

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

2. 植物代謝に関する試験

(1) 稲及びきゅうりにおける代謝試験

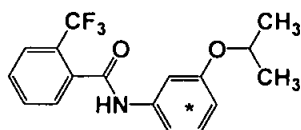
(資料 No. 3)

試験機関：

報告書作成年：1982年

供試標識化合物：

構造式：



*: ^{14}C 標識位置

化学名； α 、 α 、 α -トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-*o*-トルアニリド
(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能；

放射化学的純度；

標識位置の選択理由；

供試植物； 稲 (品種：アキニシキ) 及びきゅうり (品種：サツキミドリ)

試験方法：

処理； ポットに生育させた稲 (最高分けつ期) に、4 cm の深さの田面水に 28 g/a (5~9 μCi /ポット) の割合で施用した。きゅうりはプラスチックポットに1本植し、第二本葉期に 0.1 mg/1.7 μCi /葉の割合で第一本葉表面に塗布した。また、稲における吸収移行を ARG 法で検討したが、この場合には4葉期の稲を水耕し、5 $\mu\text{g/ml}$ の割合で水耕液に施用した。いずれの場合も施用した植物は屋外に放置し、経時的にサンプリングした

抽出及び分析； 施用 1、3、9、27 及び 81 日後、稲地上部を葉と茎に分けて分析した。アセトン及びメタノール抽出液は濃縮後、エーテル可溶と水溶性画分に分けた。水溶性画分中の極性代謝物は酵素あるいは塩酸 (0.2 N) で加水分解後エーテルで抽出し、先のエーテル可溶画分と同様に co-TLC で分析した。きゅうりは施用後 1、3、7 及び 13 日目にサンプリングし、一部は ARG のための押葉とし、他は葉、茎及び根部に分け、稲の場合と同様に分析した。溶液中の放射能は直接、非抽出性のそれは燃焼法ののち LSC で計測した。稲より得られた主な代謝物については、co-TLC の他に GLC 及び GCMS でも分析した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

試験結果：

吸収及び移行 -稲-； 水耕液に施用された ^{14}C -フルトラニルは根から吸収され、茎葉部へもよく移行した。27 時間後には処理量の 17.9% が植物体に移行し、その内 48、22 及び 30% が各々、根、茎部及び葉身に分布した。また、処理放射能は処理後時間に関わらず定量的に回収された。

水耕稲における ^{14}C -フルトラニルの吸収及び移行

部位	放射能分布 (処理量に対する割合、%) ^A							
	処理後時間							
	3 時間		9 時間		27 時間		81 時間	
植物全体	3.4	(100)	4.4	(100)	17.9	(100)	30.1	(100)
葉部	0.1	(3)	0.2	(5)	5.4	(30)	9.7	(32)
茎部	0.4	(12)	0.8	(18)	4.0	(22)	6.3	(21)
根部	2.9	(85)	3.4	(77)	8.5	(48)	14.1	(47)
水耕液	98.1		92.6		80.4		64.3	
合計	101.5		97.0		98.3		94.4	

^A: 括弧内は残留総放射能 (TRR) に対する割合 (%)。

土耕法でもフルトラニルの吸収移行性はよく、稲体中の放射能は経時的に増加し、茎部では 9 日後にそして葉身では 27 日後にそれぞれ最高濃度 101.0 及び 93.7 mg eq. /kg となった。その後、放射能濃度は緩やかに減少し、81 日後ではそれぞれ 35.6 及び 83.0 mgeq. /kg となった。穂部への移行は僅かで、2.19 mg eq. /kg、処理量の 0.88% であり、玄米へは更に少なく 0.50 mg eq. /kg、処理量の 0.16% であった。

土耕稲における ^{14}C -フルトラニルの吸収及び移行

部位	放射能分布 (mg フルトラニル当量/kg dry weight) ^A					乾物重 g
	処理後時間					
	1 日後	3 日後	9 日後	27 日後	81 日後	
穂					2.19 (0.88)	22.48
玄米					0.50 (0.16)	17.86
籾殻					5.67 (0.38)	3.75
穂軸					21.8 (0.34)	0.87
葉	4.8 (0.4)	9.5 (1.1)	67.1 (8.0)	93.7 (17.9)	83.0 (30.6)	20.65
茎	50.5 (2.6)	49.3 (3.9)	101.0 (9.1)	56.7 (10.4)	35.6 (9.1)	14.25
合計	22.3 (3.0)	25.7 (5.0)	81.7 (17.1)	75.6 (28.3)	39.5 (40.5)	57.38

^A: 括弧内は残留総放射能 (TRR) に対する割合 (%)。空欄は試料なし。

稲における代謝

稲において ¹⁴C-フルトラニルは比較的速く代謝をうける。9 日目以降の葉身中の放射能は大半が抽出性又は結合性の代謝物に帰属された。81 日後の葉部より得られた代謝物は、D: 残留総放射能の 31.3%)、B: 同 6.8%)、H: 同 6.5%)、F: 同 2.0%) 及び E: 同 0.3%) であり、茎部においても同様な代謝物が認められた。E) を除いて、代謝物は大部分が抱合あるいは結合型として存在した。これらはいずれも GCMS でも構造が確認された。玄米中には極微量の B) が検出されたのみであった。次表に各部位における代謝物の量を示す。¹ 何れの部位においても、代謝物の大部分が同定でき、これら代謝物は全てアニリン環及び安息香酸環の両者を併せ持つ構造であったことから、当該試験成績によりフルトラニルの安息香酸環の植物中運命も明らかになったものと考えられる。

土耕稲、処理 81 日後の穂中代謝物分析結果

代謝物	記号	残留量								
		処理量に対する割合 (%)			濃度 (mg eq./kg-dry weight)			残留総放射能に対する割合 (%)		
		OS ^A	WS ^A	合計	OS	WS	合計	OS	WS	合計
フルトラニル	A	0.2	<0.1	0.2	0.50		0.50	22.7	< 11.4	22.7
	B	<0.1	<0.1							
	D	0.1	<0.1	0.1	0.25	< 0.25	0.25	11.4	< 11.4	11.4
	E									
	F	<0.1								
	H									
	P-3									
	その他	<0.1	<0.1		< 0.25	< 0.25		< 11.4	< 11.4	
	非抽出画分 ^B	0.48			1.19			54.5		
	合計	0.88			2.19			100.0		

^A: OS, 有機溶媒可溶性画分 (organic soluble) ; WS, 水溶性画分 (water soluble)

^B: 申請者が算出

¹申請者注: 報告書に組織残留量について濃度及び組織残留量の記載がないので、申請者が以下の方法で算出した。

処理量=植物全体フルトラニル当量 ppm×植物乾物重/%処理量=5.6mg 当量

代謝物 ppm=%処理量×処理量 (5.6mg 当量) /組織重量 kg×100

代謝物の%組織残留量=代謝物 ppm/組織の合計残留濃度 ppm×100

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

土耕稲、処理 81 日後の葉中代謝物分析結果

代謝物	記号	残留量											
		処理量に対する割合 (%)				濃度 (mg eq./kg-dry weight)				残留総放射能に対する割合 (%)			
		OS ^A	WS ^A	HD ^A	合計	OS	WS	HD	合計	OS	WS	HD	合計
フルトラニル	A	0.8		0.5	1.3	2.16		1.35	3.52	2.6		1.6	4.2
	B	0.4	0.3	1.4	2.1	1.08	0.81	3.79	5.68	1.3	1.0	4.6	6.8
	D	0.9	3.6	5.1	9.6	2.43	9.73	13.79	25.96	2.9	11.7	16.6	31.3
	E			0.1	0.1			0.27	0.27			0.3	0.3
	F	0.5		0.1	0.6	1.35		0.27	1.62	1.6		0.3	2.0
	H	<0.1	0.4	1.6	2.0	<0.27	1.08	4.33	5.41	<0.3	1.3	5.2	6.5
	P-3		<0.1	1.0	1.0			2.70	2.70			3.3	3.3
	その他	<0.1	0.2	0.9	1.1		0.54	2.43	2.97		0.7	2.9	3.6
	非抽出画分 ^B	12.8				34.87				42.0			
	合計	30.6				83.00				100.00			

