

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

2-1b. ペンディメタリン <sup>14</sup>C-標識検体のとうもろこしにおける代謝試験

(資料 追2)

試験機関：

( )  
(GLP対応)

報告書作成年：1993年

供試標識化合物：

略 称	<sup>14</sup> C-CL 92, 553
構造式・標識部位	* 標識位置
化学名	N-(1-エチルプロピル)-3, 4-ジメチル-2, 6-ジニトロベンゼンアミン
分子式	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
分子量	281.3
比放射能(μCi/mg)	
放射化学的純度(%)	
化学的純度(%)	-

本試験は、上記 <sup>14</sup>C 放射性標識体に非標識体及び同定のため質量マーカーとして <sup>13</sup>C 安定標識体を加えた混合液を用いて行った。混合液の比放射能は 3.95 μCi/mg、放射化学的純度は 96.9%、化学的純度は >98.0%であった。<sup>13</sup>C 標識体の化学的純度は >99.0%であり、図 1 にその標識位置を示した。

\* 標識位置

図 1 <sup>13</sup>C-CL 92, 553 の標識位置及び構造

供試植物：とうもろこし (品種名：Jubilee)

栽培環境：屋外圃場で栽培した。

土壌：土性： 砂壤土 (Sandy Loam)

(表層 0-6 インチの土壌割合：砂土 61.3 %、シルト 27.2 %、粘土 11.5 %)

有機物含量： 0.6 %

pH： 6.5

陽イオン置換容量： 5.6 Meq/100g

かさ密度： 1.31 g/cm<sup>3</sup>

保水容量(1/3 bar)： 11.1 %

植付け：処理 16 日前 (1991 年 7 月 2 日)

散布方法：

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

## 1) 処理量

処理剤の調製：4E 市販乳剤（約 479 g/L 乳剤）と同様に調製し、脱イオン水で希釈

使用量：224 g ai/10a (2 lb ai/acre)

なお、無処理区には白試料のみ散布。

散布液量：200 mL/処理区（約 67L/10a）

ただし処理区は散布後さらに 200 mL の水を散布機に入れて同様に散布したので  
総量 400 mL/処理区となり、これは 144 ガロン/acre に相当する。

## 2) 処理方法

処理部位・方法：発芽前または発芽後に全面土壌散布

処理回数：1 回

処理時期：A 区＝発芽前、B 区＝発芽後（播種 14 日後＝4 葉期、1991 年 7 月 18 日）

処理面積：約 3 平方メートル（約 1.22 x 2.44 メートル）の試験区画

### 試料の採取：

土壌：処理後 - 1 日（処理前）、0 日（処理直後）、81 日および 91 日に採取した。処理直後は  
12 インチの深さで、その他は 18 インチの深さで土壌コアを計 4 本採取した。

とうもろこし：発芽後処理区は処理 14、30、60 日後に茎葉部を、81 日後に茎部、外皮、穂  
軸および穀粒を採取した。発芽前処理区は処理 30、60 日後に茎葉部を、91 日後に  
茎部、外皮、穂軸および穀粒を採取した。なお、茎葉部は地際部で切断し、全植物  
体を採取した。

### 試料の保存：

無処理区試料は-12℃以下の冷凍庫で、処理区試料は-14℃以下の冷凍庫で保存した。なお、  
各試料を冷凍庫に入れるまでは、氷入りのクーラーに一時的に保存した。

### 分析方法：

#### (1) 総残留放射能（TRR）の測定

土壌は、0-3, 3-6, 6-12, 12-18 インチに切断した。各試料を均一にし、その 0.1~0.5g を  
オキシダイザーにより燃焼して生成した二酸化炭素を捕集し、液体シンチレーションカウン  
ター（LSC）にて放射能を測定した。なお、測定は 3 反復で行った。

とうもろこし試料は、液体窒素を加え、ミルおよびミキサーを用いて均一とし、その 0.1~  
0.5g をオキシダイザーにより燃焼し、LSC にて放射能を測定した。なお、測定は 3 反復で行  
った。

抽出液等の液体試料は、そのまま液体シンチレーションカクテルに加え、LSC にて放射能を  
測定した。なお、測定は 2 反復で行った。

#### (2) 残留放射能の抽出及び放射能計測

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

とうもろこしの全茎葉部、茎葉/外皮及び穂軸/穀粒における代表的な残留放射能の抽出方法を図 2、3 及び 4 に示す。

なお、個々の液体試料は約 0.5~2.0mL を採取し、オキシダイザーで燃焼後発生した  $^{14}\text{C}$ -二酸化炭素を捕集して LSC にて放射能を計測した。固体試料は風乾後約 0.1~0.5g を採取し、オキシダイザーで燃焼後発生した  $^{14}\text{C}$ -二酸化炭素を捕集して LSC にて放射能を計測した。

(3) (処理 14 日後の全茎葉部) のセルラーゼ加水分解

(4) (処理 14 日後の全茎葉部) の酸加水分解

図 2. とうもろこし全茎葉部の抽出方法(発芽後処理 14 日後)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

図 3. とうもろこし茎葉/外皮の抽出方法(発芽後処理 81 日後)

図 4. とうもろこし穂軸/穀粒の抽出方法(発芽後処理 81 日後)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

- (5) (処理 14 日後の全茎葉部) の固相抽出 (イオン交換)
  
- (6) (処理 14 日後の全茎葉部) のアセチル化
  
- (7) PES-1 画分のセルラーゼ加水分解
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- (8) PES-2 画分の酸加水分解
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- (9) PES-3 画分の酸加水分解
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- (10) PES-4 画分のアルカリ加水分解
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- (11) 処理後 81 日および 91 日の茎葉/外皮の PES-1 画分におけるデンプンの単離

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(12) 処理後 81 日および 91 日の茎葉/外皮の PES-1 画分におけるリグニンの単離

(13) 代謝物の同定および特徴付

表 使用した既知代謝物標準品

化学構造式	サンプル ID	ロット番号 化学純度 <sup>1</sup>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。


<sup>1</sup> TLC 分析により測定

<sup>2</sup> 標準品量が足りなかったため TLC 分析が不可能であった。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(3) 茎葉部抽出残渣 (PES-1) のセルラーゼ加水分解後における HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (発芽後処理 14 日後)

いずれの画分にもペンディメタリンを含め既知代謝物と一致するものは認められなかった。

代謝物ゾーン	Rt (分)	残留放射能濃度 (ppm)						
ペンディメタリン	41-43	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
合計		0.028	0.267	0.063	0.225	0.037	0.122	0.499

(4) 茎葉部の HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (処理 30 日後)

本茎葉部の画分には、ペンディメタリンが 1.77%TRR (0.006ppm) および 2.35% TRR (0.010ppm) 確認された。他に既知代謝物と一致するものはなかった。

代謝物ゾーン	Rt (分)	発芽後処理				発芽前処理			
		画分		画分		画分		画分	
		%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
ペンディメタリン	41-43	1.77	0.006	0.00	0.000	2.35	0.010	0.00	0.000
合計		11.76	0.039	42.29	0.136	17.56	0.074	54.09	0.227

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(5) 茎葉部の HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (発芽後処理 60 日後)

本茎葉部の 画分には、ペンディメタリンが 1.22%TRR (0.003ppm) 確認されたが、他に既知代謝物と一致するものはなかった。

代謝物ゾーン	Rt(分)	画分		画分			
		%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
ペンディメタリン	41-43	1.22	0.003	0.00	0.000	-	-
合計		4.68	0.009	63.22	0.129	6.42	0.012

(6) 茎葉部の HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (発芽前処理 60 日後)

本茎葉部の 画分には、ペンディメタリンを含め既知代謝物と一致するものはなかった。

代謝物ゾーン	Rt(分)	画分		画分		溶出液	
		%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
ペンディメタリン	41-43	0.00	0.000	0.00	0.000	-	-
合計		16.29	0.029	54.66	0.098	4.37	0.008

(7) 茎葉部/外皮の HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (発芽後処理 81 日後)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

本茎葉部のクロロホルム画分には、ペンディメタリンが 1.50%TRR(0.003ppm) 確認されたが、他に既知代謝物と一致するものはなかった。

代謝物ゾーン	Rt(分)	画分		画分				カラム非保持分	
		%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
ペンディメタリン	41-43	1.50	0.003	0.00	0.000	0.00	0.000	0.00	0.000
合計		8.23	0.018	57.13	0.126	6.99	0.015	5.71	0.012

(8) 茎葉部/外皮の HPLC ラジオクロマトグラム分析結果 (発芽前処理 91 日後)

本茎葉部の には、ペンディメタリンが 0.61%TRR(0.002ppm) 確認されたが、他に既知代謝物と一致するものはなかった。

代謝物ゾーン	Rt(分)	画分		画分				溶出液	
		%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
ペンディメタリン	41-43	0.61	0.002	0.00	0.000	0.00	0.000	0.00	0.000
合計	-	13.24	0.035	49.86	0.131	8.78	0.023	3.55	0.009

(9) 茎葉部/外皮の抽出残渣 (PES-1) からのデンプンおよびリグニン単離結果

本茎葉部/外皮の抽出残渣から単離したデンプンおよびリグニンには 81 日後でそれぞれ 0.002ppm および 0.016ppm、91 日後で 0.001ppm および 0.016ppm の残留放射能が認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

抽出画分	発芽後処理 81 日後				発芽前処理 91 日後			
	デンプン単離		リグニン単離		デンプン単離		リグニン単離	
	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm	%TRR	ppm
画分	11.15	0.025	11.15	0.025	13.03	0.034	13.03	0.034
画分	49.57	0.109	49.57	0.109	50.49	0.132	50.49	0.132
残渣 (PES-1)	39.28	0.086	39.28	0.086	36.49	0.096	36.49	0.096
残渣 (PES-2)	31.27	0.069	-	-	28.64	0.075	-	-
	7.32	0.016	-	-	7.43	0.019	-	-
	0.69	0.002	-	-	0.42	0.001	-	-
	-	-	3.41	0.008	-	-	4.09	0.011
	-	-	28.50	0.063	-	-	26.47	0.069
	-	-	7.37	0.016	-	-	5.93	0.016
合計	100.0	0.220	100.0	0.220	100.01	0.262	100.01	0.262

#### (10) 土壌における残留放射能

下表に各深度の土壌に残留する放射能を、被験物質換算した濃度にて示した。発芽後処理区および発芽前処理区とも、放射能の分布は同様であり、大部分が表層 0-6 インチの層に分布していた。

表 土壌中残留放射能 (2 反復の平均)

処理後日数 (日)	残留放射能濃度 (ppm)			
	0-3 インチ	3-6 インチ	6-12 インチ	12-18 インチ
散布前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
0 <sup>a)</sup>	1.430	0.017	< 0.01	-
81 <sup>a)</sup>	0.364	0.064	< 0.01	< 0.01
0 <sup>b)</sup>	2.450	0.447	0.076	-
91 <sup>b)</sup>	0.156	0.054	< 0.01	< 0.01

a) 発芽後処理

b) 発芽前処理

#### 結論 :

発芽後処理区における処理後 14 日、30 日及び 60 日の全茎葉部の TRR は、それぞれ 2.75、0.319 及び 0.204ppm であった。処理後 81 日の茎葉/外皮及び穀粒/穂軸の残留量は、それぞれ 0.220 及び 0.017ppm であった。

発芽前処理区における処理後 30 日及び 60 日の全茎葉部の TRR は、それぞれ 0.420 及び 0.170ppm であった。処理後 91 日の茎葉/外皮及び穀粒/穂軸の残留量はそれぞれ 0.262 及び 0.020ppm 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 BASF ジャパン株式会社にある。

全ての穀粒/穂軸に含まれる抽出性放射能は 0.01ppm 未満であったため、代謝物の同定は行わなかった。

全茎葉部、茎葉/外皮の HPLC 及び TLC 分析の結果、画分には少量のペンディメタリンが確認された（処理後 81 日で 1.5%TRR/0.003ppm、処理後 91 日で 0.6%TRR/0.002ppm）。水溶性画分には非常に極性の高い化合物が数種認められたが、既知化合物と一致するものは確認されなかった。また画分のセルラーゼあるいは酸による加水分解後でもペンディメタリンおよびは遊離しなかった。

抽出残渣（PES-1）のデンプンおよびリグニンには、それぞれ 0.001～0.002ppm および 0.016ppm の残留放射能が確認され、ペンディメタリンが代謝され、と推定された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endimethalin

2-2. ペンディメタリンの水稻における植物体内運命試験

(資料 5)

試験機関：アメリカン・サイアナミッド社（米国）

報告書作成年：1973年

供試標識化合物：

名称	基標識体	基標識体
構造式		
	* 標識位置	* 標識位置
化合物名		
放射化学的純度		
比放射能		

供試作物：水稻（IR-22、インド型変種）

長方形のポリエチレンタンクに砂壤土（プリンストン）を入れ、蒸留水を2インチの深さまで満たし播種した（水位は四ヶ月間一定に保った）。栽培期間中、太陽光相当の光を照射した。

試験方法：

処理液の調製及び処理：両標識体は、顆粒製剤として調製し、播種5日後に処理した。処理濃度は3 lb ai/acreとした。

試料の採取：

植物：処理4週、8週及び20週後（収穫期）に水面から2インチ上部で稲を切断した。20週後の試料は乾燥後籾を分け、籾は籾殻と可食部である米粒に分けた。

水：処理8週後及び12週後に田水の一部を分取した。

土壌：処理4ヶ月後に田水を除去し、7ヶ月後に表層から乾燥した土壌の一部を分取した。

試料の抽出及び放射能計測：

植物：

田水：採取試料は、直接LSCにより放射能計測した。

土壌：

代謝物の分離、定量及び同定/特徴付：

結果：

植物体/田水における放射能及びその分布：表 1 に、各植物部位における、親化合物に換算した植物体乾燥重量あたりの化合物濃度 ppm を示した。4、8 週後の植物体及び 20 週後の茎葉等に含まれる放射能は、標識体及び 標識体試料にて 0.17 から 0.36 ppm 及び 0.21 から 0.39 ppm に増大しているが、これは薬剤が蓄積されているのではなく、植物体の乾燥度合いに起因すると考えられた。

田水における放射能は両標識体試料において処理 1 ヶ月後に約 0.10 ppm であり、3 ヶ月後には約 0.01 ppm に減少した。

表 1 各植物部位における放射能分布

標識化合物	播種後	植物部位	濃度 (ppm)		
				残渣	合計
標識体	4 週後	全地上植物体	0.10	0.07	0.17
	8 週後	全地上直物体	0.11	0.10	0.21
	20 週後	茎葉等	0.14	0.22	0.36
		穀粒及び籾殻 <sup>a)</sup>	-	-	0.05
		穀粒 <sup>a)</sup>	-	-	0.04
	籾殻 <sup>a)</sup>	-	-	0.02	
標識体	4 週後	全地上植物体	0.13	0.08	0.21
	8 週後	全地上直物体	0.14	0.11	0.25
	20 週後	茎葉等	0.15	0.24	0.39
		穀粒及び籾殻 <sup>a)</sup>	-	-	0.05
		穀粒 <sup>a)</sup>	-	-	0.04
	籾殻 <sup>a)</sup>	-	-	0.03	

a) 試料をそのまま燃焼したため抽出液及び残渣のデータはない  
全て対照区の値を差し引きした値として示した

土壌における放射能の抽出効率：表 2 に土壌における放射能の抽出効率を、残留放射能に対する割合にて示した。両標識体試料とも、残渣に約 70%の放射能が残存した。

表 2 土壌における放射能抽出効率

	抽出性放射能			残渣
			合計	
標識体	18.0	10.1	28.1	71.9
標識体	19.7	14.5	34.2	65.7

代謝物の分離、定量及び同定：植物体茎葉部、抽出液における代謝物は親化合物及び  
であり、その他 TLC 原点にも放射能が検出された。

表 3 に、処理 7 ヶ月後の土壌抽出液における代謝物の残留放射能に対する割合を示した。主代謝物は親化合物であり、その他植物体と同様の  
及び数種の未同定代謝物が検出された。

処理 8 週後の田水における主代謝物は  
であり、検出された親化合物は微量であった。その他、2 種の未同定代謝物が検出された。

稲におけるペンディメタリンの想定代謝経路を図 1 に示した。

表 3 土壌中代謝物の土壌残留放射能に対する割合

	親化合物	未同定代謝物							合計
		1	2	3	4	5	6	原点	
標識体	19.7								28.1
標識体	16.3								34.2

図 1 ペンディメタリンの想定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endrin-methalin

2-3. ペンディメタリンの綿及び大豆における後作物残留試験

(資料 6)

試験機関: アメリカン・サイアナミッド社 (米国)

報告書作成年: 1973 年

供試標識化合物:

\* 標識位置

放射化学的純度:

比放射能 :

供試作物: 綿 (delta and pine company の smooth leaf variety)

大豆 (aldelphia variety)

供試土壌: 砂壤土 (Princeton, New Jersey)

試験方法:

被験物質の処理及び播種: 砂壤土を入れたステンレス製の円筒に、被験物質のアセトン溶液を混合した砂壤土をいれ、グリーンハウスにて 4 ヶ月保存した。処理量は 1 lb ai/acre に相当した。4 ヶ月間、一週間に 1 インチの量に相当する水を処理した。

4 ヶ月後、綿及び大豆を別々の円筒に播種した。

栽培条件: 播種後、水及び施肥は実験期間を通じて与え、また冬期は人工光で 1 日当り 10 時間の露光量となるよう照射を追加した。試験期間は 132 日間 (1972 年 9 月 20 日 ~ 1973 年 1 月 30 日) であった。

試料の採取: 播種後、16 日、32 日、62 日及び収穫期である 132 日目に植物体を採取し、水で洗浄後凍結させた。

試料の処理及び放射能計測:

収穫期試料に関しては、綿、大豆共に、種子以外の部位の処理、分析を行わなかった。

試験結果：

綿及び大豆における放射能：表 1 に、綿及び大豆における放射能を、被験物質に換算した濃度 ppm にて示した。

綿における放射能は、播種 32 日後に最大値 0.145 ppm に達し、62 日後には 0.061 ppm まで減少した。収穫期の種子に含まれる放射能は 0.016 ppm であった。これらの値は薬剤処理後直ぐに播種した綿と比べ同様または低い値であった。

大豆における放射能は、播種 16 日後に最大値 0.337 ppm を示し、62 日後には 0.087 ppm に減少した。収穫期の種子に含まれる放射能は 0.060 ppm であった。

どちらの植物体においても種子における残留放射能は極めて低く、代謝物分析を行うことはできなかった。

	植物部位	画分	経過日数			
			16 日	32 日	62 日	132 日
綿	地上部植物体		0.087	0.077	0.042	-
		残渣	0.029	0.068	0.019	-
		合計	0.116	0.145	0.061	-
	種子	抽出液 <sup>a)</sup>	- <sup>b)</sup>	-	-	0.010
		残渣	-	-	-	0.006
		合計	-	-	-	0.016
大豆	地上部植物体		0.291	0.081	0.051	-
		残渣	0.046	0.071	0.036	-
		合計	0.337	0.152	0.087	-
	種子	抽出液 <sup>a)</sup>	-	-	-	0.025
		残渣	-	-	-	0.035
		合計	-	-	-	0.060

a) 抽出液放射能の合計値

b) 未分析

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

end/methalin

2-4. ペンディメタリン<sup>14</sup>C-標識検体の馬鈴薯における代謝試験

(資料 7)

試験機関：

/  
( )

(GLP対応)

報告書作成年：1992年

供試標識化合物：

略 称	
構造式・標識部位	* 標識位置
化学名	N-(1-エチルプロピル)-3,4-ジメチル-2,6-ジニトロベンゼンアミン
分子式	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
分子量	281.3
比放射能(μCi/mg)	
放射化学的純度(%)	

本試験は、上記<sup>14</sup>C放射性標識体に非標識体及び同定のため質量マーカーとして<sup>13</sup>C安定標識体を加えた混合液を用いて行った。混合液の放射化学的純度及び比放射能は  
であり、化学的純度は であつた。<sup>13</sup>C標識体の化学的純度は であり、図1にその標識位置を示した。

