ぐ主要放射性成分として、

た。また、 の生成量で認められた。

その他に同定された代謝物の個別生成量は であった。

未同定放射性成分として合計 種類 の放射性成分が特

徴付けられ、個別の未同定成分の最大生成量は であった (以上、表 3)。

表 2 : 単回散布処理試験の代謝物プロファイル (mg/kg : 親化合物当量濃度)

	単回散布処理試験			
	果実		葉	
TRR (mg/kg)	—	0.079	—	56.715
放射性成分	%TRR	mg / kg	%TRR	mg / kg
親化合物【P】	43.1	0.034	24.5	13.882
同定放射能 (計)	78.9	0.062	74.8	42.399
特徴付け (未同定) 放射性成分 (計) 成分数は、果実 : 5 種類、葉 : 15 種類。				
分析された抽出放射能	94.2	0.074	96.7	54.859
未分析の抽出放射能	該当無し	該当無し	0.2	0.132
総抽出放射能	94.2	0.074	96.5	54.727
抽出残渣 (非抽出性放射能)	5.8	0.005	3.3	1.855
収支	100.0	0.079	100.0	56.715

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 3 : 2 回散布処理試験の代謝物プロファイル (mg/kg : 親化合物当量濃度)

	2 回散布処理試験					
	果実				葉	
	表面洗浄有り		表面洗浄無し			
TRR (mg/kg)	—	1.868	—	0.545	—	134.841
放射性成分	%TRR	mg / kg	%TRR	mg / kg	%TRR	mg / kg
親化合物【P】	88.4	1.652	85.6	0.467	48.2	64.981
同定放射能 (計)	98.5	1.839	97.6	0.532	84.5	113.933
特徴付け (未同定) 放射性成分 (計)						
分析された抽出放射能	99.0	1.850	98.0	0.534	97.8	131.847
未分析の抽出放射能	0.2	0.003	0.6	0.004	0.6	0.788
総抽出放射能	99.2	1.853	98.7	0.538	98.4	132.635
抽出残渣 (非抽出性放射能)	0.8	0.015	1.3	0.007	1.6	2.206
収支	100.0	1.868	100.0	0.545	100.0	134.842

N.D. : 非検出。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

表 4 : 2 回散布処理試験 (表面洗浄果実) の代謝物プロフィール (mg/kg : 親化合物当量濃度)

	2 回散布処理試験	
	果実 (表面洗浄有り)	
TRR (mg/kg)	—	1.868
放射性成分	%TRR	mg/kg
ジクロロメタン表面洗浄液 親化合物【P】	10.3	0.193
合計	11.0	0.205
抽出放射能 親化合物【P】	78.1	1.459
抽出放射能 (計)	88.2	1.648
同定放射能 (計、表面洗浄 + 抽出放射能)	98.5	1.839
特徴付け (未同定) 成分 (計)		
未分析の抽出放射能	0.2	0.003
抽出放射能 (計)	99.2	1.853
抽出残渣 (非抽出性放射能)	0.8	0.015
収支	100.0	1.868

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

#### 代謝経路

以上の試験結果に基づくりんごにおける推定代謝経路図を次頁に示す。

フルピラジフロン【P】は次の反応を受けて代謝された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある。

りんごにおける代謝経路