^A: OS, 有機溶媒可溶性画分 (organic soluble); WS, 水溶性画分 (Water soluble);
HD, 加水分解遊離画分。

^B: 申請者が算出

土耕稲、処理 81 日後の茎中代謝物分析結果

代謝物	記号	残留量											
		処理量に対する割合 (%)				濃度 (mg eq./kg-dry weight)				残留総放射能に対する割合 (%)			
		OS ^A	WS ^A	HD ^A	合計	OS	WS	HD	合計	OS	WS	HD	合計
フルトラニル	A		3.5	0.5	4.0		13.75	1.96	15.71		38.62	5.52	44.13
	B	0.2	0.5	0.2	0.9	0.79	1.96	0.79	3.54	2.21	5.52	2.21	9.93
	D	0.4	1.0	0.2	1.6	1.57	3.93	0.79	6.28	4.41	11.03	2.21	17.65
	E		0.1		0.1		0.39		0.39		1.10		1.10
	F		0.2		0.2		0.79		0.79		3.09		2.21
	H	0.1	<0.1	0.2	0.3	0.39	<0.39	0.79	1.18	1.10	<1.10	2.21	3.31
	P-3	<0.1		<0.1									
	その他	<0.1	<0.1	<0.1									
	非抽出画分 ^B	2.0				7.71				21.66			
	合計	9.1				35.6				100.00			

^A: OS, 有機溶媒可溶性画分 (organic soluble); WS, 水溶性画分 (Water soluble);
HD, 加水分解遊離画分。

^B: 申請者が算出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

吸収及び移行-きゅうり-；葉面に塗布された¹⁴C-フルトラニルは13日後でも70%が未変化のまま葉面上に付着しており、非処理部の茎葉及び根部への吸収・移行は僅かであった。処理後13日における放射能回収率は処理量の81.3%であった。各時点における放射能の分布を下表に示す。

部位	放射能分布（処理量に対する割合、%）			
	処理後日数			
	1日後	3日後	7日後	13日後
処理葉 （表面洗浄）	98.8 (91.9)	92.5 (91.1)	102.2 (84.8)	80.4 (69.7)
非処理葉	0.5	0.5	0.1	0.8
茎	0.6	0.1	<0.1	0.1
根	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
合計	99.9	93.1	102.3	81.3

きゅうりにおける代謝；処理葉においても、非処理葉においても未変化のフルトラニルが最も著量検出される代謝物であり、これについて、極少量ではあるもののD、Eなどが検出され、稲における代謝と質的に差がないことが確認された。

きゅうりにおける代謝物分析結果（処理13日後）

代謝物	記号	代謝物量（投与量に対する割合、%） ^A		
		処理葉	非処理葉	茎
フルトラニル	A	74.0 (91.0)	0.6 (75.0)	0.1 (100.0)
	B	0.2 (0.2)		
	C			
	D	1.9 (2.3)	0.1 (12.5)	<0.1
	E	0.4 (0.5)	<0.1	
	F	0.1 (0.1)		
	G			
	H	0.1 (0.1)		
	I			
P-3		0.1 (0.1)		
その他未同定代謝物類		0.4 (0.5)	<0.1	<0.1
非抽出画分他		4.2 (5.2)	0.1 (12.5)	
合計		81.3 (100.0)	0.8	0.1 (100.0)

^A: ()内は残留総放射能に対する割合(%, 不検出及び<0.1は0として申請者が算出。)

(2) ばれいしょにおける代謝試験

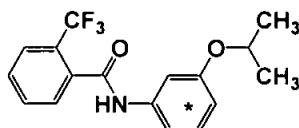
(資料 No. 4)

試験機関：

報告書作成年：1999年 [GLP 対応]

供試標識化合物：

構造式；



*: ¹⁴C 標識位置

化学名；

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-オトルアニリド
(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能；

放射化学的純度；

標識位置の選択理由；

供試植物：

植物；

ばれいしょ (品種：Estima)

栽培；

種芋をハロゲートのリーズロードガーデンセンターから入手、室温に3から4週間保管し、生育力のあるものを選んで処理及び移植に用いた。

試験方法：

処理；

種芋を移植時に ¹⁴C-フルトラニルで処理した。4つの処理群と2つの無処理群を設けた。処理方法は種芋処理(120 mg/kg 種芋)及び畝処理(4.5 kg/ha)とした。代謝物の同定のために、高濃度種芋処理群も設けた。

群	処理法	薬量	収穫時期
A 1	種芋処理	120mg/kg 芋	成熟期 (131日)
A 2	種芋処理	360mg/kg 芋	成熟期 (131日)
A 3	種芋処理	360mg/kg 芋	未成熟期 (52日)
B	土壌処理	4.5kg ai/ha	成熟期 (131日)
C1 無処理区	-	-	成熟期 (131日)
	CO ₂ を介しての放射能の移行を調査		
C2 隔離無処理区	処理群から隔離した場所に作った無処理区。生育の確認		

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

- 処理量の設定根拠； 種芋への予定処理量である 120 mg a. i. /kg に基づき設定した。
- 試料の採取； 成熟塊茎は移植後 131 日に収穫した。高濃度処理群では未成熟期(処理後 52 日)に葉及び塊茎を収穫した。収穫した試料は磨砕・均一化した。
- 放射能の抽出； 均一化後の植物試料をアセトニトリル、アセトニトリル/水(1/1)及び水で順次抽出した。
- 放射能の分析； 総放射能残留量 (TRR) の 10%を超える放射能を含む抽出画分は精製、濃縮し高速液体クロマトグラフィ (HPLC) で分析した。抽出性放射能は酸あるいはアルカリで加水分解し、抱合体の性質を調べた。種芋処理の成熟塊茎のサブサンプルは、周皮と髓部との放射エネルギーを個別に測定した。

結果：

吸収、移行、分布、代謝；抽出性放射能と非抽出性放射能の和を残留総放射能 (TRR) とした。植物試料の分析結果を次表 (次頁) に示す。

塊茎中の TRR の 60%以上が抽出性放射能として回収された。成熟及び未成熟ともに塊茎の抽出液中には未変化体のフルトラニルが主残留物として検出された。抽出性放射能を加水分解することによって、代謝物 D 及び代謝物 E が遊離したことから、代謝物 D 及び代謝物 E は抱合を受けていることが明らかになった。これらの抱合体は試料採取時期を問わず検出された。加えて、未成熟の芋からの抽出液中には、少量の代謝物 D 及び代謝物 G が検出された。