\* 標識位置

図1 <sup>13</sup>C-CL 92,553の標識位置及び構造

供試植物：馬鈴薯(品種名：White Rose)

栽培環境：屋外圃場で栽培した。

土壌：土性： Hanford 壤砂土

表層6インチの粒経： 砂土61.3%、シルト27.2%、粘土11.5%

有機物含量： 0.6%

pH： 6.5

陽イオン置換容量： 5.6 Meq/100g

植付け：処理30日前(1991年7月30日)

散布方法：

1) 処理量

処理剤の調製：4E 市販乳剤（約 479 g/L）と同様に調製し、脱イオン水で希釈  
使用量：約 168g ai/10a (1.5 lb ai/acre) (なお、無処理区には白試料のみ散布)  
散布量：約 67 L/10a

2) 処理

処理部位・方法：土壌及び茎葉に背負式炭酸ガス噴霧器で全面散布  
処理回数：1回  
処理時期：発芽後（草丈約 15cm）（1991年8月30日）  
処理面積：約 3 平方メートル(約 1.2 x 2.4メートル)の試験区画

試料の採取

土壌：処理後 - 1、0 及び 109 日に 45.7cm(0日は 30.5cm)まで採取。採取した土壌柱は 0  
~7.6、7.6~15.2、15.2~30.48、30.48cm~最後までの部分に分けた。

馬鈴薯：処理後 0 日に地上部植物体を、収穫期（処理後 109 日）に塊茎を採取

試料は採取後直ちにクーラーに入れ、採取 2 時間以内に冷凍保存し、冷凍状態で分析機  
関に送付した。

分析方法：

(1) 総残留放射能 (TRR) の測定

土壌：分別した各土壌試料の一部を分取し、オキシダイザーにて燃焼、生成した二酸化  
炭素を捕集し、液体シンチレーション (LSC) により放射能を計測した。

馬鈴薯：0 日地上部植物体は液体窒素中にてミルを用いて均質化し、収穫期塊茎はミキ  
サーでの均質化後、液体窒素を加えミルを用いてさらに均質化した。各々一部を分取し、  
土壌と同様にオキシダイザーで燃焼後、LSCにて放射能を計測した。

(2) 残留放射能の抽出

図 1 及び図 2 に、それぞれ地上部植物体及び収穫期塊茎の放射能抽出スキームを示した。

(3) 残留放射能の同定/特徴付け及び定量

0 日地上植物体： 層は、代謝物標品(表 4)とともに薄層クロマトグラフィー(TLC)及び高速液体クロマトグラフィー(HPLC)分析に供した。

層は低い放射能のため分析しなかった。

収穫期塊茎： 層は、代謝物標品(表 4)とともに TLC 分析に供した。

層は濃縮後遠心分離し、上清液をさらに濃縮した後、TLC 及び HPLC 分析に供した。また、さらなる特徴付けのため、層をセルラーゼ及び高温減圧下での 1N HCl 処理を行った。セルラーゼ処理後の水層は、濃縮後遠心分離し、上清液を TLC 及び HPLC 分析に供した。酸処理後の水層は、濃縮後 C<sub>18</sub> 固相抽出に供し、水及びメタノールで溶出した。水溶出液は、炭酸ナトリウムで pH 約 4 に調節後濃縮、遠心分離後、上清液を HPLC 分析に供した(図 2 参照)。

セルラーゼ処理後の水層は、上記と同様の処理後、上清液を HPLC 分析に供した。

酸処理後の水層は、上記と同様に水溶出液を精製した後、上清液を HPLC 分析に供した。

図 1. 地上部植物体放射能の抽出スキーム

図 2. 馬鈴薯塊茎放射能の抽出スキーム

## 結 果

### (1) 土壌中の総残留放射能 (TRR) の分布

土壌中の TRR を被験物質に換算した濃度 ppm にて表 1 に示した。処理後 0 日の土壌では、7.6cm までの表層土壌から 0.658ppm が検出され、それ以下の層からは表層の約 1/30~50 が検出された。馬鈴薯の収穫時には表層で処理時の 17%(0.115ppm) が検出され、15.2cm 以下の下層では検出されなかった。

表 1 処理土壌中における総残留放射能 (TRR) (ppm)

土壌深度 cm	無処理区		処理区	
	処理後 0 日	処理後 109 日	処理後 0 日	処理後 109 日
0~7.6	<0.01	<0.01	0.658	0.115
7.6~15.2			0.021	0.014
15.2~30.5			0.013	<0.01
30.5~45.7	- <sup>a)</sup>	-		

a) 未分析

### (2) 地上部植物体及び塊茎中の TRR の分布

表 2 に処理 0 日後の地上部植物体及び収穫期塊茎における放射能の分布を、回収率補正した TRR に対する割合及び被験物質に換算した濃度 (ppm) にて示した。

地上部植物体： で TRR の 93%(55.8 ppm) が回収され、 で 1.9%(1.12 ppm) が回収された。抽出残渣には 5.0%(2.99 ppm) が残っていた。

収穫期塊茎： で TRR の 12%(0.007ppm)、 で 30%(0.019 ppm) が回収された。抽出残渣 (PES1) には 58%(0.036 ppm) が残っていた。この残渣のセルラーゼ処理で 19%(0.012 ppm) が遊離し、残渣 (PES2) をさらに、酸性で還流抽出して 30%(0.019 ppm) が回収された。最終残渣 (PES3) には約 8.7%(0.006 ppm) の放射能が残っていた。

表 2 馬鈴薯抽出画分中の放射能の分布 (回収率)

抽出画分	処理後 0 日地上部植物体		収穫期塊茎	
	TRR に対する割合 (%)	濃度 (ppm)	TRR に対する割合 (%)	濃度 (ppm)
相	93.1	55.84	12.1	0.007
相	1.9	1.123	30.1	0.019
抽出残渣 (PES1)	5.0	2.994	57.8	0.036
水層	NA <sup>a)</sup>	NA	18.8	0.012
抽出残渣 (PES2)	NA	NA	39.0	0.024
酸性水相	NA	NA	30.4	0.019
抽出残渣 (PES3)	NA	NA	8.7	0.005
合計	100.0	59.95	100.0	0.062
回収率 <sup>b)</sup>	106.3		102.9	

a) 酵素/酸加水分解を行わなかった。

b) 抽出前の放射能に対する抽出画分及び残渣における放射能の割合

(3) 塊茎中残留放射能の同定及び特徴付け

地上部植物体：二次元 TLC 及び HPLC 分析の結果、層に含まれる化合物は親化合物のみであった。

収穫期塊茎：表 3 に、収穫期塊茎中の代謝物を TRR に対する割合及び被験物質に換算した濃度にて示した。

層には、TLC 分析の結果、親化合物及び原点付近に極性の化合物が検出された。親化合物は HPLC 分析によっても同定された。

層(Ⅱ)は TLC 分析においてほとんどが原点に留まったため表 3 には HPLC 分析の結果を示した。数種の未同定極性化合物が検出されたが、いずれも 0.01 ppm 以下であった。(Ⅱ)のセルラーゼ処理及び酸性処理後の水層の HPLC 分析の結果は処理前と同様であり代謝物のさらなる特徴付けは出来なかった。

(Ⅲ)は HPLC 分析により少なくとも 6 種の化合物が検出されたが、いずれも代謝物標品とは一致せず、0.003ppm 以下であった。

を精製した の HPLC 分析では 1 種の代謝物が検出されたが、これも代謝物標品とは一致せず、0.007ppm であった。

表 3 処理後 109 日に採取した収穫期塊茎中の代謝物の分布

代謝物							合計	
	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm
親化合物	2.8	0.002					2.8	0.002
TLC 原点	9.3	0.006					9.3	0.006
未同定化合物							11.3	0.007
							12.0	0.007
							5.6	0.003
							4.5	0.003
							1.6	0.001
							4.1	0.003
							1.6	0.001
							5.3	0.003
							2.5	0.002
							1.5	0.001
							1.5	0.001
							1.4	0.001
ハックグランド*			3.4	0.002	4.6	0.003	7.2	0.004
							11.2	0.007
残渣 (PES3)							8.7	0.005
合計	12.1	0.008	30.1	0.019	18.8	0.012	30.4	0.018
							100.0	0.062

a) 二次元 TLC 分析結果を用いた。

b) HPLC 分析結果を用いた。

c) のみ分析し は分析しなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endimethalin

#### 代謝分解経路

収穫時(成熟期)の塊茎中に存在する放射能は非常に少なく、親化合物以外に存在した多数の代謝物はいずれも同定することができなかったが、これらの残留量はわずか 0.007 ppm 以下であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

enc:metba/jn

表 4 使用した既知代謝物の標品

Chemical Structure	Sample ID	Lot Number & Chemical Purity <sup>1</sup>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

and metrial in


1 Purity assigned by TLC.

2 Quantity not sufficient to perform TLC; however, MS analysis was used to confirm identity of compound.

3

2-5. ペンディメタリン <sup>14</sup>C-標識検体のキャノーラにおける代謝試験 (資料 8)

試験機関： (圃場栽培) /  
 アメリカ・サイアミッド社(分析) (米国)  
 (GLP対応)

報告書作成年：1994年

供試標識化合物：

略 称	<sup>14</sup> C-CL 92, 553
構造式・標識部位	* * 標識位置 均等に標識
化学名	N-(1-エチルプロピル)-3, 4-ジメチル-2, 6-ジニトロベンゼンアミン
分子式	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
分子量	281.3
比放射能(μCi/mg)	
放射化学的純度(%)	
化学的純度(%)	

本試験は、上記 <sup>14</sup>C 放射性標識体に非標識体及び同定のため質量マーカーとして <sup>13</sup>C 安定標識体を加えた混合液を用いて行った。混合液の非放射能は であつた。<sup>13</sup>C 標識体の標識体純度及び化学的純度は であり、図1にその標識位置を示した。

\* 標識位置

図1 <sup>13</sup>C-CL 92, 553 の標識位置及び構造

供試植物：キャノーラ (品種名：Brassica napus, var. Legend)

栽培環境：屋外圃場で栽培した。

土壌：土性： 埴壤土(Cray Loam)

(表層0-12インチの土壌割合：砂土27.0%、シルト34.3%、粘土38.7%)

有機物含量： 3.5%

pH： 7.4

陽イオン置換容量： 41.0 Meq/100g

含水量(1/3 bar)： 45.5%

散布方法：

1) 処理量

処理製剤の調製：480EC 市販乳剤（480 g/L 乳剤）と同様に調製し、蒸留水で希釈

使用量：設定値：1.75 kg ai/ha (1.56 lb ai/acre)

測定値：1.64 kg ai/ha (1.46 lb ai/acre)

なお、無処理区には白試料のみ散布。

散布液量：約 400 mL/処理区

ただし処理区は散布後さらに 200 mL の水を散布機に入れて同様に散布したので総量 600 mL/処理区となり、これは 115 ガロン/acre に相当する。

2) 処理方法

処理部位・方法：土壌に全面散布後、土壌 1~2 インチ中に混和（播種前混和処理）

処理回数：1 回

処理時期：キャノーラ種子播種前日

処理面積：約 4.2 平方メートル(約 1.38 x 3.05 メートル)の試験区画

試料の採取：

土壌：処理後 - 1 日(処理前)、0 日(処理後)およびキャノーラ成熟期(112 日)に採取した。  
各採取期に 18 インチの深さの土壌柱を 6 本採取した。

キャノーラ：成熟期(処理後 111 日)に植物体の最も低い種子莢以上を刈り取った。刈り取った植物体はグリーンハウス内で風乾し 14 日後に脱穀後、莢を除いて種子を分けた。

試料の保存：

種子は-17°Cの冷凍庫で保存し、土壌はドライアイスの入った容器内に入れて、同じく-17°Cの冷凍庫で保存した。分析機関へ送付後は-20°Cで保存した。

分析方法：

(1) 総残留放射能 (TRR) の測定

キャノーラ種子は、ミルによりドライアイスとともに粉砕し、二酸化炭素を除去した後 0.5g をオキシダイザーにより燃焼し、液体シンチレーション (LSC) にて放射能を測定した。

土壌は、土壌柱を解凍し、0~3、3~6、6~12 および 12~18 インチに切断した。キャノーラ成熟期では土壌が圧縮されていたため、最大 10.75 インチの土壌柱しか得られなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endometrial in

土壌柱 6 本中 1~3 (試料 1) および 4~6 (試料 2) を混合して風乾、遠心粉碎ミルで粉碎し、0.5g をオキシダイザーにより燃焼して LSC にて放射能を測定した。

(2) 残留放射能の抽出

キャノーラ種子及び 0 日土壌試料は、それぞれ図 1 及び図 2 に従い残留放射能の抽出を実施した。個々の抽出液及び残渣はそれぞれオキシダイザーにより燃焼し、LSC にて放射能を計測した。

(3) 被験物質の安定性

処理製剤における被験物質の安定性を確認するため、0 日試料土壌抽出液を被験物質標品とともに HPLC 分析に供した。土壌抽出液は分析前に遠心マイクロフィルターにより精製した。

図 1. キャノーラの抽出

図 2. 土壌の抽出

結果：

(1) キャノーラ種子の TRR

表 1 に、キャノーラ種子中の TRR 及び抽出効率を示した。TRR は被験物質に換算した濃度にて、抽出液及び残渣に含まれる放射能は種子中 TRR に対する割合及び被験物質に換算した濃度にて示した。

収穫期の種子中には 0.01 ppm の放射能が残存していた。抽出された放射能は 0.004 ppm であったため、更なる分析は実施しなかった。

表 1 キャノーラ種子中 TRR 及び抽出効率

	残留放射能 (%)		
	抽出液	残渣	合計
111 日試料	42 (0.004)	58 (0.006)	100 (0.01 ppm)

( )内は被験物質換算した濃度 (ppm)

(2) 土壌における残留放射能

表 2 に、各深度の土壌に残留する放射能を、被験物質換算した濃度にて示した。0 日試料においては、TRR の 98%が抽出性放射能、残りの 2%が非抽出性放射能として残渣に存在した。

表 2 土壌中残留放射能

処理後日数 (日)	残留放射能濃度 (ppm)			
	0-3 インチ	3-6 インチ	6-12 インチ	12-18 インチ
散布前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
0	0.72	< 0.01	< 0.01	< 0.01
112 <sup>a)</sup>	1.04	< 0.01	<0.01 - 0.02 <sup>b)</sup>	<sup>c)</sup>

a) キャノーラ種子収穫 1 日後

b) 1 サンプル (6-9.2 インチ) で 0.02ppm が検出された

c) 土壌圧縮により、土壌柱が 10.75 インチしかなかった

(3) 被験物質の安定性

0 日試料抽出液は、HPLC 分析により被験物質の単一ピークを示し、これは処理製剤にて被験物質が安定に存在したことを示した。

結論：

本試験条件下では、収穫期のキャノーラに残留した放射能は 0.01 ppm であり、そのうち抽出された放射能は 0.004 ppm で、0.01 ppm 未満であった。よってこの放射能の同定は実施しなかったが、親化合物または代謝物などの単一成分が 0.01 ppm 以上残留しないことが確認された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

encimethalin

2-6. ペンディメタリン<sup>14</sup>C-標識検体のタマネギにおける代謝試験 (資料 9)

試験機関： (圃場栽培) /  
アメリカ・サイアミッド社 (分析) (米国)  
(GLP対応)

報告書作成年：1995年

供試標識化合物：

略 称	<sup>14</sup> C-CL 92,553
構造式・標識部位	* 標識部位
化学名	N-(1-エチルプロピル)-3,4-ジメチル-2,6-ジニトロベンゼンアミン
分子式	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
分子量	281.3
比放射能	
放射化学的純度	
化学的純度	

供試植物：タマネギ (品種名：Granex 33 Hybrid)

栽培環境：屋外圃場で栽培した。

土壌：土性： 砂土(muck soil)

(表層15cmの土壌割合：砂土81%、シルト10%、粘土9%)

有機物含量： 51.4%

pH： 5.2

陽イオン置換容量： 35.4 Meq/100g

含水量(1/3 bar)： 89.5%

密度(g/cc)： 0.43

USDA分類： 有機土(Muck)

散布方法：

1) 処理量

処理剤の調製：480EC市販乳剤(480 g/L乳剤)と同様に調製し、蒸留水で希釈

使用量[実測値]：1回目 3.05 kg ai/ha

2回目 3.11 kg ai/ha

なお、無処理区には白試料のみ散布。

散布液量：約 45 L/10a

2) 処理

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endometalin

処理部位・方法：土壌及び茎葉に窒素加圧式全量送付散布機で全面散布

処理回数：2回

処理時期：第1回 ループ期の2~3日後(1993年3月30日)

第2回 成長期の第2本葉期(1993年4月20日)

処理面積：約2.2平方メートル(約0.91 x 2.44メートル)の試験区画

#### 試料の採取

土壌：処理後-1(処理前)、0日(最初の処理後約2時間)、2回目(最初の処理後21日)の処理前及び処理後採取した。直径3.8cmのアセテート樹脂直管を用いて12インチの深さまで、採取ごとに1区画につき4本の土壌柱を採取。

タマネギ：成熟期(最初の処理後77日)に鱗茎を採取。

試料は採取後直ちに凍結し分析機関に送付した後、分析まで-20℃で保存した。

#### 分析方法：

##### (1) 総残留放射能 (TRR) の測定

タマネギ鱗茎全体(乾燥した上部を除く)を粉砕し、5gを等量の水で均質化したのちオキシダイザーで燃焼し、放射能を計測した。

土壌は、土壌柱を解凍し、0~3、3~6、6~12 および 12~18 インチに切断後風乾、ミルで粉砕し、一部を燃焼して放射能を計測した。

##### (2) 残留放射能の抽出

タマネギ鱗茎は、

液体シンチレーション(LSC)にて放射能を計測した。残渣(PES)は乾燥重量を測り、一部をオキシダイザーにより燃焼してLSCにて放射能を計測した。

##### (3) 残留放射能の同定及び定量

タマネギ鱗茎抽出液は表3に示した代謝物標品とともに高速液体クロマトグラフィー(HPLC)分析に供し、分解物の同定を行った。定量は、カラムからの溶出液をフラクションコレクターで分画、捕集し、各分画の放射能をLSCにて計測することにより行った。

結果：

(1) タマネギ鱗茎及び土壤中の総残留放射能 (TRR)

タマネギ鱗茎中及び土壤中の TRR を、被験物質に換算した濃度 ppm にて表 1 及び表 2 に示した。

収穫期における処理区タマネギ鱗茎中の TRR は、対照区の試料の値、 $<0.01$  ppm に対し  $0.03$  ppm であった。タマネギ鱗茎における抽出性放射能は TRR の 78.3%で、被験物質換算で  $0.023$  ppm、非抽出性放射能は濃度として  $<0.01$  ppm であった。

土壤中の TRR は、対照区の  $<0.01$  ppm に対し、処理直後、2 回目処理前及び 2 回目処理日にそれぞれ  $3.48$  ppm、 $2.09$  ppm 及び  $4.40$  ppm であった。

表 1 タマネギ鱗茎における TRR

群	処理後日数 (日)	濃度 (ppm)
対照区	77	$<0.01$
処理区	77	$0.03$

表 2 土壤における TRR

群	処理後日数 (日)	濃度 (ppm)
対照区	0	$< 0.01$
	20 <sup>a)</sup>	$< 0.01$
	21 <sup>b)</sup>	$< 0.01$
処理区	0	$3.48$
	20 <sup>a)</sup>	$2.09$
	21 <sup>b)</sup>	$4.40$

残留値はバックグラウンドを差し引いた値

a) 2 回目処理前

b) 2 回目処理日

(2) タマネギ鱗茎中抽出性放射能の同定及び定量

タマネギ鱗茎抽出液の HPLC 分析結果は、タマネギ鱗茎 TRR の 7.70% ( $0.002$  ppm) が親化合物であり、その他の成分はいずれも親化合物換算にて  $<0.01$  ppm、TRR の 10% を超えるものはないことを示した。その他の成分は量が少なく、同定には至らなかった。