未成熟の葉には塊茎と同様に代謝物 D 抱合体、代謝物 E 抱合体、代謝物 H が検出された。成熟芋の非抽出性残留放射能は種芋処理で TRR の 39%及び土壌処理で TRR の 31%検出されたが、それらを最初は酸で、次いでアルカリで加水分解を試みたが、それぞれの繊維からは TRR の 5~7%に相当する放射能の遊離を認めたと過ぎなかった。種芋処理の成熟芋から分離した果皮と実部分には、TRR 濃度としてそれぞれ 0.044 及び 0.008ppm が存在した。

成熟芋中の TRR は、120 mg/kg の処理量で種芋処理した場合 0.014ppm であり、4.5 kg/ha で土壌処理した場合 0.119ppm であった。

ばれいしょ中の主な残留物は未変化体のフルトラニルと代謝物 E 及び代謝物 D から形成された 2 種の抱合体であった。芋繊維中に抽出されずに残る放射能をさらに酸及び塩基で加水分解したが、放射能の一部しか遊離しなかった。未成熟芋

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

中に検出される他の代謝物として代謝物 G 及び代謝物 H
があった。

パレイショにおけるフルトラニルの代謝

代謝物	記号	残留濃度 (mg eq./kg) ^A				
		A1 区 (120mg/kg 種芋処理)	A2 区 (360mg/kg 種芋処理)	A3 区 (360mg/kg 種芋処理)		B 区 (4.5 kg ai/ha 土壌処理)
		処理後 131 日	処理後 131 日	処理後 52 日		処理後 131 日
		塊茎	塊茎	未熟塊茎	茎葉部	塊茎
フルトラニル	A	0.002 (16)	0.016 (57)	0.016 (57)	0.010 (4)	0.042 (35)
	B					
	C					
	D		0.001 (2)	0.001 (2)		
	-	0.003 (23)	0.002 (6)	0.002 (6)	0.038 (13)	0.024 (21)
	E					
	-	0.002 (14)	0.001 (3)	0.001 (3)	0.131 (44)	0.007 (6)
	F					
	G		0.001 (2)	0.001 (2)		
	H				0.017 (6)	
	I					
未同定代謝物計			< 0.001 (1)	< 0.001 (1)	0.013 (4)	
非抽出画分 ^B		0.005 (39)	0.007 (23)	0.007 (23)	0.077 (26)	0.037 (31)
未分析画分		0.001 (9)	0.002 (6)	0.002 (6)	0.008 (3)	0.009 (7)
残留総放射能		0.014 (100)	0.029 (100)	0.029 (100)	0.295 (100)	0.119 (100)

^A: () 内は残留総放射能 (TRR) に対する割合、また空欄は検出限界未満。

(3) 落花生における代謝試験

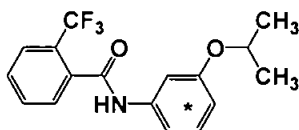
(参考資料 2)

試験機関：

報告書作成年：1993年 [GLP 対応]

供試標識化合物：

構造式：



*: ¹⁴C 標識位置

化学名：

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-*o*-トルアニリド

(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能：

放射化学的純度：

標識位置の選択理由：

供試植物：

植物：

落花生 (品種：Florigiant)

方法：

栽培及び処理：

砂状ローム質の土壌で満たした亜鉛引き鋼鉄製のタンク (3 ft x 5 ft x 深さ 27 in) に約 6 インチ間隔で植え付け、植え付け後 64 日目に、アニリン環標識フルトラニルを 50% 水和剤とし、希釈の後に 2.0 lb ai/エーカー (224 g ai/10a) の薬量で処理した。処理区は 2 区設けた (1A および 1B)。

試料の採取：

処理後 77 日目の成熟時に収穫した。収穫した落花生は茎葉部、殻及び種子の各部分に分離した。

放射能の定量：

総残留放射能 (TRR) は試料を燃焼の後、液体シンチレーションカウンターで測定した。一部の試料について各種の極性及び非極性溶媒で順次抽出し、その後必要に応じて有機/水性分配と酸加水分解により抽出性残留物を得た。

放射能の分析：

抽出性残留物は代謝物標品とのコクロマトグラフィー (高速液体クロマトグラフィーあるいは薄層クロマトグラフィー) で同定し、その他の代謝物は質量分析法及び核磁気共鳴法による特性評価を試みた。試料の一部はさらに通常の作物残留試験法で分析した。この方法はすべての抽出性フルトラニル関連残留物をトリフルオロメチル安息香酸に変換し、メチルエステルとし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

てGC-MSで検出するものである。これらの結果を、放射化学的な方法で測定して得られた総抽出性残留量と比較した。繊維結合残留物は各種の酵素分解や化学的加水分解により、広範に検討した。

結果：

残留総放射能の画分； 燃焼後にフルトラニル当量として定量した各部位の放射能総残留量は茎葉部 11.92、殻 3.01 及び種子 0.39mg eq./kg (平均値)であった。下表に、残留総放射能および種々の抽出溶媒による残留総放射能の抽出挙動を示す。茎葉部及び殻ではアセトニトリル抽出画分に、種子ではヘキサン及びアセトニトリル抽出画分に多くの放射能が分布した。

残留総放射能

部位	放射能分布 (mg eq./kg)					
	茎葉部		殻		種子	
処理区	1 A	1 B	1 A	1 B	1 A	1 B
	9.71	11.31	1.61	3.36	0.35	0.40
	20.39*	9.27	3.08*	5.77	0.59	0.33
	9.17	11.69	1.19	3.03	0.30*	0.37
平均	11.92		3.01		0.39	

*: 抽出に供したサンプル。

残留総放射能及びその抽出挙動

画分	放射能分布 (mg eq./kg) ^A					
	茎葉部		殻		種子	
ヘキサン抽出画分	-	(-)	-	(-)	0.09	(28.7)
ジクロロメタン抽出画分	0.98	(4.8)	-	(-)	-	(-)
アセトニトリル抽出画分	14.17	(69.5)	1.48	(48.9)	0.07	(21.9)
アセトニトリル/水抽出画分	3.14	(15.4)	0.15	(5.1)	0.04	(12.8)
水ソックスレー抽出画分	0.18	(0.9)	0.10	(3.2)	0.03	(9.4)
非抽出性画分	1.94	(9.5)	1.30	(42.9)	0.08	(27.1)
合計	20.41	(100.1)	3.03	(100.1)	0.31	(99.9)
残留総放射能	20.39		3.08		0.30	

^A: () 内は残留総放射能 (TRR) に対する割合。

結合残留物の抽出； 殻試料では上記の繰り返し抽出の後にも顕著な放射能が非抽出性画分に認められたことから、種酵素及び化学的加水分解によるさらなる抽出を試みた。種々の方法による抽出率を下表に示す。何れの方法によっても十分な放射能を遊離させることは出来なかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

殻繊維結合画分の加水分解による抽出

加水分解方法	可溶化した割合 ^A	非抽出性画分割合 ^A
プロテアーゼ処理	2.1	40.8
リパーゼ処理	1.6	41.3
10%硝酸処理	6.0	36.9
濃塩酸/ジオキサン (1:9) 処理	6.2	36.7
2M 硫酸処理	0.7	39.6
ビスコザイム処理 ^B	0.8	42.1
セルクラスト処理 ^C	0.9	42.0

^A: 残留総放射能に対する割合 (%)。

^B: 広範なカーボヒドロラーゼ (アラバナナーゼ、セルラーゼ、 β -グルカナナーゼ、ヘミセルラーゼ、及びキシラナーゼ等)の混合物 (申請者注)。

^C: セルラーゼ (申請者注)。

代謝物の同定 ;

落花生中代謝物の分析結果

代謝物	記号	代謝物量 (総残留放射能に対する割合、%)					
		茎葉部		殻		種子	
		遊離体	抱合体	遊離体	抱合体	遊離体	抱合体
フルトラニル	A	17.1	1.4	3.4	7.8	-	1.0
	B	-	-	-	-	-	3.3
	C	-	1.0	-	-	-	2.0
	D	3.0	10.6	11.7	5.0	-	10.2
未知代謝物-A		13.8	3.6	0.7	4.8	-	3.3
未知代謝物-B		7.1	12.8	0.3	1.9	-	0.9
未知代謝物-C		-	-	-	-	-	2.7
抽出性残存物他		7.2	13.0 ^a	1.0	20.6 ^b	-	49.4 ^c

^a ホソックスレー抽出液(0.9%)、加水分解後の水性残留物(2.7%)及び加水分解後の有機可溶性微量代謝物類(9.4%)を含む。

^b 加水分解後の水性残留物(2.9%)及び加水分解後の有機可溶性微量代謝物類(17.7%)を含む。

^c ヘキサン可溶性(28.7%)、分離残渣(2.2%)、高極性カラムフラクション1(9.0%)、加水分解後の水性残留物(2.6%)及び加水分解後の有機可溶性微量代謝物類(6.9%)を含む。

(4) イネにおける代謝試験

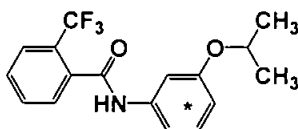
(参考資料 3)

試験機関：

報告書作成年：1994年 [GLP 対応]

供試標識化合物：

構造式：



*: ¹⁴C 標識位置

化学名：

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-*o*-トルアニリド
(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能：

放射化学的純度：

標識位置の選択理由：

供試植物：

水稻 (品種：レーモンド)

栽培及び処理：

イネは幅約 22 インチ及び深さ 18 インチのプラスチック製ポット (表面積 0.245 m² 又は 6.05 x 10⁻⁵ エーカーに相当) で温室生育した。ポットには砂状ローム質の土壌を約 8 インチの深さに満たした。フルトラニルは 50% 水和剤として、圃場での典型的な使用法である植え付け後 92 日目及び 106 日目の 2 回、0.5 lb ai/エーカー (56 g ai/10a) の薬量で散布した。

試料の採取：

イネの一部は栽培区画から 2 回目の処理直前に収穫し (未成熟期収穫)、残りは成熟期である 2 回目処理 30 日後に収穫した (成熟期収穫)。各収穫期での植物は“水面下”茎葉、“水面上”茎葉及び穂に分別した。成熟時には穂はさらに籾殻と玄米に分離した。

放射能の定量、分画：

全ての放射能の定量は液体シンチレーションカウンターを用いて行った。残留総放射能 (TRR) は燃焼法により定量した。植物試料中放射能は、次第に極性を増加させた溶媒により順次抽出した。抽出後に得られた非抽出性残留物は燃焼により、その放射能を定量した。抽出液 (アセトニトリル及びアセトニトリル/水) は濃縮の後、液-液分配に供した。十分量の放射能を含んだ水性抽出液は酸加水分解に供した。非抽出性残留物は酸加水分解、さらに必要に応じて塩基加水分解を行い、その後、遊離した残留物を有機溶媒に分配した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

放射能の分析； 残留物の同定は高速液体クロマトグラフィー（HPLC）で代謝物標品と比較し、薄層クロマトグラフィー（TLC）で確認した。

結果：

放射能の抽出・分画； イネ試料は各種溶媒で抽出した。抽出して回収した総残留量を燃焼により測定したそれと比較した結果、すべての例で88%を超える高い回収率となり、抽出分画操作中の放射能の散逸等はなかったと推察される。放射能の分布を次表に示す。

残留総放射能の抽出・分画

画分	残留総放射能 (mg eq. /kg) ^A						
	未熟期			成熟期			
	茎葉 (水面 下)	茎葉 (水面 上)	穂	茎葉 (水面 下)	茎葉 (水面 上)	籾殻	玄米
有機溶媒抽出性画分	0.71 (85.9)	5.21 (96.6)	0.38 (95.5)	8.44 (80.1)	20.16 (93.2)	6.17 (83.2)	0.19 (66.6)
水相加水分解後の有機溶媒抽出性画分	N. A. ^B	N. A.	N. A.	0.38 (3.6)	N. A.	0.24 (3.2)	N. A.
水性残渣	0.06 (6.8)	0.07 (1.3)	0.01 (1.4)	0.11 (1.0)	0.78 (3.6)	0.13 (1.8)	0.03 (9.4)
非抽出画分 (繊維画分)	0.06 (7.3)	0.12 (2.2)	0.01 (3.0)	1.62 (15.4)	0.69 (3.2)	0.87 (11.8)	0.07 (24.1)
合計	0.83 (100.0)	5.40 (100.0)	0.40 (100.0)	10.54 (100.0)	21.63 (100.0)	7.41 (100.0)	0.29 (100.0)
残留総放射能 (燃焼法)	0.79	6.05	0.37	11.92	20.56	7.19	0.32
回収率 (%)	105.1	89.2	108.1	88.4	105.2	103.1	90.5

^A: () 内は分画合計に対する割合 (%)

^B: 適用なし

非抽出性画分の特徴付；一部の植物部位から得られた非抽出性画分に残留総放射能の10%を超過する放射能の分布が認められたことから、酸・塩基加水分解によるさらなる抽出による特徴付けを試みた。多くの放射能は酸あるいは塩基による加水分解により可溶化された。結果を次頁表に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

非抽出性画分のさらなる抽出

画分	残留総放射能 (mg eq. /kg) ^A						
	未熟期			成熟期			
	茎葉 (水面 下)	茎葉 (水面 上)	穂	茎葉 (水面 下)	茎葉 (水面 上)	籾殻	玄米
非抽出画分	0.06 (7.3)	0.12 (2.2)	0.01 (3.0)	1.62 (15.4)	0.69 (3.2)	0.87 (11.8)	0.07 (24.1)
酸加水分解後 有機溶媒可溶性画分	0.01 (0.7)	N. A. ^B	N. A.	0.07 (0.7)	0.06 (0.3)	0.02 (0.3)	0.01 (4.2)
酸加水分解後 水可溶性画分	0.01 (1.1)	N. A.	N. A.	0.09 (0.9)	0.04 (0.2)	0.02 (0.3)	0.02 (5.9)
塩基加水分解後 有機溶媒可溶性画分	N. A.	N. A.	N. A.	0.27 (2.6)	N. A.	0.21 (2.8)	0.01 (4.8)
塩基加水分解後 水可溶性画分	N. A.	N. A.	N. A.	0.96 (9.1)	N. A.	0.53 (7.2)	0.01 (3.4)
酸/塩基加水分解後 非可溶性画分	0.05 (5.5)	N. A.	N. A.	0.21 (2.0)	0.58 (2.7)	0.09 (1.2)	0.01 (2.0)

^A: () 内は残留総放射能 (TRR) に対する割合 (%)

^B: 適用なし

代謝物分析 ;

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

<植物における代謝経路>

3. 土壤中動態に関する試験

(1) 土壌分解試験 (好氣的湛水条件下及び畑地条件下)