この結果は、本試験条件下におけるタマネギ鱗茎中、ペンディメタリンは代謝されることを示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

andmethalin

使用した代謝物標品

Chemical Structure	Sample ID	Lot Number & Chemical Purity <sup>1</sup>

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endimethalin

2-7. ペンディメタリンの落花生における代謝試験 (落花生 1)

(資料 10)

試験機関：アメリカン・サイアナミッド社 (米国)

報告書作成年：1975 年

供試標識化合物：<sup>14</sup>C-ペンディメタリン(<sup>14</sup>C-CL 92, 553)

構造式：

\* 標識位置

化学名：N-(1-エチルプロピル)-3, 4-ジメチル-2, 6-ジニトロベンゼンアミン

分子式： $C_{13}H_{19}N_3O_4$

分子量：281.3

比放射能：

放射化学的純度：

供試植物：落花生(品種名：NC-2 North Carolina)

土壤に被験物質を処理後、深度 1.5~2 インチに播種し、12 時間明 (GTE Sylvania M1000 BU-HOR による人工光使用、太陽光相当) の条件にて温室内で栽培。

供試土壤：プリンセトン砂壤土(砂 68%、シルト 24%、粘土 8%)

処理方法：ポリエチレンタンク(約 61x30x30cm)に土壤を詰めた後、表層約 5cm の土壤をタンクから採り、乳剤とした被験物質 0.75 lb ai/acre 相当を均一に混合し、再度各タンクに戻した。

試料の採取：播種 4 週、8 週及び 14 週後(収穫期)に植物体を地表面から約 1.6cm で刈り取った。播種 14 週後の試料は茎葉部から莢実を分け、水で洗浄後乾燥した。乾燥した莢実はさらに子実と莢に分けた。

試料の処理：全試料は、  
で抽出し、抽出液を濾過した。濾過した抽出液は、減圧濃縮後サンプルオキシダイザーにて燃焼し、液体シンチレーションカウンター(LSC)で放射能を計測した。抽出残渣は、抽出液と同様にサンプルオキシダイザーにて燃焼後 LSC にて放射能を計測した。

代謝物の分離及び同定/特徴付け：4 週及び 14 週後茎葉及び 14 週後莢の  
抽出液を代謝物標品との薄相クロマトグラフィー(TLC)に供し、代謝物の分離及び同定を行った。また、

14 週後の莢抽出液は、TLC 分析により同定できなかった未同定化合物の化学的特徴付けのため、以下の処理を行った。

- a)
- b)
- c)
- d)

## 結果

### 1. 落花生植物中の残留放射能

表 1 に、落花生中の残留放射能を、播種 4 及び 8 週後は生重量、14 週後は乾燥重量に対する親化合物に換算した濃度として示した。また、( ) 内には各植物部位総残留放射能 (TRR) に対する割合を示した。

残留放射能は、播種 4 週後に 0.13ppm であったものが、8 週後には 0.10ppm と若干減少した。14 週後の茎葉、莢及び子実中の残留はそれぞれ 0.21ppm、1.65ppm 及び 0.16ppm であった。莢中の残留放射能が高かったが、これは莢を水洗はしたが、莢に土壌粒子が付着していたためと考えられた。

表 1. 落花生中の残留放射能

試料採取時期	播種 4 週 <sup>a)</sup>	播種 8 週 <sup>a)</sup>	播種 14 週 <sup>b)</sup>		
			茎葉	莢	子実
処理区 抽出液	0.08 (61.5)	0.06 (60.0)	0.11 (52.3)	0.77 (46.7)	0.03 (18.8)
残渣	0.05 (38.5)	0.04 (40.0)	0.10 ((47.6)	0.88 (53.3)	0.10 (62.5)
合計 <sup>c)</sup>	0.13	0.10	0.21	1.65	0.16

- a) 生重量を用いて算出
- b) 乾燥重量を用いて算出
- ( ) 内は TRR に対する割合

### 2. 代謝物の同定及び特徴付け

播種 4 週後の植物体の抽出液には親化合物及び原点付近に放射能が検出された。

播種 14 週後の茎葉の抽出液には親化合物 及び原  
点に放射能が検出された。

播種 14 週後の莢の抽出液には親化合物 及び原  
及び数種の未同定化合物が検出された。未同定化合物の特徴付けのため、抽出液を 4 種の条件下で反応させた結果、いくつかの化合物は 反応をうけた。このことは、それらが 基を有することを示唆した。また、いくつかは 加水分解を受けた。これはそれらが抱合体であることを示唆した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

oxdimefhalin

表 3 に播種 4 週後の茎葉及び播種 14 週後の莢における代謝物分析の結果を親化合物に換算した濃度 ppm にて示した。また、( ) 内には各部位の TRR に対する割合を示した。

表 3 収穫時落花生における代謝物の割合

同定代謝物	茎葉	莢
CL 92553 (親化合物)	0.02 (18.5)	0.09 (5.7)
合計		

図 1 落花生における推定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

2-8. ペンディメタリンの落花生における代謝試験 (落花生 2)

(資料 11)

試験機関:

/  
( )

報告書作成年: 1980 年

本試験は 3 種試験からなる。

試験 I: 圃場試験 (播種前処理); 1975 年に実施した温室における落花生植物代謝試験 (以下、落花生 1 試験) において莢中に検出された 4 種の未同定代謝物が、圃場 (テキサス及びノースカロライナ) において検出されるかどうかを調べるために実施した。検出された場合は同定を行う。

試験 II: 温室試験 (播種前処理); 排水用穴の有無による上記莢中代謝物プロファイルへの影響を検討すること及び代謝物同定用試料を得るために実施した。排水用穴有の系は圃場試験条件に類似させるための系であり、穴無しの系は落花生 1 試験と同様の系であった。

試験 III: 温室試験 (発芽後処理); 上記莢中代謝物が生成するか、生成量は多いかを検討すること及び代謝物同定用試料を得るために実施した。

供試標識化合物: 試験 I 及び III には 基を  $^{14}\text{C}$  にて標識化した  $^{14}\text{C}$  標識体を使用し、試験 II には  $^{14}\text{C}$  にて標識化した  $^{14}\text{C}$  標識体を使用した。

略 称	$^{-14}\text{C}$ -CL 92, 553	$^{14}\text{C}$ -CL 92, 553
使用試験	試験 I 及び III	試験 II
構造式・標識部位		
化学名	N-(1-エチルプロピル)-3, 4-ジメチル-2, 6-ジニトロベンゼンアミン	
分子式	$\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4$	
分子量	281.3	
比放射能 (mCi/mg)		
放射化学的純度 (%)		

試験 I 及び II では、 $^{14}\text{C}$  標識体を、  
した。希釈後の比放射能は試験 I 及び II にてそれぞれ

$^{13}\text{C}$  標識体で希釈して使用  
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 BASF ジャパン株式会社にある。

供試植物：落花生(品種名：Florunner)

試験Ⅰ：テキサス及びノースカロライナともに被験物質処理土壌及び無処理土壌区域に播種（それぞれ 77/05/16～18 及び 77/05/19～21）した。

試験Ⅱ：被験物質処理土壌に播種後、1 ヶ月間(76/08/10～09/21)屋外に設置、その後温室に移動させた。

試験Ⅲ：土壌に播種した 3 ヶ月後、未成熟な莢実が形成された植物体の周りに被験物質を処理し、温室に維持した。

供試土壌：

		試験Ⅰ		試験Ⅱ	試験Ⅲ
由来		テキサス	ノースカロライナ	プリンストン	
土性		砂土	砂壤土	砂壤土	
組成(%)	砂	95.4	85.6	68	
	シルト	2.6	12.4	24	
	粘土	2.0	2	8	
有機物含有量(%)		0.2	2.4	-	

#### 試験方法

被験物質の処理：全試験において被験物質は市販の 4E 乳剤と同様に調製し、土壌に処理した。処理量は 0.75 lb/acre に相当する 84g ai/10a とした。各試験における処理方法は下記に示した。

試験Ⅰ：処理液を土壌表面に Garden Spray Can にて処理した後、深さ約 5cm までの土壌中で混合した。

試験Ⅱ：ポリエチレンタンクに土壌を入れた後、そのうち約 5cm の表層土を取り、処理液を加えて混合後タンクに戻した。

試験Ⅲ：ピペットにて処理液を土壌表面に滴下し、莢実の周りの土壌中で混和した。

試料の採取：成熟落花生を収穫し、莢実を水洗して土壌を除き、乾燥後、子実と莢に分けた。分析対象は莢のみとした。

試験Ⅰ：テキサス及びノースカロライナにてそれぞれ播種 4 ヶ月後(77/09/22)及び 6 ヶ月後(77/11 の 2 週目)に収穫した。

試験Ⅱ：播種 4 ヶ月半後(1977/01/05) に収穫した。

試験Ⅲ：播種 6 ヶ月後となる被験物質処理 3 ヶ月後(77/11/16)に収穫した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

残留放射能の抽出及び分析：落花生 1 試験との比較のため、抽出方法は 2 種類の方法を用いた。

#### 抽出方法 1

抽出液は LSC にて放射能を計測した。抽出残渣はオキシダイザーにて燃焼後、LSC により放射能を計測した。

#### 抽出方法 2

抽出液はそれぞれ LSC により放射能を計測した。抽出残渣はオキシダイザーにて燃焼後 LSC により放射能を計測した。

試験 I のテキサス及び試験Ⅲ試料はそれぞれ異なる個体を用いて抽出方法 1 及び 2 による抽出を行った。試験 I のノースカロライナ試料は抽出方法 1、試験Ⅱ試料は抽出方法 2 による抽出を行った。

### 図 1 莢の抽出スキーム 1

### 図 2 莢の抽出スキーム 2

#### 2 次元 TLC 分析による代謝物の分析：

代謝物の定量は、TLC 上の放射性スポットを掻き取り抽出して LSC で放射能を計測することにより行った。代謝物の同定は、代謝物標品との TLC コクロマトグラフィーにより行った。

系Ⅱは落花生 1 試験と同様であり、圃場試験と落花生 1 試験の代謝物比較に用いた。圃場試験の試験 I 及び代謝物の同定に用いた試験Ⅲの試料は、代謝物の一致を確認するため落花生 1 試験試料とのコクロマトグラフィーを行った。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

系 I :

系 II :

系 III :

系 IV :

未同定代謝物の同定 :

抽出液の反応 ; 試験 III 試料の抽出液は、さらなる代謝物分析のため、以下 a ~d の反応に供し、反応後 2 次元 TLC 分析に供した。

a)

b)

c)

d)

抽出液の分配/精製 ; 試験 III 試料の抽出液及び上記反応液を図 3 に従って分配/精製し、2 次元 TLC 分析に供した。

試験 I テキサス試料は、抽出液及び抽出液を合わせ、図 4 に従って分配/精製し、塩化メチレン相及び水相をそれぞれ 2 次元 TLC 分析に供した。また、水相はさらに代謝物標品との HPLC 分析にも供した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

### 図3 抽出液の分配/精製法1

### 図4 抽出液の分配/精製法2

GC/MS 分析：数種代謝物に関しては GC-MS 分析による同定も行った。

#### 結果

落花生の莢中における残留放射能：表1に各試験における莢中残留放射能を、親化合物に換算した濃度として示した。

試験Ⅰ：テキサス試料の莢において、抽出方法1では、に1.63ppm、  
に1.79ppm、残渣に1.54ppmが検出され、全体として4.96ppmが残存する結果が得られた。抽出方法2では、に0.13ppm、  
に3.98ppm、残渣に1.14ppmが  
検出され、全体として5.25ppmが残留する結果が得られた。残留放射能の若干の差は植物体の違いと考えられた。

一スカロライナの試験は降雨が異常に多く、生育が悪く、収穫した落花生も甚大な水害を受けていた。残留が0.43ppmと少なかった。

試験Ⅱ：排水用穴のない試料の結果は、落花生1(表1の斜字体のデータ)とほとんど同じであった。排水用穴のある試料はない試料と比べ、抽出効率傾向は同様であったが、放射能残留量は若干より高かった。

試験Ⅲ：放射能抽出効率傾向は試験Ⅰテキサスの圃場試験の結果とほぼ同じであったが放射能残留量はより高かった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 1 落花生の莢中における残留放射能 (ppm 親化合物相当)

試料の由来			洗液	抽出液				残渣	合計		
試験 I	テキサス	処理	1 <sup>a)</sup> 2 <sup>b)</sup>	-	1.63	1.79	-	-	1.54	4.96	
		無処理	2	<0.01	-	-	3.35	0.63	1.14	5.25	
	ノースカロライナ	処理	2	0.03	-	-	0.03	0.04	0.09	0.43	
		無処理	2	<0.01	-	-	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	
	落花生 I 試験			1	-	0.77	-	-	-	0.88	1.65
	試験 II	穴なし		1	-	0.54	0.26	-	-	0.41	1.21
穴あり		1	-	1.25	0.70	-	-	0.53	2.48		
試験 III			1	-	2.77	3.48	-	-	2.15	8.40	
			2	0.55	-	-	4.63	0.71	1.32	7.21	

a) 1: 図 1 に示した抽出方法を使用

b) 2: 図 2 に示した抽出方法を使用

TLC 分析による代謝物の同定/特徴付け及び定量:

試験 I ; 表 2 に、試験 I テキサス試料の  における代謝物の割合を落花生 I 試験の結果と比較して示した。定性的にテキサスの試験における代謝物 (TLC 上のスポット) は落花生 I の試験で検出された代謝物を含んでいた。

の  の TLC 分析は  と類似の結果を示したが、1 個の新たなスポットが見られ、それは  と同定された。これは  では極微量で、多くは  で抽出できたことから、植物体内では抱合体として存在したと考えられた。

ノースカロライナ試料に残留した放射能は微量であったため、代謝物分析は不可能であった。

表 2. メタノール抽出液における代謝物の割合

	親化合物	未同定代謝物				
		2	3	4	5	その他
落花生 I <sup>(a)</sup>	10.3					
テキサス <sup>(b)</sup>	2.7					

(a) :  0.77ppm に占める割合 (落花生 I から引用)

(b) : 表 1 のメタノール抽出液 1.63ppm に占める割合%。

試験 III ;  と  の TLC 分析結果は類似の結果を示したが、1 個の新たなスポットが見られ、それは  と同定された。  と落花生 I 試験のメタノール抽出液 TLC 分析結果はクロマトグラフィーにより一致が確認された。

未同定代謝物の単離及び同定 : 試験 III 試料の  を図 3 に示した分配/精製に供し、数種の代謝物の同定及び特徴付けを行った。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(放射能の 67%)は 及び表 2 に示した を  
含んだ。これらの未同定代謝物を特徴付けるためにジアソメタンで反応したところ、  
に変換した。ついで、

この結果より、それらの代謝物は と推察され、これは落花生  
1 試験の結果と一致していた。

同じく の酸加水分解では、 が変化し、

この結果は、  
である可能性を示し、単離精製したところ、 と同定され  
た。 であったので、抽出液に存在する の大部分が抱  
合体として存在したと考えられた。

また、いずれの標品とも一致しなかった放射能スポットの一つは、GC/MS により と同  
定された。その後、試験Ⅲ の試験 I テキサス試料とのコクロマトグラフィ  
ーにより、テキサス試料における CL217146 の存在が確認された。

極性の高い水溶性放射能の分析：試験 I テキサス試料の を極性の強い溶媒系Ⅳを  
用いた 2 次元 TLC 分析の結果は、原点部分に存在する極性放射能は 20 種以上の代謝物からなる  
ことを示した。したがって、試験 I テキサス試料の を含  
ませた抽出液を図 4 に示した分配/精製に供し、極性代謝物の特徴付けを行った。

を二次元 TLC 分析に供した。 は系Ⅱを用いた TLC 分析において  
抽出液の の放射能に相当した、表 2 の を含んだ。したがって、この  
水層画分を HPLC で分析したところ、少なくとも 10 個以上の代謝物が各々極微量検出された。い  
ずれも量的に少なく同定には至らなかった。

落花生における想定代謝経路を図 5 に示した。

結論：落花生 1 試験において検出された 4 種の未同定代謝物は、本試験の圃場、温室試験におい  
ても検出された。これらの代謝物の同定及び特徴付けの試みの結果、2 種は既知代謝物の抱合体  
を含み、その他 2 種は多種少量の代謝物を含むことが明らかとなった。結果として、落花生にお  
けるペンディメタリンの主代謝物は、親化合物、 であり、そ  
の他は極微量であった。

落花生が飼料として最大に使用されるのは、牛の飼料として使われる、すり潰した落花生莢であ  
り、これは飼料全体の 5%にすぎない。この事実は、牛が多量のペンディメタリンに暴露する可  
能性がほとんどないことを示し、また、同定された代謝物は全て動物代謝においても生成あるい  
は中間生成物として予想される代謝物であり、生成量を考慮しても、落花生で生成するペンディ  
メタリンの代謝物の毒性を考慮する必要はない。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

1

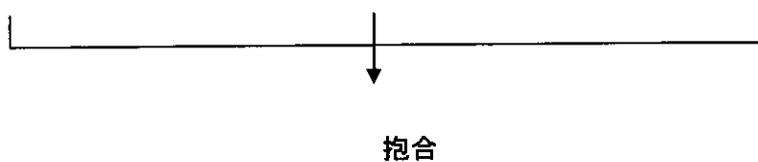


図5 落花生におけるペンディメタリンの想定代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

### 3. 土壌中運命に関する試験

(1) ペンディメタリンの好氣的土壌運命試験. 1

(資料 12)

試験機関: ( )

(GLP 対応)

報告書作成年: 1987 年

供試化合物:  $^{14}\text{C}$ -標識ペンディメタリン

#### \*標識位置

化学名: N-(1-エチルプロピル)-3,4-ジメチル-2,6-ジニトロベンゼンアミン

放射化学的純度:

比放射能:

供試土壌: 土壌の特性を下表に示した。土壌は 2 mm メッシュのふるいを通し、水分含量は試験期間中、平均で最大容水量(1/3bar)の 60%に維持した。

土壌タイプ	砂壤土						
有機含有量	2.4 %						
最大容水量(1/3bar)	11.05 %						
組成 (%)	<table border="1"><thead><tr><th>砂土</th><th>シルト質</th><th>粘土</th></tr></thead><tbody><tr><td>61</td><td>26</td><td>13</td></tr></tbody></table>	砂土	シルト質	粘土	61	26	13
砂土	シルト質	粘土					
61	26	13					
pH	4.8						
密度	1.45 g/ccm						
陽イオン置換容量 (meq/100g)	7.2						
微生物量	$1.17 \times 10^6$ コロニ-/mg 乾土						

試験温度:  $24.8 \pm 0.8^\circ\text{C}$

光条件: 遮光下

揮発性物質の捕集: 試験期間中、エチレングリコール、1N 硫酸及び 1N 水酸化カリウム 3 種の捕集液を用いたトラップを試験系に接続した。

試験方法:

処理溶液の調製: 標識体をジクロロメタンに溶解し処理溶液を調製した。濃度及び比放射能はそれぞれ  $643 \mu\text{g/mL}$  及び  $13710 \text{ dpm}/\mu\text{g}$  であった。

処理及びインキュベーション: 砂壤土に上記処理溶液を 2.0ppm となるよう添加後、容器に入れて密閉、二酸化炭素を除去した水飽和空気を通気 ( $100\text{cm}^3/\text{分}$ ) して好氣的条件を保持した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試料の採取；土壌試料は処理 0 日、1、2、3、4、6、9 ヶ月及び 1 年後に採取した。揮発性物質捕集溶液は試験責任者の判断により約 1 週間あるいは 2 週間おきに交換し、各溶液は放射能計測に供した。

試料の抽出及び分析；土壌にアセトニトリルを添加しボルテックスにて攪拌抽出を行った。抽出液は液体シンチレーション(LSC)にて放射能を計測し、代謝物標品とともに薄層クロマトグラフィー(LSC)にて代謝物分析を行った。残渣は乾燥し、  
にてさらなる抽出を行った。抽出液は一部を分取、LSC にて放射能を計測した。残りの抽出液は、水で希釈後  
を添加して分配抽出を行い、  
層は LSC により放射能を計測し、また、代謝物標品とともに TLC 分析に供した。展開した各放射性スポットは、それぞれ掻き取り  
にて抽出して LSC により放射能を計測、定量を行った。