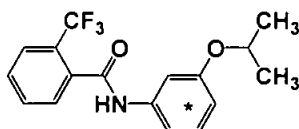
(資料 No. 5)

試験機関 :

報告書作成年 : 1982 年

供試標識化合物 :

構造式 :



*: ¹⁴C 標識位置

化学名 :

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-オトルアニリド

(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能 :

放射化学的純度 :

標識位置の選択理由 :

供試土壌 :

土壌種 :

栃木土壌 (火山灰土、埴壤土)、埼玉土壌 (沖積土、壤土) 及び岡山土壌 (沖積土、砂壤土) を用いた。供試土壌の土性を以下に示す。

項目		栃木土壌	埼玉土壌	岡山土壌
土壌群名		火山灰土	沖積土	沖積土
土性		埴壤土	壤土	砂壤土
組成	砂 (%)	52.9	52.2	60.3
	シルト (%)	25.3	35.9	32.8
	粘土 (%)	21.8	13.9	6.9
有機物炭素含有率 (%)		16.4	4.9	3.1
pH	(H ₂ O) [25°C]	6.3	5.1	6.0
	(KCl) [25°C]	5.4	4.8	5.3
陽イオン交換容量 (meq./100 g dry soil)		28.7	15.0	10.0
含水率 (%)		38.4	12.3	5.1
最大保水量 (%)		115.0	90.3	55.6

試験方法：

処理； 2 mm メッシュの篩を通した土壌 20g (乾重量相当) を試験容器に充填し、好氣的湛水条件(湛水深 0.5 cm) 及び畑地条件 (最大保水量の 60% となるよう蒸留水を添加) とした 3 土壌を 30 日間ブレインキュベーションした。その後、アニリン環標識フルトラニルを 1.75 mg/kg dry soil となるように添加し、暗所、30℃でインキュベートした。

抽出及び分画； 湛水条件で得られた田水中の放射能は酢酸エチルにて抽出、酢酸エチル抽出性画分と水溶性画分に分画した。土壌中の放射能は、順次アセトニトリル/水 (3/1)、アセトン及びクロロホルム/メタノール (3/1) にて抽出・濃縮した後、ジクロロメタン/水にて分配し、有機溶媒可溶性及び水溶性画分に分画した。先の溶媒抽出後の土壌は、さらに 2 N NaOH/メタノール (3/1) にて抽出し、アルカリ可溶区とし、同様にジクロロメタン/水にて分配し、有機溶媒可溶性及び水溶性画分に分画した。残る土壌残渣中放射能は燃焼法により定量し、非抽出性放射能とした。

代謝物の同定と定量；

試験結果：

放射能の抽出挙動； 各画分に分布する放射能の経時的推移を下表に示す。試験条件すなわち好氣的湛水条件であるか好氣的条件であるかを問わず、経時的に抽出率が低下し、非抽出画分あるいはアルカリ抽出性画分の増加が認められた。また、土壌種を問わず CO₂ の発生が認められ、フルトラニルは一部が無機化されることも明らかとなった。放射能回収率は 95.3% 以上と極めて定量的であった。

代謝・分解； 土壌中代謝物の経時的推移を表に示す。何れの土壌種においてもフルトラニルが最も著量検出され、その他に微量ではあるものの B), D) 及び E) が検出された。また、好氣的条件のみで、F) 及び H) が検出された。好氣的湛水条件であるか好氣的条件を比較した場合、好氣的湛水条件においてフルトラニルの減衰がより速やかである傾向が認められた。推定された半減期及び代謝経路図

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

を以下に示す。

土壌に処理された放射能の抽出挙動

分解物	処理放射能に対する割合 (%)									
	好氣的湛水土壌					畑地土壌				
	処理後日数					処理後日数				
	0	10	30	90	180	0	10	30	90	180
栃木土壌 (火山灰埴壤土)										
土壌：抽出性画分	100.2	79.4	59.0	37.9	33.2	100.0	83.6	71.2	59.0	47.7
土壌：アルカリ抽出性	0.4	15.0	28.3	31.6	26.5	0.7	15.0	17.1	24.6	24.6
土壌：非抽出性残留	<0.1	5.9	12.4	26.3	28.7	0.2	0.6	8.7	12.3	18.5
CO ₂	<0.1	0.1	0.1	3.8	7.7	<0.1	0.3	1.9	4.2	5.9
合計回収率	100.6	100.4	100.1	99.5	96.0	101.0	99.5	98.8	100.0	96.6
埼玉土壌 (沖積壤土)										
抽出性残留	99.1	91.0	79.4	64.7	62.8	98.7	92.1	85.2	76.8	74.5
アルカリ抽出性	0.2	5.7	15.2	19.0	9.5	0.8	5.3	9.0	11.6	12.3
非抽出性残留	0.3	4.0	4.2	14.2	21.4	0.9	2.3	4.7	11.5	12.3
CO ₂	<0.1	<0.1	0.1	1.2	2.9	<0.1	<0.1	0.4	0.2	0.4
合計回収率	99.6	100.7	99.0	99.1	96.6	100.4	99.8	99.2	100.0	99.5
岡山土壌 (沖積壤土)										
抽出性残留	99.6	89.3	69.1	57.0	54.3	99.3	94.3	84.5	77.5	69.5
アルカリ抽出性	0.2	6.2	24.8	21.8	17.3	0.2	5.4	9.9	9.9	14.6
非抽出性残留	0.5	4.3	5.7	19.8	20.5	0.4	0.2	5.3	8.3	9.2
CO ₂	<0.1	<0.1	0.4	1.8	3.2	<0.1	0.1	0.3	2.2	3.0
合計回収率	100.3	99.9	100.0	100.4	95.3	99.9	100.0	100.0	97.8	96.3

代謝物の経時的推移

分解物	記号	処理放射能量に対する割合 (%)							
		好氣的湛水土壌				畑地土壌			
		処理後日数				処理後日数			
		10	30	90	180	10	30	90	180
栃木土壌 (火山灰埴壤土)									
フルトラニル	A	91.7	85.1	67.0	56.7	93.9	85.0	74.7	67.0
	B	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	D	0.5	0.6	0.4	0.7	1.5	1.7	2.2	1.5
	E	-	0.1	0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	-
	F	-	-	-	-	-	0.1	0.1	0.1
	H	-	-	-	-	<0.1	0.3	0.1	-
未同定代謝物 S-1		<0.1	<0.1	-	0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1
その他未同定代謝物		1.2	0.7	0.5	0.4	0.5	0.3	0.6	0.3
CO ₂		0.1	0.1	3.8	7.7	0.3	1.9	4.2	5.9
埼玉土壌 (沖積埴土)									
フルトラニル	A	94.4	91.5	80.7	70.2	94.4	91.1	85.3	81.3
	B	0.2	0.1	<0.1	0.1	0.1	-	0.1	0.1
	D	0.7	1.0	0.7	0.7	1.0	1.1	1.5	1.2
	E	-	0.1	0.2	<0.1	<0.1	0.1	0.2	<0.1
	F	-	-	-	-	-	0.1	<0.1	0.2
	H	-	-	-	-	-	-	0.1	0.9
未同定代謝物 S-1		<0.1	0.1	0.1	<0.1	-	<0.1	0.1	0.6
その他未同定代謝物		1.2	0.8	0.3	0.4	1.2	0.1	0.3	2.1
CO ₂		<0.1	0.1	1.2	2.9	0.1	0.4	0.2	0.4
岡山土壌 (沖積埴土)									
フルトラニル	A	93.2	87.5	75.0	66.6	96.2	90.4	80.8	78.8
	B	0.1	0.2	<0.1	-	<0.1	<0.1	-	-
	D	0.5	1.7	1.3	1.6	1.5	2.1	2.8	2.1
	E	<0.1	0.3	0.4	0.5	0.1	0.1	0.1	0.1
	F	-	-	-	-	-	<0.1	0.2	0.4
	H	-	-	-	-	-	0.1	0.3	0.1
未同定代謝物 S-1		-	0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1
その他未同定代謝物		1.2	1.6	1.4	1.2	1.0	0.7	1.0	0.3
CO ₂		0.1	0.4	1.8	3.2	0.1	0.3	2.2	3.9