及び  
抽出後の残渣は乾燥後それぞれ一部を分取、サンプルオキシダイザーにて燃焼後、生成した二酸化炭素を捕集し LSC にて放射能を計測した。抽出方法の概要を下図に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試験結果：

放射能の分布及び物質収支：表 1 に、総残留放射能の分布及び物質収支を処理時放射能に対する割合及び乾土に対する親化合物に換算した濃度にて示した。

1 年間のインキュベーションにおける物質収支は、95.7%であった。揮発成分についてはどの捕集液においても処理時放射能の 5%を超えるものはなかった。試験が進行するにつれて

抽出残渣に残る放射能が増加したが、 で大部分が抽出され、

抽出残渣に残る放射能は、1 年間を通し 10%を超えることはなかった。

表 1 放射能の分布及び物質収支 (%) 処理時濃度：1.86 μg/g

経過 日数	抽出性放射能	非抽出性 放射能	揮発性物質			合計
0	100.0 (1.86)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	100.0
30	101.6 (1.89)	1.2 (0.02)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.2 (0.00)	103.0
61	99.5 (1.85)	1.2 (0.02)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.4 (0.01)	101.1
92	99.5 (1.85)	1.2 (0.02)	0.1 (0.00)	0.0 (0.00)	0.6 (0.01)	101.3
123	93.5 (1.74)	1.7 (0.03)	0.1 (0.00)	0.1 (0.00)	0.7 (0.01)	96.3
182	90.3 (1.68)	2.3 (0.04)	0.3 (0.00)	0.0 (0.00)	1.2 (0.02)	94.3
273	90.9 (1.69)	7.5 (0.14)	0.4 (0.01)	0.1 (0.00)	2.0 (0.04)	101.1
365	89.8 (1.67)	3.4 (0.06)	1.0 (0.02)	0.1 (0.00)	3.2 (0.06)	95.7

( )内は親化合物に換算した乾土に対する濃度 ppm

代謝物分析：表 2 に、抽出性放射能の TLC 分析結果を、処理放射能に対する割合及び親化合物に換算した乾土に対する濃度として示した。

主代謝物は親化合物であり、これは、試験経過とともに少しずつ減少はしたものの、365 日試料においても処理放射能の 83.1%を占めており、半減期  $DT_{50}$  値は、1322 日と算出された。代謝物としては、

及び  
の標品が抽出液 TLC 分析の放射能スポットに一致した。その他、数種の未同定代謝物が検出されたが、親化合物以外の全代謝物はいずれも処理放射能の 5%以下であった。そのうちの 2 つのスポットは CL99900 に近い位置であったが完全に一致はしなかった。

本試験での推定代謝経路を図 1 に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 2 抽出性放射能の TLC 分析結果 (処理放射能に対する%)

経過日数	親化合物	分解物					合計
0	98.7 (1.84)						100.1
30	96.1 (1.79)						101.5
61	96.3 (1.79)						99.5
92	91.3 (1.70)						99.9
123	89.9 (1.67)						93.6
182	82.3 (1.53)						90.3
273	83.4 (1.55)						91.0
365	83.1 (1.54)						88.1

( )内は親化合物に換算した乾土に対する濃度 ppm

図 1. 好氣的土壤条件下における想定代謝経路  
[ ]は同定はされていない

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

結論：ペンディメタリンの 12 ヶ月の好氣的土壤代謝試験を 25°C、砂壤土について実施したところ、本試験条件下でペンディメタリンは安定であり、半減期  $DT_{50}$  値は、1322 日と算出された。しかし、US RED 評価書（抄録添付資料 1）に記載されているように、27 条件下好氣的土壤代謝試験の結果から算出されたペンディメタリンの好氣的条件下半減期平均値、中間値及び最頻値は 126、122 及び 122 日であり、半減期 1322 日は、平均値に 3 倍の標準偏差を掛けた値からかけ離れているため、採用しないこととした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

Pendimethalin

(2) ペンディメタリンの好氣的土壌運命試験. 2

(資料 13)

試験機関：アメリカン・サイアナミッド社（米国）  
（GLP対応）

報告書作成年：2000年

供試化合物：<sup>14</sup>C-, <sup>13</sup>C-標識体の1：1混合  
<sup>14</sup>C-標識体：標識

<sup>13</sup>C-標識体：基標識

<sup>14</sup>C：<sup>13</sup>C= : モル%  
放射化学的純度：  
比放射能：

供試土壌：3種類の土壌を試験に供した。それぞれの土壌特性を以下の表に示す。

土壌試料	砂壤土	壤土	埴壤土
組成 (%)			
砂土	63	33	20
シルト質	28	58	40
粘土	9	9	40
採取場所	Lucama ノースカロライナ州	Turkey Creek ルイジアナ州	Itta Bena ミシシッピ州
有機質 (%)	3.1	3.3	2.4
有機炭素含有量 (%)	1.8	1.9	1.4
最大容水量 (%)	34.9	49.3	50.8
陽イオン置換容量 (meq/100g)	8.6	8.6	18.2
pH	5.5	5.1	5.4
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	1.23	1.03	0.96
微生物量 (mg microbialC/100g 土)			
開始時	64.3	33.8	69.6
終了時	45.7	28.9	45.6
採取日	1999年11月1日	1999年11月1日	1999年11月4日

土壌は研究所内に20°Cで保管し、受領後2日以内に試験に供した。

試験方法：

土壌の調製：各土壌は2mmのふるいを通して小石、小動物などを取り除いた。標識検体を適用する前に各土壌はそれぞれの最大容水量の50%となるよう、水分含有量を調整した。

被験物質処理液の調製： $^{14}\text{C}$ ： $^{13}\text{C}$ -ペンディメタリンをアセトニトリル/水混合液(7/3=v/v)に溶解し、3.2 ppm (2.4kg/haに相当)となるよう土壌表面に滴下しよく混合した。実測濃度は2.97 ppmであった。

試験条件：試料容器は試験系に接続し、 $20\pm 2^\circ\text{C}$ 、遮光下でインキュベートした。各容器には、水で保湿し、0.5N水酸化ナトリウムにより二酸化炭素を取り除いた空気を通気させた。土壌水分は最大容水量の40%~50%を維持するよう定期的に調整した。

微生物含有量の測定：試験開始時及び試験終了時に確認した。

揮発性物質の捕集：有機性揮発物質捕集のためにそれぞれエチレングリコール(EG)及びエチレングリコールモノメチルエーテル(EG-MME)を入れた捕集容器を、二酸化炭素捕集のために0.5N水酸化ナトリウム(NaOH)を入れた捕集容器を各容器に接続した。

試料採取：土壌試料は、被験物質処理直後、7、14、28、42、56、84及び120日後に採取した。揮発性物質捕集溶液は、被験物質処理直後を除く全土壌試料採取日に一部を採取した。試験系に含まれる、揮発性物質捕集容器をつなぐチューブ、ゴム栓及びプラグ等はアセトニトリルにて洗浄し、付着した揮発性物質を回収した。

試料の抽出及び放射能計測：処理直後土壌試料は水で抽出後、  
で抽出を行った。  
その他の土壌試料はまず  
で抽出し、その後は処理放射能の90%が抽出されるまで、  
によるさらなる抽出を行った。各抽出液は液体シンチレーション(LSC)により放射能を計測した。抽出残渣は、乾燥後、サンプルオキシダイザーにより一部を燃焼し、生成した二酸化炭素を捕集して放射能を計測した。チューブ等のアセトニトリル洗浄液及び揮発性物質の捕集溶液は、直接LSCにより放射能を計測した。

代謝物の分離及び分析：処理直後試料の水抽出液は、  
濃縮後  
抽出を行い、  
相を高速液体クロマトグラフィー(HPLC)分析に供した。  
抽出液は、混合後直接HPLC分析に供した。水酸化ナトリウム抽出液はフミン酸及びフルボ酸画分に分画し、フルボ酸画分は最後の  
抽出液と混合後HPLC分析に供した。120日試料のHPLC分析は、表7に示す代謝物標品とともにを行った。HPLC分析により分離された各ピークはそれぞれLSCで放射能を計測した。

HPLC分析により検出されたピークを含む各画分は代謝物標品とともに薄相クロマトグラフィー(TLC)分析、数種の画分はさらにLC-MS分析に供し、代謝物の同定を行った。

チューブ等のアセトニトリル洗浄液は、直接HPLC分析に供した。0.5N水酸化ナトリウムに捕集された揮発性物質は、塩化バリウムを用いた $\text{BaCO}_3$ 沈殿処理により、二酸化炭素であるかどうかを確認した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

Pendimethalin

試料の抽出及び処理の概要を図1に示した。

図1 試料処理方法の概要

半減期；各土壌について親化合物の半減期を以下の計算より求めた。

$$DT_{50} = \frac{-\ln 2}{\text{速度定数}}$$

(時間に対する親化合物の自然対数回帰より)

試験結果：

土壌中放射能の分布及び物質収支；土壌における放射能の分布及び物質収支を、処理量実測値に対する割合及び乾土における親化合物に換算した濃度にて表1～3に示した。3土壌ともに回収率は高く、94.5～104.9%であった。水酸化ナトリウム溶液に捕集された揮発性物質は二酸化炭素であり、試験期間を通して増加した。その他の揮発性有機物質の発生は試験56日目を以降、増加率が減少したが、これは被験物質の土壌への結合によるものと考えられた。

表1. ノースカロライナ州 Lucana 土壌における放射能分布（処理量実測値に対する割合）

経過 日数	抽出性放射能					揮発性放射能			結合性 残留 放射能	総回収 放射能
						洗浄液 <sup>a)</sup>	NaOH トラップ <sup>b)</sup>	EG トラッ プ <sup>c)</sup>		
0	4.6 (0.02)	97.5 (2.90)	-	-	-	-	-	-	2.8 (0.08)	100.8 (3.00)
7	-	94.7 (2.81)	-	-	-	4.9 (0.03)	4.1 (0.00)	0.0	4.7 (0.1)	100.4 (2.98)
14	-	91.1 (2.72)	-	-	-	4.0 (0.03)	4.3 (0.01)	0.0	6.9 (0.21)	99.3 (2.96)
28	-	83.0 (2.48)	2.2 (0.06)	-	-	3.3 (0.10)	4.7 (0.02)	0.0	9.5 (0.29)	98.5 (2.95)
42	-	79.0 (2.37)	4.1 (0.12)	2.6 (0.08)	4.9 (0.03)	4.5 (0.04)	4.1 (0.03)	0.0	7.1 (0.21)	96.2 (2.86)
56	-	77.4 (2.32)	3.8 (0.11)	2.6 (0.08)	4.1 (0.03)	3.2 (0.09)	4.1 (0.03)	0.0	7.1 (0.21)	96.2 (2.88)
84	-	75.5 (2.26)	4.6 (0.14)	3.1 (0.09)	4.0 (0.03)	2.0 (0.06)	4.9 (0.06)	0.0	8.6 (0.26)	96.6 (2.87)
120	-	67.1 (2.01)	7.8 (0.23)	4.9 (0.15)	4.2 (0.04)	3.2 (0.09)	2.3 (0.07)	0.0	9.7 (0.29)	96.1 (2.86)

4. 揮発性物質捕集容器をつなぐチューブ、ゴム栓及びプラグ等の洗浄液  
 ( )内は乾土における親化合物に換算した放射能濃度  
 -は未分析

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

endnothallir

表2. ルイジアナ州 Turkey Creek 土壌における放射能分布 (処理量実測値に対する割合)

経過 日数	抽出性放射能					揮発性放射能			結合性 残留 放射能	総回収 放射能
						洗浄液 <sup>a)</sup>	NaOH トラップ	EG トラップ		
0	4.6 (0.02)	95.5 (2.84)	-	-	-	-	-	-	3.1 (0.09)	99.1 (2.95)
7	-	94.7 (2.82)	-	-	-	2.6 (0.08)	0.0	0.0	4.6 (0.14)	101.9 (3.03)
14	-	93.6 (2.78)	-	-	-	4.7 (0.02)	4.2 (0.01)	0.0	4.7 (0.14)	99.2 (2.95)
28	-	86.3 (2.57)	-	-	-	4.4 (0.04)	4.5 (0.01)	0.0	6.3 (0.19)	94.5 (2.81)
42	-	83.8 (2.49)	4.2 (0.12)	-	-	3.6 (0.11)	4.8 (0.02)	0.0	5.5 (0.17)	97.0 (2.91)
56	-	79.4 (2.36)	4.5 (0.13)	4.6 (0.05)	4.0 (0.03)	4.5 (0.13)	4.2 (0.04)	0.0	4.5 (0.14)	96.6 (2.88)
84	-	76.8 (2.29)	5.2 (0.15)	4.6 (0.05)	4.8 (0.02)	4.2 (0.13)	4.7 (0.05)	0.0	5.1 (0.14)	95.3 (2.84)
120	-	71.1 (2.12)	6.9 (0.20)	2.4 (0.07)	4.4 (0.04)	4.9 (0.15)	2.4 (0.07)	0.0	7.0 (0.14)	96.0 (2.86)

4. 揮発性物質捕集容器をつなぐチューブ、ゴム栓及びプラグ等の洗浄液  
 ( )内は乾土における親化合物に換算した放射能濃度  
 -は未分析

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。

0119

表3. ミシシッピー州 Itta Bena 土壌における放射能分布 (処理量実測値に対する割合)

経過 日数	抽出性放射能					揮発性放射能			結合性 残留 放射能	総回収 放射能
						洗浄液 <sup>a)</sup>	NaOH トラップ	EG トラップ		
0	4.8 (0.02)	95.4 (2.84)	-	-	-	-	-	-	4.1 (0.12)	100.2 (2.98)
7	-	95.4 (2.84)	-	-	-	4.4 (0.04)	0.0	0.0	8.1 (0.24)	104.9 (3.12)
14	-	90.8 (2.70)	-	-	-	2.1 (0.06)	4.1 (0.00)	0.0	6.7 (0.20)	99.5 (2.96)
28	-	90.9 (2.70)	-	-	-	3.4 (0.10)	4.2 (0.01)	0.0	5.8 (0.17)	100.3 (2.98)
42	-	87.9 (2.62)	2.9 (0.09)	-	-	4.0 (0.12)	4.2 (0.01)	0.0	3.2 (0.10)	98.2 (2.92)
56	-	84.0 (2.50)	3.0 (0.09)	4.6 (0.02)	4.3 (0.01)	6.2 (0.18)	4.3 (0.01)	0.0	5.1 (0.15)	99.4 (2.96)
84	-	82.0 (2.44)	3.2 (0.10)	4.3 (0.04)	4.5 (0.01)	6.2 (0.18)	4.0 (0.03)	0.0	3.7 (0.11)	97.9 (2.91)
120	-	74.7 (2.22)	3.6 (0.11)	4.7 (0.05)	4.6 (0.02)	7.0 (0.21)	4.7 (0.05)	0.0	6.3 (0.19)	95.4 (2.84)

4. 揮発性物質捕集容器をつなぐチューブ、ゴム栓及びプラグ等の洗浄液  
 ( )内は乾土における親化合物に換算した放射能濃度  
 -は未分析

代謝物の分離及び同定/特徴づけ：表 4-1～4-3 に、抽出性放射能 HPLC 分析結果を、処理量実測値に対する割合及び乾土における親化合物に換算した濃度にて示した。

親化合物は全 3 土壌において時間の経過とともに減少し、120 日後のノースカロライナ州 Lucana 土壌、ルイジアナ州 Turkey Creek 土壌及びミシシッピ州 Itta Bena 土壌においてそれぞれ処理量実測値の 59.3%(1.76ppm)、74.7%(2.22ppm)及び 74.1%(2.20ppm)であった。TLC 分析の結果、HPLC 分析により分離されたピークはほとんどが数種の化合物を含み、表 4-1～4-3 に示した

これらの代謝物は、いずれも処理量実測値の 5%以下に留まった。その他、ノースカロライナ州 Lucana 土壌において 120 日後に CL202078 が検出されたが、極微量であったため表 4 での定量結果には含まれなかった。また、揮発性物質捕集容器をつなぐチューブ、ゴム栓及びプラグ等の洗浄液に捕集されている揮発性有機物質は親化合物であった。

3 種類の土壌を用いた本試験条件下におけるペンディメタリンの推定代謝経路を図 1 に示した。

表 4 ノースカロライナ州 Lucana 土壌中放射能の HPLC による分離及び定量

検出放射性物質		採取時期 (日)								
		0	7	14	28	42	56	84	120	
抽出性放射能	親化合物	%AR	98.1	94.7	90.5	80.7	80.9	79.1	69.5	59.3
		ppm	2.92	2.81	2.69	2.40	2.41	2.35	2.07	1.76
		%AR								
		ppm								
		%AR								
		ppm								
		%AR								
		ppm								
	その他	%AR								
		ppm								
フミン性物質	%AR									
	ppm									
結合残留物	%AR									
	ppm									
二酸化炭素	%AR									
	ppm									
揮発性物質	%AR									
	ppm									
総回収	%AR	100.9	100.4	99.3	98.7	96.1	96.5	96.6	96.2	
	ppm	3.00	2.98	2.96	2.95	2.86	2.88	2.87	2.86	

%AR：処理量実測値に対する割合。Ppm：乾土に対する親化合物に換算した化合物濃度。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASFジャパン株式会社にある。metnalln

表 5 ルイジアナ州 Turkey Creek 土壤中放射能の HPLC による分離及び定量

検出放射性物質		採取時期 (日)								
		0	7	14	28	42	56	84	120	
抽出性放射能	親化合物	%AR	96.1	94.7	93.6	84.9	86.2	81.8	79.6	74.7
		ppm	2.86	2.82	2.78	2.52	2.57	2.44	2.37	2.22
		%AR								
		ppm								
		%AR								
		ppm								
		%AR								
	ppm									
	その他	%AR								
		ppm								
	フミン性物質	%AR								
		ppm								
	結合残留物	%AR								
		ppm								
	二酸化炭素	%AR								
		ppm								
	揮発性物質	%AR								
		ppm								
総回収	%AR	99.2	101.9	99.2	94.5	98.0	96.6	95.5	96.2	
	ppm	2.95	3.03	2.95	2.81	2.89	2.90	2.83	2.86	

%AR : 処理量実測値に対する割合。Ppm : 乾土に対する親化合物に換算した化合物濃度。



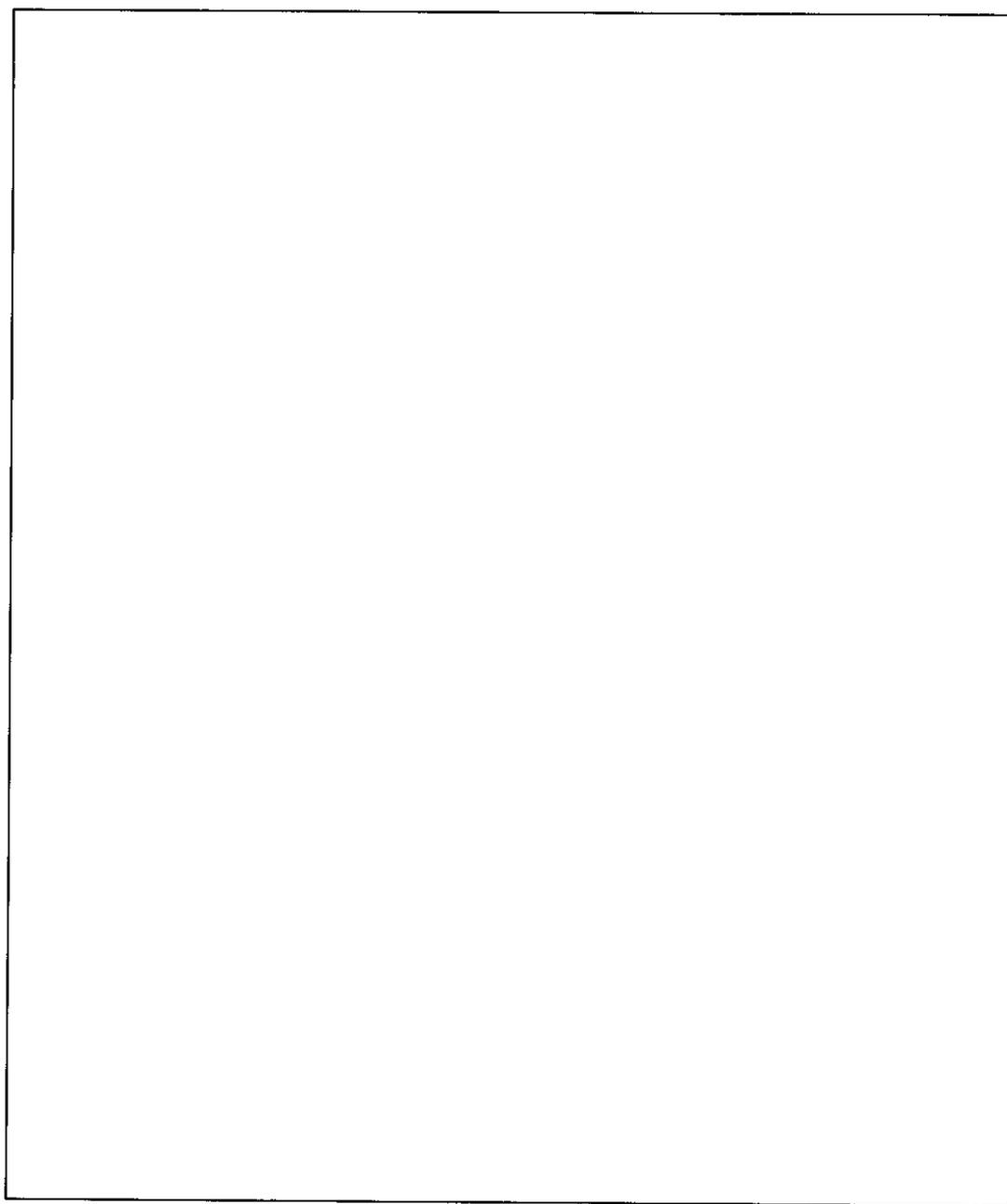
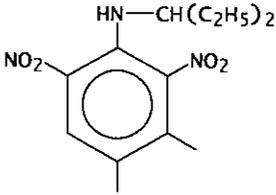


図1 土壌におけるペンディメタリンの推定代謝経路

表7 試験に用いた標準品

構造式	化学名
	親化合物； ペンディメタリン (AC 92533, CL 92533)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(3)  $^{14}\text{C}$ -標識検体の嫌氣的土壤運命試験

(資料 14)

試験機関： ( )

(GLP対応)

報告書作成年：1987年

供試化合物： $^{14}\text{C}$ -放射性標識ペンディメタリン

\* 標識位置

化学名：N-(1-エチルプロピル)-3,4-ジメチル-2,6-ジニトロベンゼンアミン

放射化学的純度：

比放射能：

供試土壤：土壤の特性を下表に示した。土壤は2mmメッシュのふるいを通し、水分含量は試験開始時に最大容水量(1/3bar)の60%に調整した。

土壤タイプ	砂壤土						
有機含有量	2.4 %						
最大容水量(1/3bar)	11.05 %						
組成 (%)	<table border="1"><tr><td>砂土</td><td>シルト質</td><td>粘土</td></tr><tr><td>61</td><td>26</td><td>13</td></tr></table>	砂土	シルト質	粘土	61	26	13
砂土	シルト質	粘土					
61	26	13					
pH	4.8						
陽イオン置換容量 (meq/100g)	7.2						
密度	1.45 g/ccm						
微生物量	$1.17 \times 10^6$ コロニ-/mg 乾土						

試験温度：25.1±0.8°C

光条件：遮光下

揮発性物質の捕集：試験期間中、エチレングリコール、1N硫酸及び1N水酸化カリウム3種の捕集液を用いたトラップを試験系に接続した。

試験方法：

処理溶液の調製：標識体をジクロロメタンに溶解し処理溶液を調製した。濃度及び比放射能はそれぞれであった。

処理及びインキュベーション：砂壤土に上記処理溶液を2.0ppmとなるよう添加後、容器に入れて密閉、二酸化炭素を除去した水飽和空気を通気(100cm<sup>3</sup>/分)して30日間好氣的条件を保持した。30日後、試料土壤の一部を分取し、Millipore 処理水で湛水、水飽和窒素を通気(100cm<sup>3</sup>/分)して60日間嫌氣的条件を保持した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試料の採取：土壌試料は、処理時（-30 日）、処理 30 日後（嫌氣的試験開始 0 日）、嫌氣的試験開始 30 日及び 60 日後に採取し、放射能計測及び代謝物分析に供した。嫌氣性条件下における水層は嫌氣的試験開始 30 日及び 60 日後に分取し放射能を計測した。捕集溶液は処理時（-30 日）、処理 30 日後（嫌氣的試験開始 0 日）、嫌氣的試験開始 21 日、30 日、38 日、46 日、53 日及び 60 日後に交換し、各溶液は放射能計測に供した。

試料の抽出及び分析：土壌に を添加しボルテックスにて攪拌抽出を行った。抽出液は液体シンチレーション(LSC)にて放射能を計測し、代謝物標品とともに薄層クロマトグラフィー(LSC)にて代謝物分析を行った。残渣は乾燥し、 にてさらなる抽出を行った。抽出液は一部に分取、LSC にて放射能を計測した。残りの抽出液は、水で希釈後 ムを添加して分配抽出を行い、 層は代謝物標品とともに TLC 分析に供した。

抽出後の残渣はそれぞれ一部に分取、サンプルオキシダイザーにて燃焼後、生成した二酸化炭素を捕集し LSC にて放射能を計測した。抽出方法の概要を下図に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試験結果：

放射能の分布及び物質収支：表 1 に、総残留放射能の分布及び物質収支を処理時放射能に対する割合及び乾土に対する親化合物に換算した濃度にて示した。

物質収支は、試験終了時には 105.9%であった。30 日の試料分析において物質収支が低い値を示したが、試料採取前の混和が十分でなく、代表的な試料を採取できなかったためと思われる。試験終了時では採取前によく土壌を混和し、十分な物質収支を得られた。30 日目の試料を除き、抽出性残留放射能は、処理時放射能のほぼ 100%であった。非抽出性、水中残留及び揮発性放射能はいずれも処理時放射能の 10%を超えなかった。

表 1 放射性成分の分布、物質収支 (%) 処理時濃度：1.86  $\mu\text{g/g}$

経過 日数	抽出性残留放射能		非抽出性 残留放射能	水中残留 放射能	揮発性成分			合計
		合計						
-30		100.0 (1.86)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	100.0 (1.86)
0		101.6 (1.89)	1.2 (0.02)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.2 (0.00)	103.0 (1.92)
30		82.8 (1.54)	1.0 (0.02)	1.3 (0.02)	0.0 (0.00)	0.0 (0.00)	0.2 (0.00)	85.3 (0.16)
60		100.4 (1.87)	2.0 (0.04)	2.7 (0.05)	0.2 (0.00)	0.2 (0.00)	0.4 (0.01)	105.9 (1.97)

( )内は乾土に対する親化合物に換算した濃度 ppm

代謝物の分析：表 2 に、抽出液及び抽出液の  $\mu$ 層の代謝物分析結果を処理時放射能に対する割合及び乾土に対する親化合物に換算した濃度にて示した。試験終了時において抽出性残留放射能のほとんど、処理放射能の 98%が親化合物であったため、半減期は計算しなかった。代謝物として

が同定されたが、いずれも処理放射能の 1.5%以下であった。

表 2 代謝物分析結果 処理時濃度：1.86  $\mu\text{g/g}$

経過 日数	抽出性残留放射能						合計
	親化合物				その他	同定/特徴付けされた 放射能合計	
-30	98.7 (1.84)					99.2	100.0 (1.86)
0	96.1 (1.79)					99.1	101.6 (1.89)
30	81.4 (1.51)					83.0	82.8 (1.54)
60	98.0 (1.82)					101.6	100.4 (1.87)

結論：ペンディメタリンは嫌氣的条件下では安定である。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

## 2. 試験結果

### 1) 放射能抽出結果及び回収率

表 1 に示した通り、滅菌土壌及び非滅菌土壌において放射能の抽出率及び回収率に差はなかった。放射能回収率は両試料とも 90%以上であった。

表 1 放射能及び回収率

画分	処理放射能に対する割合 (%)	
	滅菌土壌	非滅菌土壌
	76.2	71.1
残渣	15.8	26.1
合計	92.0	97.2

### 2) 土壌における代謝

滅菌土壌及び非滅菌土壌において親化合物以外の代謝物は検出されなかった。

## 3. 結論

土壌微生物は、ペンディメタリンの代謝に重要な役割を果たしていない。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(5) ペンディメタリンの土壌微生物への影響

(資料 16)

試験機関： ( )

報告書作成年：不明

本試験目的：環境の性質及び土壌の肥沃性を維持するために重要な、土壌微生物による有機炭素、窒素及び硫黄の変換に、ペンディメタリンが影響を与えるかどうかを調べた。

供試化合物：ペンディメタリン乳剤(有効成分 34.4%)

すりつぶして粉状にした乳剤を通常施用量(0.5 ppm) 及びその 10 倍量(5 ppm)を土壌に添加した。

供試土壌：ニクソン砂壤土(ニュー・ブランドウィック州、カナダ)を篩にかけたものを使用した。水分含量は、最大容水量の 60% (31.5g 湿重量の土壌に対し 5.1 mL の水) に維持した。本土壌の pH は 5.9 であった。

試験温度：20°C

1. 試験方法

1) 二酸化炭素の生成

無処理土壌及び被験物質処理土壌においてバイオメーターフラスコ法を用いて 12 週間二酸化炭素の生成を測定した。

2) 炭素循環

典型的な植物及び動物の残渣である炭素化合物、ゼラチン(動物たんぱく質)、セルロース(植物ポリマー)及びキチン(昆虫外骨格)をそれぞれ 0.1%添加した土壌、被験物質のみを添加した土壌、上記それぞれの炭素化合物及び被験物質を添加した土壌及び無処理土壌における二酸化炭素の生成を 12 週間測定した。

3) 酸素消費量

定圧呼吸測定計を用い、 を添加した土壌及び 及び被験物質(5 ppmのみ)を添加した土壌において酸素消費量を測定し、生成した二酸化炭素が呼吸作用によるものか発酵作用によるものかを調べた。

4) 硝化作用

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

無処理土壌、被験物質のみを添加した土壌及び被験物質及びアンモニウム態窒素を添加した土壌において、試験開始 7、21 及び 42 日後に 法を用いて硝酸塩を測定した。

#### 5) 硫黄酸化作用

還元性無機硫黄の硫酸塩への酸化に働く へのペンディメタリンの影響をみるため、無処理土壌及び被験物質を添加した土壌において、試験開始 7、21 及び 42 日後に重量分析により硫酸塩を測定した。

#### 6) 脱水素酵素活性

有機化合物の酸化の第一段階は脱水素反応であるため、無処理土壌及び被験物質を添加した土壌にて、試験開始 6、14 及び 28 日後に比色法を用いて脱水素酵素活性を測定した。

## 2. 試験結果

### 1) 二酸化炭素の生成

被験物質を添加した土壌及び対照土壌において二酸化炭素の生成に違いはなかった。

### 2) 炭素循環

有機炭素化合物の添加は二酸化炭素の生成を増大させた。有機炭素化合物と共に被験物質を添加した土壌においても、その増大に影響は見られなかった。

### 3) 酸素消費量

被験物質を添加した土壌及び対照土壌において酸素消費量に違いはなかった。

### 4) 硝化作用

被験物質を添加した土壌及び対照土壌において、試験期間 42 日間を通し、硝化の速度及び程度に違いは見られなかった。

### 5) 硫黄酸化作用

被験物質を添加した土壌及び対照土壌において、試験期間 28 日間を通し、硫黄酸化の速度及び程度に違いは見られなかった。

### 6) 脱水素酵素活性

被験物質を添加した土壌及び対照土壌において、試験期間 42 日間を通し、脱水素酵素活性に違いは見られなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

### 3. 結論

ペンディメタリンは、通常施用量及びその 10 倍の濃度において、土壌における呼吸作用、硝化作用、硫黄酸化、脱水素酵素活性に悪影響を及ぼさなかった。このことは、本剤は環境の性質及び土壌の肥沃性維持に必須の微生物活動を妨害しないことを示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(6) <sup>14</sup>C-標識ペンディメタリンの好氣的土壤運命試験

(参考資料 17)

試験機関：アメリカン・サイアナミッド社（米国）

報告書作成年：1973 年、1974 年

申請者注：本両試験は大変古く、温室試験における試験条件（光、温度等）の情報がない。半減期の計算もされておらず、揮発性物質の回収も行っていないため化合物の無機化による回収率の減少が見られる。また、代謝物の分析結果に関しては圃場試験のみ定量化されており、その他の試料に関しては定性結果しか示されていない。

したがって、評価には、17 年に提出した 1987 年及び 2000 年に実施の試験を用いて頂きたい。

供試化合物：<sup>14</sup>C-標識ペンディメタリン

放射化学的純度：

比放射能：

圃場試験、温室試験及び温室における硝酸アンモニウム施肥土壤試験の 3 種の試験を行った。

供試土壤：4 種類の土壤を試験に供した。それぞれの土壤特性を以下の表に示す。

土壤試料	砂壤土	砂壤土 <sup>a)</sup>	壤質砂土	シルト質壤土	
組成 (%)	砂土	68	66	86	20
	シルト質	24	26	12	40
	粘土	8	8	2	40
採取場所	Princeton ニュージャージー州	Princeton ニュージャージー州	テキサス州	ウイコンシン州	
有機質 (%)	3.6	4.0	2.24	2.4	
最大容水量 (%) (1/3 bar)	16.92	-	7.62	50.8	
陽イオン置換容量 (meq/100g)	6.1	-	8.6	18.2	
pH	5.1	5.1	4.8	5.4	
試験条件	圃場/温室	温室	温室	温室	

a) 左の砂壤土に硝酸アンモニウムを添加した

1. 試験方法

被験物質の処理：

圃場試験：直径 6 インチ長さ 12 インチのステンレス製シリンダーを 11 インチの深さで圃場に埋め込んだ。上部 3/2 インチ分の土壤を取り 2mm メッシュのふるいにかけた後、被験物質のアセット

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

ン溶液を混ぜ、アセトンを蒸発させた土壌をシリンダーの上部に戻した。被験物質の濃度は 1 lb ai/acre 相当であった。

温室試験：プラスチック製のフラワーポットにふるいにかけて土壌を 3 インチ分入れた。上部 3/2 インチ分の土壌をとり被験物質のアセトン溶液を混ぜ、アセトンを蒸発させた土壌をポットの上に戻した。被験物質の濃度は 1 lb ai/acre 相当であった。毎週 240mL の水を与え、これは一週間、1 インチ当たりの降雨量に相当した。硝酸アンモニウム施肥土壌試験用のポットには硝酸アンモニウム肥料 230 lb 全窒素/acre 加えた土壌を 1000g 用いた。

試験条件：

圃場試験：480 日間の温度は-17.8~35°C、降雨量は 60 インチであった。

試料採取：

圃場試験：被験物質処理直後、15、30、60、90 及び 180 日後に 0~2、2~4 及び 4~6 インチからそれぞれ土壌を採取し、重量を測定した。480 日後にはシリンダーを圃場より取り出し、土壌を 0~3、3~6 及び 6~12 インチ分に分け、0~3 インチ分の土壌試料を抽出に供した。

温室試験：被験物質処理後 15、30、60、90 及び 180 日後に試料を採取し重量を測定した。硝酸アンモニウム施肥土壌試料に関しては被験物質処理後 30、60 及び 90 日後に試料を採取し重量を測定した。

試料抽出：圃場及び温室試験試料共に同じ抽出方法を用いた。採取した土壌を抽出し、フィルター濾過後、再度にて抽出を行った。抽出液をあわせ濃縮後、液体シンチレーション (LSC) にて放射能を計測した。残渣は、と混合後オキシダイザーにて燃焼、生成した二酸化炭素をトラップして LSC により放射能を計測した。180 日後の試料に関しては、抽出後の残渣をで抽出し、フィルター濾過後、再度同溶液にて抽出を行った。

代謝物の分析：抽出物(圃場試験に関しては 0~2 インチ試料のみ)を 2 次元薄層クロマトグラフィー (TLC) 分析に供し、各放射能スポットに相当するシリカゲル部分を掻き集め、LSC により放射能を計測した。各放射能スポットは代謝物標品とともに 2 次元 TLC 分析に供し、UV 及び RI 検出により同定を行った。また、可能なものはガスクロマトグラフィーによる同定も行った。

## 2. 試験結果

土壌中の放射能分布：表 1 に圃場試験における土壌中放射能分布を処理放射能に対する割合で示した。残留放射能のうち、90 日後までは約 99%、180 日後及び 480 日後においてはそれぞれ約 96%及び 92%の放射能が、被験物質を処理した 0~2 (480 日試料は 0~3) インチ部分に分布していた。この結果は、本被験物質の土壌下位部分への流失はほとんどないことを示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表1 土壌中の放射能分布

深度 (インチ)	処理後日数(日)					
	15	30	60	90	180	480
0~2[0~3]	95.3 (99.8)	87.7 (99.4)	85.8 (99.0)	77.7 (98.7)	81.9 (95.8)	65.9 (91.9)
2~4	0.11	0.42	0.62	0.59	1.65	-
4~6[3~6]	0.09	0.17	0.36	0.42	0.86	4.36
<6	-	-	-	-	-	1.44
合計	95.5	88.2	86.7	78.7	84.4	71.7

()内は合計に対する割合  
 []内は 480 日後試料の情報  
 -は未分析

放射能回収率：表 2 に処理放射能に対する各試料の放射能抽出率及び回収率を示した。圃場試験においては 0~2 インチからの試料(480 日試料においては 0~3 インチ)の結果を示した。

圃場及び温室条件における全土壌試料は、放射能抽出率及び回収率に関して同様の結果を示した。土壌中の全残留放射能は処理後日数につれて減少し、180 日後には 73%~83%であった。これは、放射能の無機化による蒸発によると考えられる。また、  
 圃場試験において抽出される放射能は処理後日数につれて減少し、非抽出性放射能が増大した。

表 2 放射能回収率

試料	条件	画分	処理後日数(日)					
			15	30	60	90	180	480
砂壤土	圃場	抽出	92.3	85.2	80.0	74.1	69.7	39.7
		抽出	-	-	-	-	5.5	11.9
		残渣	3.0	2.5	5.8	3.6	6.7	8.5
		合計	95.3	87.7	85.8	77.7	81.9	60.1
	温室	抽出	70.0	88.3	73.4	74.8	68.3	-
		抽出	-	-	-	-	7.8	-
		残渣	2.5	2.9	8.5	7.9	3.7	-
		合計	72.5	92.2	81.9	82.7	79.8	-
壤質砂土	温室	抽出	88.9	87.7	81.3	76.1	73.3	-
		抽出	-	-	-	-	1.9	-
		残渣	1.8	2.8	2.3	1.9	7.9	-
		合計	90.7	90.5	83.6	78.0	83.1	-
シルト質壤土	温室	抽出	83.8	84.3	79.8	68.9	53.1	-
		抽出	-	-	-	-	9.5	-
		残渣	6.5	7.5	9.6	6.7	10.3	-
		合計	90.3	91.8	89.4	75.6	72.9	-
肥料施用砂壤土	温室	抽出	-	84.6	80.2	80.2	-	-
		抽出	-	-	-	-	-	-
		残渣	-	2.7	8.3	9.3	-	-
		合計	-	87.3	88.5	89.5	-	-

-: 未分析

土壤中代謝物：全試料において、主代謝物は親化合物であり、他代謝物を含め同様の代謝パターンが見られた。

表 3 に、圃場条件における 180 日後 0~2 インチ試料の抽出液及び 480 日後 0~3 インチ試料の抽出液を合わせた TLC 分析結果を示した。この試料においては処理放射能の約 65% が親化合物であった。代謝物としては