推定半減期の一覧

土壌種	半減期 (日)	
	好氣的湛水条件	好氣的条件
栃木土壌	160	190
埼玉土壌	300	320
岡山土壌	210	300

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

(2) 嫌氣的湛水土壌代謝試験

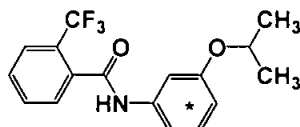
(資料 No. 6)

試験機関:

報告書作成年: 1991年 [GLP 対応]

供試標識化合物:

構造式:



*: ¹⁴C 標識位置

化学名:

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-*o*-トルアニリド

(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能:

放射化学的純度:

標識位置の選択理由:

材料:

供試土壌:

供試した土壌の特性を以下に示す。土壌は Lake、Lee、Washington Country、Mississippi で採取されたミシシッピ川河川敷の新鮮土壌である。

項目		Lee 湖 (ミシシッピ州) 土壌
採取場所		Lake、Lee、Washington Country、Mississippi
採取日時		1988年5月9日
土性		Clay
組成	砂 (%)	20
	シルト (%)	34
	粘土 (%)	46
有機物炭素含有率 (%)		1.8
pH		6.1
陽イオン交換容量 (meq./100g)		24.4
1/3 バール水分含有率 (%)		32.91
バイオマス (colonies/ g)	0日	3.1 x 10 ⁵
	3ヵ月後	4.5 x 10 ⁵
	6ヵ月後	2.1 x 10 ⁶
	9ヵ月後	2.0 x 10 ⁵
	12ヵ月後	3.9 x 10 ⁶

供試水： 供試した自然水の特徴を以下に示す。自然水は、Crowe Farms、Wilmot Road、Washington Country、Mississippi の水田にある井戸から採取した。

項目		自然水
採取場所		Crowe Farms、Wilmot Road、Washington Country、Mississippi
採取日時		1988年5月9日
pH	0日	8.1
	12ヵ月後	7.1
総硬度 (g/gallon)		9.68
懸濁不溶物量 (mg/L)		21
溶存酸素濃度 (mg/L)	0日	5.8
	12ヵ月後	0.8

試験方法：

処理； 土壌 15 g (乾重量相当) を試験容器に入れ、供試水 20 mL を添加して水田状態を構成し、161 日間プレインキュベーションした後に、5 μ g/g の濃度となるようアニリン環標識フルトラニルのアセトン溶液 100 μ L を添加し、さらにグルコース 1 g を添加した。揮散物の捕集のためにエチレングリコール、ついで 1N 硫酸さらに 1N KOH によるトラップを試験容器に装着し、暗条件下 25 \pm 1 $^{\circ}$ C で 12 ヶ月間インキュベートした。試験期間中、窒素ガスを連続的に通気して (50 mL/分) 嫌気条件を維持した。

さらに、土壌 50 g (乾重量相当) を試験容器に入れ、供試水 67.5 mL を添加して水田状態を構成し、38 日間プレインキュベーションした後に、50 μ g/g の濃度となるようアニリン環標識フルトラニルのアセトン溶液 500 μ L を添加し、さらにグルコース 5 g を添加した。揮散物の捕集のためにエチレングリコール、ついで 1N 硫酸さらに 1N KOH によるトラップを試験容器に装着し、暗条件下 25 \pm 1 $^{\circ}$ C で 12 ヶ月間インキュベートした。試験期間中、窒素ガスを連続的に通気して (50 mL/分) 嫌気条件を維持した。

処理量設定根拠；

試料の採取； 処理後、12 ヶ月後まで経時的に土壌及び揮発性放射能のトラップ溶液を採取し、分析に供した。

放射能の抽出； 試験土壌は遠心分離により土壌と水に分離し、土壌を、メタノール/水 (4/1、v/v) 及び 2N NaOH/メタノール (3/1、v/v)、で順次抽出し、抽出液と抽出残渣 (非抽出性画分) を得た。抽出液はジクロロメタンで抽出した。

放射能の分析； 液体試料の放射能量は、液体シンチレーションカウンター (LSC) を用いて定量した。抽出残渣は燃焼法により炭酸ガスに転換、アルカリトラップ後、LSC で放射能を測定した。抽出液は、二次元薄層クロマトグラフィー/ラジオリミノグラフィー (TLC/RLG) で分析定量し、合成標品とのコクロマトグラフィーにより同定・確認した。分解生成物の同定は RI-HPLC 分析により検証した。

結果：

放射能の抽出挙動； アニリン環標識フルトラニルを $5 \mu\text{g/g}$ の薬量にて土壌に処理した後の、放射能の経時的推移を次表に示す。放射能の回収率は 100~112% であり、定量的に回収された。水層中の放射能は経時的に減少傾向を示し、添加放射能に対する割合は 0 日における 50.5% から 12 ヶ月目における 0.29% に減少した。
土壌層における抽出性放射能は、添加直後から速やかに増加し、以降 12 ヶ月目までほぼ一定レベルで推移した。この抽出性放射能は主としてメタノール/水抽出画分に存在するが、時間の経過とともに 2N NaOH/メタノール画分が増加した。
非抽出性放射能は経時的に増加傾向を示し、添加放射能に対する割合は 0 日における 0.31% から 12 ヶ月目における 8.11% に増加した。

土壌中放射能の抽出挙動 ($5 \mu\text{g/g}$ 処理)

画分		添加放射能に対する割合 (%)								
		経過日数								
		0 日	14 日	1 ヶ月	2 ヶ月	3 ヶ月	4 ヶ月	6 ヶ月	9 ヶ月	12 ヶ月
水層		50.5	14.4	15.5	14.1	8.59	7.80	7.30	6.24	0.29
土壌層	MeOH/水抽出	47.6	66.7	77.0	67.5	69.4	69.8	67.5	75.1	60.3
	NaOH/MeOH 抽出	1.6	16.0	15.5	16.7	14.3	22.1	21.8	20.4	39.9
	非抽出	0.31	3.30	3.59	4.38	7.99	4.83	5.45	7.68	8.11
揮発性物質		0.00	0.04	0.05	0.12	0.17	0.22	0.28	0.32	0.38
合計		100	100	112	103	100	105	102	110	109

土壌中代謝； 水層についてはそのまま、また、土壌層の抽出画分についてはジクロロメタンで分配した後の有機画分を、それぞれ二次元 TLC 分析に供した。ジクロロメタンによる抽出回収率が良好であったので、各分画ステップ毎の回収率を 100% に補正した上で、測定データを統合し、 $[^{14}\text{C}]$ フルトラニルを $5\mu\text{g/g}$ の薬量にて土壌に処理した後の、土壌中代謝物の経時的推移を下表に示す。