及び

が少量検出された。親化合物は、標品とのコクロマトグラフィー及びガスクロマトグラフィーにより同定、代謝物は標品とのコクロマトグラフィーのみにより同定を行った。その他、1%以下の 10 種以上の未同定代謝物が検出された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 3 代謝物分析結果

代謝物	180 日		480 日	
	処理放射能 に対する割合 (%)	土壤中濃度 (ppb)	処理放射能 に対する割合 (%)	土壤中濃度 (ppb)
親化合物	65.2	-	39.3	390
未同定化合物 <sup>a)</sup>	2.53	-	8.93	0.15
合計	69.7	-	51.6	-

a) 処理放射能に対し 1%以下の 10 種以上の化合物を含む

- : 報告なし

N. D. : 未検出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

#### 4. 水中運命に関する試験

##### (1) ペンディメタリンの加水分解試験

(資料 18)

試験機関：

( ) (GLP対応)

報告書作成年：1992年

被験物質の加水分解性が不明であったため、OECD ガイドライン 111 に従い 50°Cにおける予備試験を行った。

供試化合物： ペンディメタリン

化学名 (IUPAC)： 3,4-ジメチル-2,6-ジニトロ-N-ペント-3-イルアニリン

分子式：  $C_{13}H_{16}N_2O_4$

分子量： 281.3 g/mol

水溶解度： 0.275 ppm

純度：

化学構造：

供試水溶液：

0.01M pH4 緩衝液；700 mLの水及び50 mLのメタノールを混合して加温し、2.102 g (0.01 mol)のクエン酸一水和物及び0.8 g (0.02 mol)の水酸化ナトリウムを添加後、0.1M塩酸にてpHを調整、精製水にて1Lに定量した。

0.01M pH7 緩衝液；700 mLの水及び50 mLのメタノールを混合して加温し、2.102 g (0.01 mol)のクエン酸一水和物及び0.8 g (0.02 mol)の水酸化ナトリウムを添加後、0.1M水酸化ナトリウム溶液にてpHを調整、精製水にて1Lに定量した。

0.01M pH9 緩衝液；700 mLの水及び50 mLのメタノールを混合して加温し、1.237 g (0.01 mol)のホウ酸及び0.4 g (0.01 mol)の水酸化ナトリウムを添加後、0.1M塩酸にてpHを調整、精製水にて1Lに定量した。

緩衝液は酸素による被験物質の分解を防ぐためアルゴンを通気し溶存大気と置換した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試験条件：

温度 : 50°C

光条件 : 暗黒下

試験期間 : 5日間

無菌条件 : 試験に用いた容器、ピペット等は全て使用前に 120°C で 20 分の滅菌し、緩衝液は滅菌フィルターに通した。

1. 試験方法

1) 試験溶液の調製

被験物質 500 μg/L のメタノール溶液を調製した。この溶液 20 μL を分取し、滅菌した各緩衝液 100 mL を加え、各 3 mL ずつ試験容器に分注した。試験開始時の被験物質濃度は 0.05~0.1 ppm であった。試験溶液の調製は不活性ガス下の滅菌条件で行い、調製した試験溶液は超音波処理に供した。

2) 試料の採取及び分析

試験開始 5 日後に試料及び対照試料各 3 反復をアセトニトリルにて希釈し、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 分析に供した。

2. 試験結果

表 1 に、HPLC 分析結果より算出された各試料における被験物質の割合を、3 反復の平均値にて示した。全ての試料において被験物質が 90% 以上検出され、これは、50°C、暗黒下 5 日間の反応において加水分解をうけた被験物質が 10% 以下であることを示した。

表 1 各試料における被験物質の割合及び誤差

試料	ペンディメタリン (%)	反復誤差 (%)
pH4	95.9	3.6
pH7	94.1	0.7
pH9	93.8	1.0

3. 結論

ガイドライン 111 には、「pH4、7 及び 9 における 50°C、暗黒下条件のもと、試験開始 5 日後、加水分解をうけた被験物質が 10% 以下であった場合、本剤は加水分解的に安定である (DT50 (25°C) = >1 年) ということができ、さらなる試験は必要とされない」と記述されている。

従って、本試験においてはこれ以上の試験を実施しなかった。

加水分解運命試験の実施も必要ないとみなす。また、ガイドラインに従い、被験物質の半減期はいずれの pH においても 25°C 条件下にて >1 年 であるとする。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(2) ペンディメタリンの緩衝液中光分解運命試験

(資料 19)

試験機関：BASF 農業研究所（ドイツ）

（GLP対応）

報告書作成年：2006 年

供試標識化合物：ペンディメタリン (BAS 455 H) の  
用した。

標識した化合物を使

化学名 (IUPAC) : 3,4-ジメチル-2,6-ジニトロ-N-ペント-3-イルアニリン

分子式 :  $C_{13}H_{18}N_3O_4$

分子量 : 281.3 g/mol

水溶解度 : 0.275 ppm

比放射能 :

放射化学的純度 :

化学構造 :

\*

\*  $^{14}C$  標識部位

供試水：pH7 滅菌磷酸緩衝液

市販の磷酸緩衝液 (Titrisol 溶液、pH7) を 10 倍希釈後、ろ過滅菌をした。

試験溶液の調製：供試標識化合物をアセトニトリルに溶解後、一部を分取して、滅菌緩衝液を加え約 0.1 mg/L の試験溶液 (アセトニトリル 0.019 %含有) を調製した。

インキュベーション条件：

試験温度 :  $22 \pm 1^\circ C$

装置 : フィルター付キセノン光照射装置

光条件 : 光源：キセノンアーク灯

照射波長範囲：290 nm 以下をフィルターでカット

暗所対照区は恒温室内に静置した。

光強度 : 約  $3.0 \text{ mW/cm}^2$ 、快晴の夏日と同等

試料採取時期 : 処理直後 (0)、処理 1、3、7、9、11、15 日後

反復数 : 2

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

分析方法：

- 1) 試験溶液の無菌性の確認：各採取時点で平板培養計数法により無菌性を確認した。
- 2) 放射能の測定：試料を直接液体シンチレーションカウンター(LSC)で計測した。
- 3) 放射性物質の分離及び定量：試料を直接ラジオ-HPLC 分析し、親化合物と分解物の分離及び定量を行なった。
- 4) 同定及び化学的特徴付：分解物は、想定分解物の標品を用いラジオ-HPLC/UV によるクロマトグラフィー及び LC/MS/MS/MS 分析で同定した。未知極性物質に関しては、極性画分を有機溶媒（ ）で抽出した後、抽出後の水層をラジオ-HPLC 分析で分画、分析し、化学的特徴付を行なった。揮発性物質が検出された NaOH 捕集液に関しては、処理 7、9、11、15 日後試料を用いて BaCl<sub>2</sub> 沈殿を行なった。

半減期の算定法： 供試標識化合物及び主要分解物の半減期 DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub> は、単純一次動態(SF0)を含むコンパートメントモデルを適用して算出した。

結果：

- 1) 無菌性の確認：コロニーの形成は見られず、無菌性が確認された。
- 2) 物質収支(表 1 及び 2)：表 1 に総処理放射能(TAR)に対する割合(%)を、表 2 に濃度(mg/L)を示した。光照射区における回収率は、各採取時点で TAR の 93.5 %以上であり、放射能の消失はみられなかった。
- 3) ペンディメタリンの減衰及び分解物(表 1、2 及び図 1)：HPLC 分析により求めた親化合物及びその分解物の TAR に対する割合及び濃度をそれぞれ表 1 及び表 2 に示した。親化合物は緩衝液(pH7)中で速やかに光分解をうけ、処理 7 日後に TAR の 42.6 %、試験終了時(処理 15 日後)には TAR の 7.8 %まで減衰した。主要分解物は、CL84846 であった。これは、処理 15 日後に TAR の 8.3 %生成した。図 1 に、親化合物の減衰曲線及び分解物 CL84846 の生成曲線を示した。

その他、数個の既知分解物が検出されたが、これらはごく少量であった。

暗所対照区では親化合物の分解はみられなかった。

- 4) 同定及び化学的特徴付(表 1、2)： は、標品とのクロマトグラフィー及び MS 分析で同定した。その他の数個の既知分解物は標品とのクロマトグラフィーで と同定した。多量の放射能が検出された極性画分は、さらに抽出精製及び HPLC 分析した結果、個々の極性ピークは数化合物からなり、いずれも TAR の 5 %以下であった。NaOH 捕集液の放射能は BaCl<sub>2</sub> 反応で沈殿を生じ、上清に放射能が検出されなかったので、捕集された放射能は全て二酸化炭素と同定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

5) 想定分解経路：緩衝液 (pH7) における光分解による想定分解経路を図 2 に示した。親化合物は主として

二酸化炭素に無機化されると想定された。その他、若干ではあるが、

(分解物 )、

(分解物 )等の反応が想定された。

6) 推定半減期：表 3 に親化合物及び の DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub> を示した。本試験条件下における親化合物の DT<sub>50</sub> は 5.0 日であり、東京 (北緯 35 度) の春季太陽光では 19.25 日と算出された<sup>注)</sup>。 は、半減期の算出が不可能であった。

注) 本試験条件下における DT50 より、BASF 農業研究所 (ドイツ) にて算出した。

表 1 緩衝液 (pH7) における BAS 455 H の光分解 - 物質収支及び分解生成物の TAR に対する割合 (HPLC 分析)

試料	物質	保持時間 (分)	TAR に対する割合 <sup>a)</sup> (%)						
			照射時間 (日)						
			0	1	3	7	9	11	15
	BAS455H		100	96.7	90.7	42.6	34.6	9.9	7.8
試験液 光照射区	未知物質								
	その他未知物質 <sup>e)</sup>								
	合計		100.0	96.7	90.7	75.5	69.1	74.8	75.6
光照射区 捕集液	CO <sub>2</sub>		n. a.	1.7	6.3	19.1	24.4	25.6	25.5
合計			100.0	98.3	96.9	94.7	93.5	100.4	101.1
暗所対照区			n. a.	101.1	102.5	102.6	107.2	101.7	107.3

n. d. : 不検出      n. a. : 未分析

a) 値は 2 反復平均値、

b) 標品とのクロマトグラフィー及び MS 分析で同定

c) 標品とのクロマトグラフィーで同定、

d) ピークは数化合物を含有

e) TAR の 5 % 以下である 10 個以上のピークの合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 2 緩衝液 (pH7) における BAS 455 H の光分解 - 物質収支及び分解生成物の濃度 (HPLC 分析)

試料	物質	保持時間 (分)	濃度 <sup>a)</sup> (mg/L)						
			照射時間 (日)						
			0	1	3	7	9	11	15
	BAS455H		0.10	0.10	0.09	0.04	0.03	0.01	0.01
照射区 試験液	未知物質								
	その他の未知物質 <sup>e)</sup>								
	合計								
照射区 捕集液	CO <sub>2</sub>		n. a.	0.00	0.01	0.02	0.02	0.03	0.03
	合計		0.10	0.10	0.10	0.09	0.09	0.10	0.10
暗所対照区			0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	0.11

n. d. : 不検出

n. a. : 未分析

a) 値は BAS 455 H 相当値で 2 反復平均値

b) 標品とのコクロマトグラフィー及び MS 分析で同定

c) 標品とのコクロマトグラフィーで同定

d) ピークは数化合物を含有

e) TAR の 5 % 以下である 10 個以上のピークの合計

表 3 BAS 455 H 及び分解物の DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub>

物質	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)
BAS 455 H	5.0 (19.25)	16.7
-	-	-

<sup>a)</sup> 推定不可能であった。

() 内は北緯 40 度で正午の春季太陽光

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

図 1 緩衝液 (pH7) における光分解による親化合物の減衰曲線及び の生成曲  
線

図 2 緩衝液 (pH7) における光分解による親化合物の想定分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(3) ペンディメタリンの滅菌自然水中光分解運命試験

(資料 20)

試験機関：BASF 農業研究所（ドイツ）

（GLP対応）

報告書作成年：2006 年

供試標識化合物：ペンディメタリン (BAS 455 H) のフェニル環を均一に  $^{14}\text{C}$  標識した化合物を使用した。

化学名 (IUPAC)：3, 4-ジメチル-2, 6-ジニトロ-N-ペント-3-イルアニリン

分子式： $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4$

分子量：281.3 g/mol

水溶解度：0.275 ppm

比放射能：

放射化学的純度：

化学構造：

\*  $^{14}\text{C}$  標識部位

供試水：自然水（池の水）

採取場所：Kleiner Waldsee 池、Kastenberghede、ドイツ

採取年月日：2003 年 11 月 4 日

pH：8.0

電気伝導率：356  $\mu\text{S}/\text{cm}$

蒸発残留物：290 mg/L (105°C)

浮遊物質：7 mg/L

溶存酸素：9.69 mg/L (20°C)

硝酸塩：< 1 mg/L

滅菌方法：濾過滅菌

試験溶液の調製：供試標識化合物をアセトニトリルに溶解後、一部を分取して、滅菌した池の水を加え約 0.1 mg/L の試験溶液（アセトニトリル 0.017 %含有）を調製した。

インキュベーション条件：

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

- 試験温度 : 22 ± 1°C
- 装置 : フィルター付キセノン光照射装置
- 光条件 : 光源 : キセノンアーク灯  
照射波長範囲 : 290 nm 以下をフィルターでカット  
暗所対照区は恒温室内に静置した。
- 光強度 : 約 3.0 mW/cm<sup>2</sup>、快晴の夏日と同等
- 試料採取時期 : 処理直後(0)、処理 1、3、7、9、11、15 日後
- 反復数 : 2

分析方法 :

- 5) 試験溶液の無菌性の確認 : 各採取時点で平板培養計数法により無菌性を確認した。
- 6) 放射能の測定 : 試料を直接液体シンチレーションカウンター(LSC)で計測した。
- 7) 放射性物質の分離及び定量 : 試料を直接ラジオ-HPLC 分析し、親化合物と分解物の分離及び定量を行なった。
- 8) 同定及び化学的特徴付 : 分解物は、想定分解物の標品を用いラジオ-HPLC/UV によるクロマトグラフィー及び LC/MS/MS/MS 分析で同定した。未知極性物質に関しては、極性画分を有機溶媒 ( ) で抽出した後、抽出後の水層をラジオ-HPLC で分画、分析し、化学的特徴付を行なった。揮発性物質が検出された NaOH 捕集液に関しては、処理 7、9、11、15 日後試料を用いて BaCl<sub>2</sub> 沈殿を行なった。

半減期の算定法 : 供試標識化合物及び主要分解物の半減期 DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub> は、単純一次動態(SF0)を含むコンパートメントモデルを適用して計算した。

結果 :

- 1) 無菌性の確認 : コロニーの形成は見られず、無菌性が確認された。
- 2) 物質収支(表 1 及び 2) : 表 1 に総処理放射能(TAR)に対する割合(%)を、表 2 に濃度(mg/L)を示した。光照射区における回収率は、処理 1 日後までは 100 %以上であったが、処理 3 日後以降に若干の低下がみられた。暗所対照区における回収率は 93.1 %以上であった。
- 3) ペンディメタリンの減衰及び分解物(表 1、2 及び図 1) : HPLC 分析により求めた親化合物及びその分解物の TAR に対する割合及び濃度をそれぞれ表 1 及び表 2 に示した。親化合物は滅菌自然水中で速やかに光分解をうけ、処理 7 日後に TAR の 28.3 %、試験終了時(処理 15 日後)には TAR の 7.3 %にまで減衰した。主要分解物は CL84846 であった。これは、処理 7 日後に TAR の 11.6 %生成して最大となり、試験終了時には、TAR の 4.8 %に減衰した。図 1 に、親化合物の減衰曲線及び分解物 A の生成曲線を示した。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 1 滅菌自然水における BAS 455 H の光分解 - 物質収支及び分解生成物の TAR に対する割合 (HPLC 分析)

試料	物質	保持時間 (分)	TAR に対する割合 <sup>a)</sup> (%)						
			照射時間 (日)						
			0	1	3	7	9	11	15
	BAS455H		100.0	112.9	67.6	28.3	5.6	5.5	7.3
光照射区 試験液	未知物質								
	その他の未知物質 <sup>b)</sup>								
	合計		100.0	112.9	82.8	75.4	75.4	70.1	64.4
光照射区 捕集液	CO <sub>2</sub>		n. a.	0.6	6.7	11.3	12.7	25.6	25.1
	合計		100.0	113.5	89.5	86.8	88.0	95.7	89.4
暗所対照区			100.0	106.3	101.8	102.2	99.8	95.6	93.1

n. d. : 不検出      n. a. : 未分析

a) 値は 2 反復平均値

b) 標品とのクロマトグラフィー及び MS 分析で同定

c) 標品とのクロマトグラフィーで同定

d) ピークは数化合物を含有

e) TAR の 5 %以下である 10 個以上のピークの合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 2 滅菌自然水における BAS 455 H の光分解 - 物質収支及び分解生成物の濃度 (HPLC 分析)

試料	物質	保持時間 (分)	濃度 <sup>a)</sup> (mg/L)						
			照射時間 (日)						
			0	1	3	7	9	11	15
	BAS455H		0.10	0.11	0.07	0.03	0.01	0.01	0.01
光照射区									
試験液									
未知物質									
その他の未知物質 <sup>a)</sup>									
合計			0.10	0.11	0.08	0.08	0.08	0.07	0.06
光照射区	CO <sub>2</sub>		n. a.	0.00	0.01	0.01	0.01	0.03	0.03
捕集液									
合計			0.10	0.11	0.09	0.09	0.09	0.10	0.09
暗所対照区			0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.09

n. d. : 不検出      n. a. : 未分析

- a) 値は BAS 455 H 相当値で 2 反復平均値
- b) 標品とのコクロマトグラフィー及び MS 分析で同定
- c) 標品とのコクロマトグラフィーで同定
- d) ピークは数化合物を含有
- e) TAR の 5 % 以下である 10 個以上のピークの合計

表 3 BAS 455 H 及び分解物の DT<sub>50</sub> 及び DT<sub>90</sub>

物質	DT <sub>50</sub> (日)	DT <sub>90</sub> (日)
BAS 455 H	3.4 (13.09)	11.3

<sup>a)</sup> 分解定数 kM は高い第一種の過誤率を示した  
 ()内は北緯 40 度で正午の春季太陽光における数値

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

図 1 滅菌自然水における光分解による BAS 455 H の減衰曲線及び主要分解物の生成曲線

図 2 滅菌自然水における光分解による BAS 455 H 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 BASF ジャパン株式会社にある。

5. 土壌吸脱着性試験

(資料 21)

ペンディメタリンの土壌吸脱着性試験

試験機関：アメリカン・サイアナミッド社（米国）

(GLP対応)

報告書作成年：1991年

供試標識化合物：<sup>14</sup>C 標識体

\* 標識位置

放射化学的純度：

比放射能：

水溶解度：0.275 ppm

供試土壌：4種類の日本土壌を用いて試験を実施した。個々土壌の特性を表1に示す。

表1 土壌の特性

	愛知	高知	宮崎	十勝
土性(%)	砂質埴壤土	軽埴土	砂土	埴壤土
砂	68.0	47.6	87.1	57.1
シルト	14.5	27.2	5.7	21.5
粘土	17.5	25.2	7.2	21.4
有機質(%)	0.76	1.15	1.5	2.56
pH-H <sub>2</sub> O	7.1	7.2	7.2	6.2
-KCl	6.0	6.4	6.3	5.8
CEC (meq/100g)	7.9	10.2	7.0	11.7
磷酸吸収係数	290	370	660	1330
粘土鉱物の種類	カオリナイト、 イライト	クロライト、 イライト	ハロイサイト	アロフェン、 パーミキュライト
OECD 分類	3	2	5	3

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試験方法：

1) 吸着平衡時間の決定

各試験供試土壌の水との懸濁液に  $^{14}\text{C}$  標識ペンディメタリンを添加しインキュベートした。16、24、40 及び 48 時間後に水層の一部を分取し、放射能を計測、40 時間及び 48 時間における放射能の比を算出した。表 2 に各時点における放射能及び算出した放射能の比を示した。40 時間及び 48 時間における放射能の比が小さかったことから、ペンディメタリンが土壌及び水系において平衡に達する時間は 2 時間とし、本試験における平衡化時間を 3 日間と決定した。

2) 土壌/水比の決定

ペンディメタリンの低い水溶解度及び高い土壌/水分配係数から土壌/水=1/40 と決定した。

3) 試験溶液の調製

$^{14}\text{C}$  標識体 0.231、0.160、0.115 及び 0.056 ppm 濃度の 0.01N 塩化カルシウム溶液を調製した。

4) 吸着試験

1g の土壌を各濃度の試験溶液 40 mL に懸濁し、常温で 3 日間振盪して平衡後、上清の放射能を液体シンチレーション(LSC)にて計測した。計測結果より、フロインドリッヒ等温線モデルを作成し、吸着係数、直線の勾配、有機炭素吸着係数及び相関係数を算出した。また、水中の化合物濃度に対する土壌中の化合物濃度の割合から土壌/水分配係数を算出した。

5) 脱着試験

吸着試験試料の上清を除去後、等量の 0.01 N 塩化カルシウム溶液を加え常温で 3 日間振盪後、上清の放射能を LSC にて計測した。

6) 安定性試験

脱着試験後、上清を除去し、土壌を \_\_\_\_\_ で抽出した。抽出液は標品とともに TLC 分析に供した。

7) 物質収支

物質収支は、処理量に対する吸着/脱着の上清液、土壌の \_\_\_\_\_ 抽出液及び土壌残渣に含まれる放射能の合計から算出した。土壌残渣に含まれる放射能は、 \_\_\_\_\_ 抽出後の土壌の一部をオキシダイザーにて燃焼し、LSC で放射能を計測した。

試験結果：

1) 吸着性

表 2 にフロインドリッヒ吸着係数  $K$ 、直線の勾配  $1/n$ 、有機炭素吸着係数  $K_{oc}$ 、相関係数  $r$  及び土壌/水分配係数  $K_d$  を示した。これらの結果は、ペンディメタリンが本試験で使用した全 4 種の土壌に強く吸着することを示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 2 フロインドリッヒ吸着係数等

	K <sup>a)</sup>	1/n <sup>b)</sup>	Koc <sup>c)</sup>	R <sup>d)</sup>	Kd <sup>e)</sup>
愛知	193	0.967	25395	0.9906	222
高知	153	0.886	13304	0.9934	244
宮崎	61	0.878	4067	0.9845	91
十勝	285	0.951	11133	0.9839	354

a) 吸着係数、b) 直線の勾配、c) 有機炭素吸着係数、d) 相関係数、e) 土壌/水分配係数

2) 試験供試化合物の安定性

脱着試験後土壌の抽出液は、TLC 分析において親化合物のスポットのみを示し、この結果は、本試験において被験物質が安定に存在することを示した。

3) 物質収支

表 3 に各土壌、各濃度の試験溶液における平均物質収支を処理放射能に対する割合で示した。愛知土壌の 0.056 ppm 試験溶液において、3 連のうち 1 連が回収率 62.7%を示したため平均回収率が若干低くなったが、他 2 連は 100%以上を示したためこれは何らかの実験操作ミスであると考えられた。その他全土壌において回収率は 90%以上であり、放射能の損失はなかった。

表 3 物質収支

	試験溶液濃度 (ppm)			
	0.231	0.160	0.115	0.056
愛知	97.7	94.5	99.2	89.9
高知	94.2	94.5	98.6	102.4
宮崎	90.8	92.8	94.6	99.5
十勝	96.7	95.2	99.7	102.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

## 6. 生物濃縮性に関する試験

### (1) ペンディメタリンの魚類濃縮性試験

(資料 1)

試験機関：アメリカン・サイアナミッド（米国）

(GLP 対応)

報告書作成年：1986 年（濃縮性試験及び代謝物分析試験）

被験物質：<sup>14</sup>C-標識ペンディメタリン

\*：<sup>14</sup>C 標識部位

比放射能：

放射化学的純度：

試験方法は両標識体ともに同じ。結果も同様であったため両標識体の結果を平均して表記した。

供試生物：ブルーギルサンフィッシュ（学名）*Lepomis macrochirus*（各 120 匹）

体長：45mm(±2.2mm)、体重：2.7g(±0.45g)

方法： 暴露条件：流水式条件

試験期間：取込期間 35 日、排泄期間 14 日

被験物質濃度：3.0 μg/L

試験水槽：100L

試験水：70L

取込期間：被験物質のアセトン溶液(44,700 μg/L)0.1mL を脱イオン水 1480mL にて随時希釈し試験水槽に 400 mL/分の流速で連続的に流水した。

排泄期間：暴気した井戸水 70L にて被験物質水溶液を置換した後、400 mL/分の流速で同井戸水を連続的に水槽に流水した。

溶存酸素濃度：7.5~8.6 mg/L(22°Cでは飽和濃度の 85%、21°Cでは 96%)

pH：7.9~8.2

温度：21~22°C

光周期：16 時間明、8 時間暗

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

**観察及び測定：**

魚：取込期間の 0, 17, 1, 3, 7, 14, 21, 28, 35, 排泄期間の 1, 3, 7, 10 及び 14 日に採取し、各時点にて一部の魚は可食部及び非可食部に分け、一部の魚は全魚体をそれぞれホモジェナイズした。各試料は一部を分取し燃焼後、放射能を計測した。

また、取込期間の 28 及び 35 日にさらに試料を採取し、各時点にて一部の魚は可食部及び非可食部に分け、一部の魚は全魚体をそれぞれホモジェナイズし放射能を計測後、凍結保存した。凍結保存された各試料は、分析前にアセトニトリルを添加して十分に混合し、上澄みは一部を分取して TLC 分析に供し、さらに一部を分取して放射能を計測した。

水：魚採取時に水を分取し、水質検査を行った。また、取込期間の 0, 21 及び 35 日、排泄期間の 14 日試料の一部は、放射能を計測した。

濃縮倍率：各試料採取日における濃縮倍率は、水中及び魚体の各部位における放射能を被験物質に換算した濃度を用い、コンピューター動的モデルにより算出した。

全魚体における取込速度定数、排泄速度定数及び平衡状態における濃縮倍率は BIOFAC 非線形動態モデルコンピュータープログラムを用いて算出した。

**結果： (1) 魚体及び水中の放射能及びその分布**

下記に水中及び魚体の各部位における放射能を被験物質に換算した濃度を示した。

水中の被験物質濃度は、取込期間を通じて 2.2~4.2  $\mu\text{g/L}$ 、平均で 3.0 ( $\pm 0.59$ )  $\mu\text{g/L}$  であった。排泄期間では被験物質濃度は除々に減少し、14 日後には検出限界以下となった。

魚の可食部、非可食部及び全魚体中の被験物質濃度は試験水に暴露後 35 日に最大を示し、それぞれ 4,200、17,000 及び 15,000ppb であった。

試験日	水中濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	魚体中濃度 (ppb)			
		食用部	非食用部	全魚体	
取込 期間	0	3.5	-	-	-
	0.17	2.2	260	710	450
	1	3.0	610	2300	1400
	3	2.7	1400	5200	4200
	7	3.0	2400	7000	2800
	14	2.7	2100	9600	4100
	21	4.2	2900	9700	7300
	28	2.7	3500	15000	12000
	35	2.6	4200	17000	15000
排泄 期間	1	0.36	3700	17000	6200
	3	0.27	3600	15000	5500
	7	0.15	1800	8300	4000
	10	0.093	1300	5100	3000
	14	ND	390	1900	1900

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(2) 濃縮倍率 (総放射能)

a) 魚体の各部位における各試料採取日の濃縮倍率を示した。各部位における濃縮倍率は除々に増加しており、全魚体において 35 日に最大値 5100 に達した。

試験日	濃縮倍率		
	食用部	非食用部	全魚体
0.17	91	250	160
1	210	790	480
3	490	1800	1500
7	830	2400	970
14	740	3400	1400
21	950	3200	2400
28	1200	5000	4000
35	1400	5800	5100

b) BIOFAC 非線形動態モデルコンピュータープログラムを用いて算出された全魚体における取込速度定数、排泄速度定数及び定常状態での濃縮倍率はそれぞれ  $440 \pm 64$ 、 $0.14 \pm 0.013$  及び  $3300 \pm 570$  であった。

(3) 代謝物分析

下記に、総残留放射能に対する割合にて代謝物分析の結果を示した。親化合物である AC92553 は全残留放射能の 68~81% であり、は 2~3%であった。

代謝物	食用部		非食用部		全魚体	
	28	35	28	35	28	35
AC92553	77.6	68.2	68.3	76.6	80.8	71.1
原点						
抽出性未同定物質						
非抽出性						
合計	100.0	99.9	99.9	100.7	100.0	100.0

(4) 観察

試験を通じて試験生物の行動及び外観を観察したが、対照区と比較して異常な行動及び外観は観察されず、また死亡個体も存在しなかった。

申請者注：1) 総放射能に基づく濃縮倍率

より実環境に即した「底質を用いた実環境に近い条件下における生物濃縮性試験」(参考資料)において、全魚体での濃縮倍率は、4 日目に最大値 5163 に達した後、175 日まで徐々に減少した。従って、本試験における定常状態での濃縮倍率は、変動率が 20%以内である 28 日及び 35 日の値、4000 及び 5100 の平均値、4550 と考える。

2) 親化合物に基づく濃縮倍率

親化合物に基づく全魚体での濃縮倍率は、上記の値 4550 に、28 日及び 35 日における全魚体での親化合物の割合 80.8 及び 71.1% の平均値 76.0% を乗じた値、3458 と考える。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(2) ペンディメタリンの底質魚類濃縮性試験

(参考資料)

試験機関： ( )

(GLP対応)

報告書作成年：2001年

本試験の目的は、異なる成長段階にてペンディメタリンを暴露した魚への繁殖も含んだ全生涯における薬剤の影響を評価することであり、試験としては効果試験及び濃縮性試験を含む運命試験を行った。効果試験では、種々生育段階において生存率、成長率及び繁殖率（産卵率及び受精率）を観察し、運命試験では、水、底質及び魚における薬剤の分布及び水中における代謝物を分析した。また、水及び魚における薬剤濃度を用いてその濃縮性を算出した。

被験物質：

効果試験：ペンディメタリン

化学名：N-(1-ethylpropyl)-2,6-dinitro-3,4-xylidine

分子式：C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

分子量：281.3

純度：

運命試験：<sup>14</sup>C-標識ペンディメタリン

\*：<sup>14</sup>C 標識部位

比放射能：

放射化学的純度：

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

供試生物：ゼブラフィッシュ（学名）*Danio rerio* 3 生育段階の個体を使用（受精卵（以下 A と記載）、受精後 28 日経過した幼体（以下 B と記載）、受精後 78～86 日経過した生殖期開始時の成体（以下 C と記載））。生物数は、成長段階に応じて A 段階では 100 卵、B 段階では 50 尾、C 段階では 30 尾とする。詳細は表 1 試験スケジュールに記載。

試験方法：

「効果試験」

暴露条件：止水式、51cm 試験水、3cm 人口底質

底質：ミズゴケからなる泥炭 (pH 約 5.5～6.0)	10%
カオリン粘土 (30%以上のカオリンを含むことが望ましい)	20%
工業砂（細砂を 50～200 ミクロン粒子の 50%以上含む）	70%
pH（炭酸カルシウムにより調整）	6.0±0.5
有機炭素（石英砂で調整）	1.97%
水分（乾燥重量に対して）	35%

試験期間：184 日

被験物質濃度：1.6、5、16 及び 50 µg/L（実測濃度 1.5、5.3、17.1、54.2 µg/L）

試験水：80 L

溶存酸素濃度：4.9～9.9 mg/L（飽和濃度の 60%に維持、試験開始後 90 日以降は穏やかな暴気を行った）

pH：7.3～9.5

温度：24.9～27.7°C

光周期：12 時間明、12 時間暗

希釈水：滅菌した水道水

観察及び測定：試験スケジュールは表 1 に示した。

魚：[生存率及び成長率] 各個体群を一定数に減少させた際に個体を写真撮影し、電子装置による計数及び解析を用いて写真を評価することにより推定した。測定日及び測定期間の詳細は表 1 に示した。

[産卵数及び受精率] 30 個体に減らした後、ガラス製産卵トレーを入れ、産卵された卵を毎日観察した。最初に卵を発見するまでの時間を記録した。19～22 日間の 1 日の雌当たり産卵数及び受精率を測定した。

水：0.25、1、2、4、28 及び 184 日に採取、HPLC 分析に供し、外部標準検量線により定量した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASF ジャパン株式会社にある。

#### 「運命試験」

暴露条件：止水式、51cm 試験水、3cm 人口底質

底質：効果試験と同じ

試験期間：175 日

被験物質濃度：50  $\mu\text{g/L}$  (実測濃度 47.8  $\mu\text{g/L}$  (83.2KBq/L))

試験水：80 L

溶存酸素濃度：68.0~110%(飽和濃度の60%に維持、試験開始後90日以降は穏やかな暴気を行った)

pH：7.4~9.0

温度：25.2~26.7°C

光周期：12 時間明、12 時間暗

希釈水：滅菌した水道水を使用

観察及び測定：試験スケジュールは表1に示した。

水：試験開始後0.08、0.5、3時間に採取した試料は、液体シンチレーション(LSC)により全放射能を計測し、0.25、1、2、4、7、14、28、56、84、112、140及び175日に採取した試料は、LSCにより全放射能を計測し、さらにペンディメタリン及び代謝物(GL202347)の分析のためHPLC分析に供した。定量は外部標準検量線により行なった。

底質：0.25、2、14、56及び175日に遠心分離により水から分離し、シリカゲルと混合後燃焼、続くLSCにより放射能を計測した。

魚：1、2、4、7、14、28、56、84、112及び175日に採取し、各試料を燃焼、続くLSCにより放射能を計測した。

回収率の測定：175日の試料に関して、水、底質、繊維状藻類(試験期間に成長)及び魚の初期放射能に関する割合を計算した。

濃縮倍率の測定：水及び魚の1、2、4、7、14、28、56、84、112及び175日試料の放射能を被験物質に換算した水中及び乾燥重量及び湿重量での魚体中濃度をを用い、コンピュータ動的モデルにより各採取日における濃縮倍率を算出した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

表 1 試験スケジュール

下記に効果試験における試験スケジュールを示した。運命試験は、効果試験開始 9 日後にペンディメタリンを処理し、その後試験終了までは効果試験と同様のスケジュールで試験を行った。効果試験において、S と表示のある日には生魚数を、G と表示のある日には魚体長あるいは体重を測定した。各水槽の魚群において、生存率は S1 (または S1') 時の魚数に対する S2 (または S2') 時の魚数、成長率は G1 (または G1') 時の体長に対する G2 (または G2') 時の体長より算出した。

日数	水槽 a	水槽 b	水槽 c
-7			水槽に 30 尾
-6		水槽に 50 尾 (S1') (G1)	
処理	水槽に 100 卵 (0 日齢) (S1)	(魚は 28 日齢)	(魚は 88 日齢)
2			卵受け容器を入れる
28	50 尾にする (S2) (G1)		
50		30 尾にする (S2') (G2)	
53			繁殖観察終了
57		卵受け容器を入れる	2 世代の卵を 100 卵 (S1)
85			2 世代の魚を 50 尾にする (S2) (G1) /1 世代の観察終了 (G)
86	30 尾にする (G2)		
92		繁殖観察終了	
93	卵受け容器を入れる	2 世代の卵を 100 卵 (S1')	
121		2 世代の魚を 50 尾にする (S2') (G1') /1 世代の観察終了 (G)	2 世代の観察終了 (G2)
126	繁殖観察終了		
128	2 世代の卵を 100 卵 (S1')		
156	2 世代の魚を 50 尾にする (S2') (G1') /1 世代の観察終了 (G)	2 世代の観察終了 (G2')	
184	2 世代の観察終了 (G2')		

結果：

「効果試験」

(1) 水中のペンディメタリン濃度

下記に、各濃度及び各 A, B, C 成長段階にて被験物質を処理した試料の各水槽 a, b, c 水中におけるペンディメタリン濃度を示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

試験開始時の試験水溶液の濃度は設定濃度の±10%以内であった。

ペンディメタリンの水中における減少は早く、DT<sub>50</sub>は4日以内であった。

設定濃度	測定濃度	水槽	水中濃度 (μg/L)				
			0.25 日	1 日	4 日	28 日	184 日
1.6	1.6	a	2.2	1.4	NM	NM	NM
		b	3.2	2.9	NM	NM	NM
		c	1.4	1.2	NM	NM	NM
5.0	5.3	a	3.6	2.4	1.1	NM	NM
		b	3.2	2.7	1.1	NM	NM
		c	2.9	2.2	1.2	NM	NM
16.0	17.1	a	10.5	9.8	2.6	NM	NM
		b	11.2	9.4	2.4	NM	NM
		c	11.2	9.1	2.4	NM	NM
50.0	54.2	a	36.6	28.6	9.4	NM	<LOD
		b	30.8	28.0	8.3	NM	NM
		c	28.3	28.4	6.5	NM	NM

a: 受精卵 A の段階で処理、b: 幼体 B の段階で処理、c: 成体 C の段階で処理  
 NM: 1 μg/L 以下、LOD: 0.1 μg/L

## (2) 被験物質の魚体への影響

生存率は、A, B, C どの成長段階にてペンディメタリンを処理した魚体においても、全濃度において 0~28 日では 70%以上、それ以降の成長段階では 90%以上を示した。

成長率及び繁殖率（産卵率及び受精率）は本試験における全条件の魚体において対照群と比較し有意なペンディメタリンの影響は見られなかった。

この結果は、NOEC が >50 μg/L であることを示した。

## 「運命試験」

### (1) 試験系における放射能及びその分布

各試料採取時に計測した水、底質及び魚体中における放射能をペンディメタリンに換算した濃度を下表に示した。

試験開始時の試験水溶液の濃度は設定濃度の-10%以内であった。

水中からの放射能の減少は早く、DT<sub>50</sub> 値は 2 日から 4 日の間であった。底質においては試験開始後約二週間で最高濃度に達し、その後はほぼ一定あるいは若干減少したといえる。魚体中における放射能の推移は 3 つのどの成長段階でペンディメタリンを暴露された魚体においても同様の傾向を示し、試験開始後 2 日で最高濃度に達した後、7 日までに急激に減少し、試験終了まで減少し続けた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

受精卵への被験物質の取込は低かった。

日数	水槽	放射能の被験物質換算濃度		
		水 ( $\mu\text{g/L}$ )	底質 ( $\mu\text{g/kg}$ )	魚 ( $\mu\text{g/g}$ )
0	平均	47.8		
0.25	a	48.7	ns	ns
0.25	b	46.0	1.6	ns
0.25	c	44.4	14.0	ns
1	a	39.7	ns	80.0
1	b	38.8	ns	466.3
1	c	37.8	ns	246.9
2	a	29.4	61.0	90.0
2	b	27.2	9.2	676.5
2	c	27.8	31.7	407.2
4	a	18.6	ns	157.6
4	b	18.4	ns	404.7
4	c	20.3	ns	299.2
7	a	15.3	ns	21.5
7	b	15.2	ns	52.9
7	c	15.1	ns	63.5
14	a	14.7	145.0	11.7
14	b	14.9	181.8	32.3
14	c	14.6	44.8	35.4
28	a	13.4	ns	7.0
28	b	13.9	ns	6.4
28	c	13.7	ns	6.7
56	a	12.0	84.5	1.8
56	b	12.0	81.7	1.7
56	c	11.8	32.6	1.4
84	a	11.3	ns	0.8
84	b	11.4	ns	0.8
84	c	11.1	ns	0.9
112	a	9.2	ns	0.3
112	b	9.2	ns	0.5
112	c	9.2	ns	0.5
140	a	7.6	ns	ns
140	b	7.7	ns	ns
140	c	7.8	ns	ns
175	a	7.3	97.5*	0.4
175	b	7.0		0.5
175	c	6.9		0.6

a: 受精卵の段階で処理、b: 成体前の段階で処理

c: 成体の段階で処理、ns: 試料採取なし

\*: 3水槽分を合わせた後測定

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

(2) 回収率 (%初期全放射能)