回収された放射能の 85% 以上がフルトラニルであり、未同定の分解生成物は主要なものでも回収放射能の 5% 程度とわずかであった。フルトラニルは速やかに土壌底質に吸着され、0 日後においても 46.6% が、14 日後には 79.5% のフルトラニルが土壌層から回収された。吸着されたフルトラニルは比較的安定に存在し、12 カ月後まで顕著な減衰は見られなかった。

土壌分解生成物の概要と分布 ($5\mu\text{g/g}$ 処理)

画分		回収放射能に対する割合 (%)									
		経過日数									
		0 日	14 日	1 ヶ月	2 ヶ月	3 ヶ月	4 ヶ月	6 ヶ月	9 ヶ月	12 ヶ月	
水層	フルトラニル	48.3	10.9	11.3	12.8	7.1	4.7	6.5	4.7	0.2	
	未同定物	2.2	3.4	2.6	0.9	1.5	2.7	0.7	1.0	0.1	
土壌層	フルトラニル	46.6	79.5	79.1	79.1	78.1	81.6	84.0	83.3	86.0	
	未同定物	有機画分	2.1	1.2	1.9	2.0	4.2	5.3	2.3	2.8	4.8
		水画分	0.5	1.7	1.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	1.1
	非抽出物	0.3	3.3	3.2	4.3	8.0	4.6	5.3	7.0	7.4	
揮発性物質		0.0	0.0	0.0	0.1	0.2	0.2	0.3	0.3	0.4	
合計 (フルトラニル) ^A		94.9	90.4	90.4	91.9	85.2	86.3	90.5	88.0	86.2	

^A: 水層及び土壌層中のフルトラニルの合計

$5\mu\text{g/g}$ 処理の結果から微量の分解生成物が存在することが明らかとなった。これらの分解生成物は最大でも 5% 程度と微量ではあったが、同定の為に 10 倍処理 ($50\mu\text{g/g}$) での土壌代謝試験も実施した。 $[^{14}\text{C}]$ フルトラニルを $50\mu\text{g/g}$ の薬量にて土壌に処理した後の、土壌中代謝物の経時的推移を次頁の表に示す。

フルトラニルの推移のパターンは $5\mu\text{g/g}$ 処理の場合とほぼ同様であった。微量代謝物は、代謝物 D (DIP) と代謝物 G (HDP) と同定され、それぞれ、添加放射能の約 1% 及び約 0.1% であった。また、TLC 分析の原点に存在する高極性代謝物は添加放射能の約

1%程度であった。さらに、KOH 捕集溶液中の放射能を塩化バリウムによる沈殿物分析することによりその大部分が $^{14}\text{CO}_2$ であることを確認した。未同定の代謝物は2%以下であった。

土壌分解生成物の概要と分布 (50 $\mu\text{g/g}$ 処理)

画分		回収放射能に対する割合 (%)				
		経過日数				
		3ヶ月	6ヶ月	9ヶ月	12ヶ月	
水層	フルトラニル	11.8	8.6	8.2	7.4	
	代謝物D	0.5	0.4	0.4	0.4	
	代謝物G	0.0	0.0	0.0	0.1	
	原点物質	0.2	0.3	0.2	0.2	
	未同定物	0.6	0.3	0.5	0.4	
土壌層	有機画分 (DCM)	フルトラニル	81.4	80.1	80.2	82.3
		代謝物D	0.5	0.4	0.6	0.6
		代謝物G	0.0	0.0	0.0	0.0
		原点物質	0.1	0.1	0.0	0.1
		未同定物	1.1	0.9	1.2	1.3
	水面分	フルトラニル	0.0	0.1	0.0	0.0
		代謝物D	0.0	0.1	0.1	0.2
		代謝物G	0.1	0.1	0.0	0.1
		原点物質	0.3	0.4	0.4	0.2
		未同定物	0.1	0.1	0.1	0.2
	非抽出		3.0	7.9	7.9	5.9
	揮発性物質		0.2	0.3	0.3	0.4
	合計 ^A	フルトラニル	93.2	88.8	88.4	89.7
代謝物D		1.0	0.9	1.1	1.2	
代謝物G		0.1	0.1	0.0	0.2	
原点物質		0.7	0.8	0.5	0.6	
未同定物		1.8	1.3	1.7	2.0	

^A: 水層及び土壌層中のフルトラニル及び代謝物の合計

以上の結果から、嫌氣的湛水条件下暗所の土壌においてフルトラニルは速やかに土壌に吸着され、遅いながらもわずかに分解することがわかった。微量分解物として代謝物D と代謝物G が同定され、さらに、わずかではあるが、 $^{14}\text{CO}_2$ にまで分解されることが明らかとなった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

4. 水中動態に関する試験

(1) 加水分解動態試験

試験省略

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

(2) 水中光分解動態試験

試験省略

5. 土壌吸着性試験

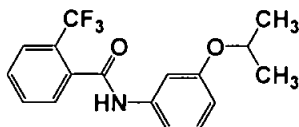
(物理的・化学的性状試験成績資料No.12)

試験機関：

報告書作成年：1990年

供試化合物：

構造式：



化学名：

α, α, α -トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-*o*-トルアニリド

純度：

99.9%

供試土壌：

供試した土壌の特性を下表に示す。

項目	I	II	III	IV
土壌群名	暗色表層褐色 低地土	沖積固結強グ ライ土	洪積埴壤土	シラス混入灰 褐色土
採取場所	上川農試植調	植調新潟試験地	植調牛久圃場	植調鹿児島
粘土含有量%	25.6	31.1	36.2	14.7
有機炭素含有量	4.67	1.23	2.83	1.75
pH (H ₂ O)	5.8	6.6	6.4	6.2
陽イオン交換容量	22.0	21.5	22.9	8.9
磷酸吸収係数	1140	790	920	430
粘土鉱物の種類	カオリン鉱物、 クロライト、 モンモリロナイト	カオリン鉱物、 モンモリロナイト	ハロサイト	ハロサイト

試験方法：

OECDテストガイドライン106に準じて実施した。

平衡化試験：

純品を0.01M CaCl₂に溶解して0.847ppm溶液を調製した。あらかじめ遠沈管内に試験土壌の風乾細土5gを秤量し、純水5mlを加えて、一夜放置した。上記の試験溶液20mlを遠沈管内に加えて密栓後、恒温槽内(25℃、遮光下)で4、6、8、16及び24時間振とうした。振とう終了後、3000rpmで15分遠心分離し、上澄み液を分取、ヘキサンで抽出後、ガスクロマトグラフィーで定量した。

高次試験：

3.22、1.48、0.772及び0.174ppmのCaCl₂溶液を調製した。あらかじめ試験土壌の風乾細土5gを秤量し、純水5mlを加えて、一夜放置した遠沈管内に上記の試験溶液20mlを加えて密栓後、恒温槽内(25℃、遮光下)で16時間振とうした。振とう終了後、3000rpmで15分遠心分離し、上澄み液を分取、ヘキサンで抽出後、ガスクロマトグラフィーで定量した。

試験結果：

平衡化時間：

16時間で平衡に達することが明らかになった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

物質収支； 0.772ppm 平衡時の回収率は 85.8～90.8%であり、顕著な分解、損失は認められなかった。

吸着平衡； フロインドリッヒの吸着等温式から求めた土壌吸着定数、その有機炭素含有率補正值、フロインドリッヒの吸着等温式の定数項及びその相関係数を下表に示す。

土壌	$1/n^{1)}$	K	$r^{1)}$	OC% ²⁾	$Koc^{3)}$
I	0.915	14.6	0.997	4.67	313
II	0.815	9.14	0.997	1.23	743
III	0.859	11.1	0.998	2.83	392
IV	0.812	8.06	0.991	1.75	460

1)Freudlich 吸着等温式による定数項と相関係数

2)土壌中の有機炭素含有率

3)K を土壌中の OC%で除し求めた有機炭素吸着係数

Koc； K 値と OC%を最小二乗法による回帰分析し、その勾配を Koc とした場合、以下の結果が得られた。

Koc=181、切片 a=5.99、相関係数 r=0.957

6. 生物濃縮性試験

ブルーギルにおける取込、排泄及び生物濃縮試験

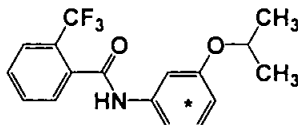
(物理的・化学的性状試験成績資料No.17)

試験機関：

報告書作成年：1991年 [GLP 対応]

供試標識化合物：

構造式；



*: ¹⁴C 標識位置

化学名；

α、α、α-トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-オトルアニリド

(以下、アニリン環標識フルトラニル)

比放射能；

放射化学的純度；

標識位置の選択理由；

供試生物：

供試生物；

ブルーギル (*Lepomis macrochirus*)、120匹/群、

体長・体重；

体長 (平均±標準偏差) : 51±3.7mm

体重 (平均±標準偏差) : 4.70±1.1g

試験方法：

暴露条件；

流水式。平均 360 mL/分/水槽の流速で試験水を水槽に連続供給した。これは 24 時間に 70L の試験水を約 7.3 回交換するのに十分な量であった。

試験期間；

42 日間 (取込期間 28 日間、排泄期間 14 日間)

試験濃度群；

0.05mg/L 群 (脚注²参照)、溶媒対照群

試験液の調製；

アニリン環標識及び非標識フルトラニルをジメチルホルムアミドで希釈し、保存溶液 (濃度 605 mg/L) を調製した。この保存溶液と水を混合し、設定濃度 0.05 mg/L の試験水を調製した。

環境条件；

水温 20~23°C、溶存酸素 7.0~8.5mg/L、pH 7.9~8.3

²申請者注：

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

- 魚の生死及び症状； 取込期間開始前と取込期間中、1日2回死亡及び異常行動について観察した。
- 魚体中の放射能濃度； 取込期間は7時点（0.17、1、3、7、14、21及び28日）、排泄期間は5時点（1、3、7、10及び14日）において、6匹/時点をサンプリングし、その内3匹は可食部と非可食部を区分して放射能濃度を測定した。残り3匹は魚体全体の放射能濃度を測定した。放射能はサンプルオキシダイザーで燃焼し、液体シンチレーションカウンター（LSC）で測定した。
- 試験水中の放射能濃度； 取込期間の開始直前ならびに魚体中の放射能濃度測定時点で試験水槽から500mL/時点の試験水を採取した。試験水の放射能濃度は直接LSCで測定した。
- 代謝物分析； 取込開始21及び28日に得られた、水及び魚体試料をさらなる代謝物の分析に供した。水は固相抽出により濃縮、魚体は有機溶媒（アセトニトリル及び酢酸エチル）により抽出し、得られた試料をTLC及びHPLCにて分画した。

試験結果：

- 魚の生死及び症状； 試験期間中を通じて供試魚に死亡や行動異常は観察されなかった。
- 魚体中の放射能濃度； 可食部（筋肉、皮膚及び骨格）、非可食部（鱗、頭部及び内臓）及び魚体全体における放射能濃度の経時推移を以下に示す。

魚体中の放射能濃度推移

部位	放射能濃度 (mg eq. /kg)											
	取込期間 (日)							排泄期間 (日)				
	0.17	1	3	7	14	21	28	1	3	7	10	14
可食部	0.26	0.32	0.34	0.49	0.56	0.40	0.60	<MOL ^A	<MOL	<MOL	<MOL	<MOL
非可食部	2.3	5.2	6.7	10	12	5.7	8.9	0.43	0.097	0.054	0.038	<MOL
魚体全体	1.1	3.4	3.6	6.6	6.8	3.0	3.5	0.34	0.064	0.037	<MOL	<MOL

^A<MOL：最小定量限界未満（最小定量限界は可食部で0.0311 mg/kg、非可食部で0.0319 mg/kg、魚体全体で0.0314 mg/kg）

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

試験水中の放射能濃度； 試験水中放射能濃度の経時推移を以下に示す。

試験水中の放射能濃度推移

	放射能濃度 (mg eq. /kg)												
	取込期間 (日)								排泄期間 (日)				
	0	0.17	1	3	7	14	21	28	1	3	7	10	14
A	0.048	0.038	0.044	0.047	0.045	0.045	0.050	0.050	0.0039	<MOL	<MOL	<MOL	<MOL
B	-	0.043	0.043	0.044	0.044	0.045	0.045	0.046	-	-	-	-	-

表中の数値はフルトラニル換算の濃度 (mg/L) を示す。

A：当該時点の分析平均濃度を示す。

B：取込開始時点から当該時点までの平均値を示す。濃縮係数の算定はこの数値に基づく。

<MOL：最小定量限界未満（最小定量限界 0.000689 mg/L であった。）

魚体濃縮係数 (BCF_{ss})；各時点における BCF 値を次表に示す。

取込 14 日に定常状態に達したことから、取込 14、21 及び 28 日の魚体全体の BCF を平均し、BCF_{ss} を 98 と算定した。

BCF

部位	取込期間 (日)						
	0.17	1	3	7	14	21	28
可食部	6.0	7.4	7.7	11	12	8.9	13
非可食部	53	120	150	230	270	130	190
魚体全体	26	79	82	150	150	67	76

可食部：魚体、筋肉、皮膚及び骨格

非可食部：鰭、頭部及び内臓

魚体濃縮係数 (BCF_k)；非線形モデル (BIOFAC*) により算出された魚体全体の濃縮係数及びパラメータを以下に示す。定常状態における濃縮係数 (BCF_k) は 100±35 と算出された。

取込率定数 (k_1)： 150±39 mg/kg 魚体/mg/L 水/日

排泄率定数 (k_2)： 1.5±0.35 /日

50%排泄時間： 0.46±0.11 日

魚体全体の生物濃縮率 (BCF)：100±35 倍

排泄； 魚体からの排泄は極めて速やかであり、魚体全体では排泄 10 日目まで最小定量限界未満 (<0.0314 mg/kg) となった。BIOFAC モデルによる推定では魚体中のフルトラニルの 50%排泄時間は 0.46 日であった。

* Blau, Gary E. and G. L. Agin. 1978. A users manual for BIOFAC: A computer program for characterizing the rates of uptake and clearance of chemicals in aquatic organisms.

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

代謝分解のまとめ

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

<代謝分解の概要>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

<代謝分解の概要>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

<代謝分解の概要>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

<代謝分解の概要> その4: 土壌代謝関連-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日本農薬㈱にある。

<代謝分解の概要>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は日本農薬㈱にある。

付表 フルトラニル開発年表