試験最終日(175日)における試験系の放射能回収率は、初期全放射能に対し約96.9%であった。この結果は、試験期間中におけるペンディメタリンの二酸化炭素への有意な無機化はないことを示した。

水	底質	藻類	魚	合計
14.2	68.1	12.2	2.4	96.9

(3) 水中での被験物質の代謝

親化合物ペンディメタリンの減少は効果試験と同様早く、28日後には検出限界以下となり、DT<sub>50</sub>値は4日以内であった。

試験開始1日後に

が検出された。本化合物の生成量は除々に増加し8日後に最高値を示した。その後除々に減少し、140日後には検出限界以下となった。構造式を下記に示す。

日数	物質濃度 (μg/L)											
	a				b				c			
	TRR	親		ni	TRR	親		ni	TRR	親	CL 202347	ni
0.25	48.7	30.3		ND	46.0	34.1		ND	44.4	35.9		ND
1	39.7	24.4		ND	38.8	20.9		ND	37.8	24.4		ND
2	29.4	20.6		ND	27.2	18.5		ND	27.8	20.9		ND
4	18.6	6.7		0.4	18.4	8.5		0.4	20.3	7.1		0.4
7	15.3	2.6		1.8	15.2	2.9		1.3	15.1	2.8		1.2
14	14.7	1.3		ND	14.9	0.9		1.5	14.6	0.7		1.7
28	13.4	ND		2.9	13.9	ND		2.2	13.7	ND		2.6
56	12.0	ND		ND	12.0	ND		ND	11.8	ND		ND
84	11.3	ND		ND	11.4	ND		0.9	11.1	ND		ND
112	9.2	ND		1.3	9.2	ND		ND	9.2	ND		ND
140	7.6	ND		2.0	7.7	ND		1.0	7.8	ND		1.0
175	7.3	ND		1.4	7.0	ND		0.7	6.9	ND		1.5

ni: 未同定化合物(AC92553で換算)

ND: 検出限界以下

(4) 濃縮倍率

底質を含む静的条件における濃縮倍率は、湿重量を基準にした成体において試験開始4日後に最高値5163を示した。この結果は1986年に行った流水条件でのブルーギルサンフィッシュ生物濃縮性試験と同様であった。最高値に達した後における濃縮倍率の急激な減少は、平衡状態におけるBCFが15~20であるより水溶性の物質への代謝によるものと考えられる。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

幼体における濃縮倍率は成体に比べて劇的な減少を示した。これは幼体におけるより高い代謝率及び成長率によるものと考えられる。受精卵は、より低い取込率を持つためより低い濃縮倍率を示した。

ペンディメタリンは本試験系において完全に代謝されるため、底質からペンディメタリンが水中に溶解することによる濃縮倍率の増大はみられなかった。

試験日	濃縮倍率 (湿重量)			濃縮倍率 (乾重量)		
	受精卵 a	幼体 b	成体 c	受精卵 a	幼体 b	成体 c
1	2	2004	2044	2110	12109	6226
2	15	3738	4133	3263	25043	13891
4	11	3225	5163	7834	22005	16271
7	43	779	1468	1441	3541	4095
14	4	395	829	813	2162	2464
28	69	124	156	509	462	508
56	28	37	38	146	138	113
84	18	18	29	71	72	84
112	8	14	14	28	58	55
175	16	21	24	52	66	78

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

## 代謝分解のまとめ

ペンディメタリンの哺乳動物、植物、土壌、環境における代謝、分解、残留等は概ね下記のとおりであり、代謝分解経路(図)および概要(表)を各々別頁に示した。

## 動物体内運命運命に関する試験

ラット胃投与における ADME 試験：低用量 7.3mg/kg 及び高用量 37mg/kg に相当するペンディメタリンを雄ラットの胃に投与した。投与後 6、12、24、48、72 及び 96 時間に個体を屠殺し、尿、糞、血液及び各組織における放射能を計測し、代謝物分析を行った。

ペンディメタリンの吸収は本剤投与後の経時的血中濃度等の測定結果がないので正確に評価できないが、96 時間以内に約 95%の放射能が排泄物に排出されることから、吸収排出は速いものと推測された。

糞及び尿に排泄される放射能は投与量の約 74%及び 21%であり、糞中に高率の放射能が排泄され、またそのほとんどが未変化体であることから、本薬剤の大部分は消化管から吸収されず未変化体のまま体外に排泄されと考えられた。主要組織におけるペンディメタリンの分布は肝臓及び脂肪に比較的多かった。回収率より、呼気 CO<sub>2</sub> への変換は本薬剤代謝には主要なものではないと考えられた。

肝臓及び腎臓の代謝パターンは未同定代謝物を含め尿のそれと類似していた。同定された代謝物は (腎臓のみ)、 であったが、それらの検出量は微量であった。肝臓では 20 種の微量代謝物が検出され、そのうち 10 種が腎臓と同等であり、これらの代謝物群は を含有することが推測された。脂肪には親化合物が多く存在しており、また、筋肉及び血液において同定された代謝物は腎臓と同様であり、筋肉においては上記同定代謝物が抽出液の約 90%を占めた。

結果として、ペンディメタリンはラットにおいて主に 代謝されると考えられた。

ラットにおける血中動態試験：低用量 7.3mg/kg 及び高用量 37mg/kg に相当するペンディメタリンを雄ラットに胃内投与し、投与前、投与後 1、2、4、8、24、48 及び 72 時間に軽麻酔下で動物の眼窩静脈叢から血液を採取し、ペンディメタリンおよびその代謝物について LC/MS により定量した。ペンディメタリンは血球に吸着しないことが確認されていることから血漿のみ測定した。ペンディメタリンはいずれの用量群の血漿からも検出されず、2 つの主要代謝物 が検出され、その最高血中濃度は投与 8 時間後に、半減期は 2.6-3 時間後で、低用量、高用量とも同様であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

雄ラット経皮吸収試験：低用量 5mg/kg 及び高用量 50mg/kg に相当するペンディメタリンを雄ラットの皮膚に塗布した。個体は 0.5、1、2、4、10、24 時間に屠殺し、血液、排泄物、各組織及び皮膚における放射能を計測した。

血液には放射能はほとんど検出されなかった。低用量において、排泄物中では暴露時間につれて増加し、24 時間後試料で投与量の約 7%が含まれた。肝臓及び残渣では暴露時間につれて増加し 24 時間後試料でそれぞれ投与量の 0.2%及び 4.0%であった。採取した分の脂肪では投与量の 0.02%以下であった。甲状腺には放射能は検出されなかった。

排泄物及び全組織中に検出された放射能の合計は暴露時間につれて増加し、高用量及び低用量において 24 時間後試料でそれぞれ投与量の 4.0%(1.8mg)及び 11%(0.5mg)であった。

高用量は低用量の 10 倍の濃度であったが、放射能の合計は 24 時間後個体において被験物質濃度として 4 倍しか違わなかった。また、皮膚に吸収された放射能に関しても、24 時間個体において高用量と低用量試料の間にそれほどの差がなかった。従って、本試験における被験物質の投与量は 5mg が塗布量としてほぼ飽和の量であり、高用量 50mg/kg は本試験において飽和を超えた量であることが推定された。

低用量において投与量の約 80%が皮膚に残存した。

ラット肝臓、腎臓及び尿における未同定代謝物の分離及び同定：約 30mg/kg に相当するペンディメタリンを雄ラットに経口投与し、ラット胃投与における ADME 試験 (a)において検出された未同定代謝物の分離及び同定を試みた。(a)試験では、投与 6 時間後に肝臓及び腎臓における放射能が最大となり、それぞれ投与量の約 30%及び 17%の放射能を有した。尿においては投与量の約 3%の放射能が存在した。

本試験では投与 6 時間後に全個体を窒息死させ、肝臓、腎臓及び尿を採取し代謝物分析に供した。肝臓の主代謝物は であり、その他、親化合物、  
が検出された。水溶性未同定代  
謝物は であると考え  
られた。

腎臓の主代謝物は親化合物、 であり、その他  
が検出され、検出された代謝物は肝臓とほぼ同様であった。

尿においては、肝臓及び腎臓にて検出された代謝物以外に、  
が微量検出された。尿の水溶性未同定代謝物は  
であると考えられた。

また、その他の尿、肝臓及び腎臓に検出された未同定代謝物は、ほとんどが  
であることが推定された。また、どちらの標識体を

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

用いた際にも同様の未同定代謝物が検出されたことから、これらは両環を含み、定量的に、いずれの代謝物も TLC 上で 3% を超えることはなかった。

ラットにおける胆汁排泄試験：麻酔下のラットに  $^{14}\text{C}$ -ペンディメタリン 35mg/kg を単回投与して、胆汁、尿及び糞を 48 時間まで経時採取してその代謝物の同定／特徴づけをおこなった。ペンディメタリンは 24 時間で 90% の放射能が回収され、胆汁からは約 44% TAR、糞からは約 39% TAR 及び尿からは約 6% TAR であった。48 時間では約 97% が回収され、胆汁からは約 50%、糞からは約 40% 及び尿からは約 6% であった。ペンディメタリンは少なくとも投与の 57% が 48 時間で吸収された。最も多い放射活性は糞中の親化合物 (18% TAR) であった。胆汁排泄放射能の大部分が である。得られた代謝物より、ペンディメタリンは

排泄されると考えられた。申請者は、本試験において糞中に見られた F-1 (A+B) はおそらく腸内細菌により生成されたもので、これが吸収されて胆汁および尿中の となるものとする。腸肝循環についてはあまりないものとする。

#### 植物体内運命に関する試験

とうもろこし①：ペンディメタリンを、ラベル表示最高薬量 1.5 あるいは 1.6 lb ai/acre 相当量、播種直後の土壌表面に発芽前処理した。試料採取は処理 1 ヶ月後、2 ヶ月後及び収穫期である 81 日後に行い、81 日後の試料は茎葉、穀粒及び穂軸にわけた。

植物体に取り込まれた放射能は極めて少なく、1 ヶ月後に 0.05 ppm、収穫期には 0.03 ppm と減少した。穀粒及び穂軸への移行はほとんどなく、対照区との間に有意な差は見られなかった。検出された代謝物は親化合物及び であった。

また、本試験では異なる部位を  $^{14}\text{C}$  で標識した 2 種の標識体を用いたが、両標識体の結果に違いは見られなかった。

とうもろこし②：ペンディメタリンを、2.0 lb ai/acre 相当量で、播種後の土壌表面に発芽前または発芽後処理した。試料採取は発芽前処理 30、60 及び 91 日後 (収穫期) に、また発芽後処理 14、30、60 及び 81 日後 (収穫期) に行い、収穫期の試料は茎部、外皮、穀粒及び穂軸にわけた。

植物体に取り込まれた放射能は極めて少なく、発芽前処理では 30 日後に全茎葉部で 0.420 ppm、60 日後に全茎葉部で 0.170 ppm、91 日後 (収穫期) には茎葉/外皮で 0.262 ppm、穀粒/



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はBASF ジャパン株式会社にある。

塊茎の残留放射能は親化合物及び多くの未同定極性化合物を含んだが、いずれも0.01ppm以下であった。

キャノーラ：ペンディメタリンを、ラベル表示最高薬量1.56 lb ai/acre相当量、播種前に乳剤として土壤に混和処理した。試料採取は、収穫期である処理111日後に行い、脱穀して種子のみを分析に供した。

キャノーラ種子の残留放射能はわずか0.01 ppmであり、そのうち抽出性放射能は0.006 ppmであった。したがってこれ以上の分析は行わなかったが、収穫期のキャノーラ種子には親化合物及び他代謝物などの単一成分が0.01 ppm以上残留しないことが明らかとなった。

タマネギ：ペンディメタリンを、過剰薬量2.7 lb ai/acre相当量、ループ期の2~3日後及び成長期の第2本葉期に、乳剤として2回土壤及び茎葉に散布処理した。試料採取は収穫期である最初の処理後77日に行い、鱗茎のみを分析に供した。

タマネギ鱗茎の残留放射能は0.03 ppmであり、そのうちの7.7%となる0.002 ppmが親化合物であった。その他の代謝物は同定には至らなかったが、いずれの成分もTRRの10%以下であり、0.01ppm以下であった。

落花生1：ペンディメタリンを、ラベル表示標準薬量0.75 lb ai/acre相当量、播種前に乳剤として土壤に混合処理した。試料採取は播種4週後、8週後及び収穫期である14週後に行い、14週後の試料は茎葉部、莢及び子実に分けた。

落花生の残留放射能は、4週後及び8週後に生重量に対しそれぞれ0.13 ppm及び0.10 ppm存在し、14週後には、茎葉、莢及び子実に乾燥重量に対しそれぞれ0.21、1.65及び0.16 ppm存在した。莢の値が高かったのは、莢の表面に付着していた土壤粒子によるものと考えられた。

4週後の植物体には、14週後の茎葉には、CL202347及び未同定極性化合物が検出された。同じく14週後の莢には親化合物、CL202347及びCL99900がそれぞれ残留放射能の5.7%、3.4%及び0.4%検出された。莢にはその他、数種の極性/非極性未同定化合物が検出され、それらのいくつかは脂肪族アルコール体あるいは芳香族アミン官能基を有し、またいくつかは抱合体であることが予想された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

**落花生 2:** 落花生 1 試験で莢に検出された未同定化合物が圃場条件でも生成するかどうか、また生成した場合それらの同定を行うために運命試験を行った。

ペンディメタリンを、ラベル表示標準薬量 0.75 lb ai/acre 相当量、播種前の圃場に混合処理した。試料採取は播種 4 ヶ月後及び 6 ヶ月後に行い、分析対象は莢のみとした。

播種 6 ヶ月後の莢に残留した放射能は 4.96 ppm であり、そのうち 1.63 ppm がメタノールにて抽出された。メタノール抽出液に検出された化合物は親化合物、CL202347、CL217146、99900、CL113066、CL113067、CL113068、CL113071、CL113072 及び落花生 1 でも検出された未同定化合物であり、圃場試験で検出された化合物は、落花生 1 試験で検出された化合物を全て含んでいた。

両試験で検出された非極性未同定化合物の一部は CL113071 及び CL113072 の抱合体であり、極性未同定化合物は、多くの極微量の化合物を含んでいた。

**植物代謝のまとめ:** とうもろこし及び水稻の結果より、ペンディメタリンは可食部に殆ど移行しないことが明らかとなった。馬鈴薯、タマネギ及びキャノールでは収穫時の可食部のみを分析に供した。存在する放射能は極微量であり代謝物の同定を行うことは難しかったが、検出された親化合物及び未同定化合物は単一成分としていずれも TRR の 10% 以下、0.01 ppm 以下であった。

落花生では牛の飼料として用いられる莢を分析対象とした結果、親化合物、CL202347、CL217146、99900、CL113066、CL113067、CL113068、CL113071 及び CL113072 が同定された。これらは全て動物代謝でも検出あるいは中間生成物と考えられる化合物であった。

### 土壤中運命に関する試験

**好氣的土壤代謝試験:** 1 ai lb/acre に相当するペンディメタリンを砂壤土（圃場及び温室）、硝酸アンモニウム添加砂壤土、壤質砂土及びシルト質壤土（以上温室）にそれぞれ添加し、最大 480 日インキュベートした。

回収率、抽出率及び代謝物において全試料が同様の結果を示した。回収率は試験経過につれて減少し、180 日後には 73~83% となり、これは揮発性物質の生成によると考えられた。メタノール抽出性放射能は試験経過につれて減少し、非抽出性放射能が増大した。主代謝物は親化合物であり、480 日の圃場条件砂壤土において 39.3% TAR (390 ppb) 存在した。その他、CL84846、CL113066、CL202347 及び CL99900 が検出されたがいずれも極微量であった。10 種以上の未同定代謝物が検出されたが、いずれも 1% TAR 以下に留まった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

圃場条件砂壤土において土壌深度ごとに放射能計測を行った結果、ペンディメタリンの土壌下部への流失はほとんどないことが分かった。

好氣的土壌代謝試験 1 : 2.0 ppm に相当するペンディメタリンを最大容水量の 60% に水分調整した砂壤土に添加し、温度 25°C、暗所にて最大 1 年インキュベートした。

物質収支は全試料において 94.3 %TAR 以上であり、非抽出性放射能は試験を通して 10.0 % 以下に留まった。主代謝物は親化合物であり、これは試験経過とともに若干減少したものの、1 年後の試料においても 83.1 %TAR を占めており、半減期  $DT_{50}$  は 1322 日と算出された。代謝物としては CL84846、CL202347 及び数種の未同定化合物が検出されたがいずれも 5.0 % TAR 以下であった。揮発性物質の生成は時間とともに増加し、1 年後に合計 4.3% TAR 生成した。

好氣的土壌代謝試験 2 : 3.2 ppm (2.4 kg/ha) に相当するペンディメタリンを最大容水量の 50% に水分調整した砂壤土、壤土及び埴壤土に添加し、温度 20°C、暗所にて最大 120 日インキュベートした。

物質収支は全試料において 94.5 %TAR 以上であり、非抽出性放射能は試験を通して 10% 以下に留まった。親化合物は全 3 土壌において時間の経過と共に減少し、120 日後の砂壤土、壤土及び埴壤土においてそれぞれ 59.3% TAR (1.76 ppm)、74.7% TAR (2.22 ppm) 及び 74.1% TAR (2.20 ppm) であり、半減期  $DT_{50}$  はそれぞれ 174、331 及び 328 日と算出された。代謝物として CL84846、CL99900、CL113066、CL202078 及び多くの未同定化合物が検出されたがいずれも 5% TAR 以下に留まった。また、二酸化炭素の生成は全 3 土壌において時間の経過と共に増加し、120 日後に約 2.0 % TAR 生成した。

好氣的条件下土壌におけるペンディメタリンの半減期 : 好氣的代謝試験 1 にてペンディメタリンは極めて安定であり、半減期  $DT_{50}$  は、1322 日と算出された。しかし、27 種の土壌で行った好氣的土壌代謝試験の結果より、ペンディメタリンの好氣的条件下半減期平均値、中間値及び最頻値は 126、122 及び 122 日であり、半減期 1322 日は平均値に 3 倍の標準偏差を掛けた値からかけ離れているため採用しないこととし、半減期としては好氣的土壌代謝試験 2 の結果を採用する。

嫌氣的土壌代謝試験 : 2.0 ppm に相当するペンディメタリンを最大容水量の 60% に水分調整した砂壤土に添加し、温度 25°C、暗所の好氣的条件にて 30 日インキュベートした後、嫌氣的条件にて 60 日インキュベートした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

物質収支は試験終了時に 105.9% TAR であり、非抽出性及び水中放射能は 2.0%及び 2.7%であった。親化合物は、試験終了時において 98.0% TAR 残存しており、ペンディメタリンは嫌氣的条件下において安定に存在した。代謝物として CL84846、CL202347 及び CL99900 が検出されたがいずれも 1.5 % TAR 以下であった。また、揮発性成分は試験終了時に合計 0.8% TAR であった。

#### 水中運命に関する試験

加水分解試験：ペンディメタリンを pH4、5 及び 9 の緩衝液に 0.05 ~0.1 ppm 添加し、温度 50°C、暗所で 5 日間インキュベートした。

試験最終日、全試料において親化合物が初期値の 90%存在した。この結果より、ペンディメタリンの半減期はいずれの pH においても 25°C条件下にて 1 年以上であるとした(ガイドライン 111)。

緩衝液における水中光分解：ペンディメタリンを、pH7 の緩衝液に 0.1 ppm になるように添加し、温度 22°C、光強度 3.0 mW/cm<sup>2</sup> (快晴の夏日と同等) の条件下で最大 15 日間インキュベートした。

親化合物は緩衝液中で速やかに光分解をうけ、15 日後には TAR の 7.8 %まで減少、本試験条件下でのペンディメタリンの半減期 DT<sub>50</sub> は 5 日であり、北緯 40°Cで正午の春季太陽光での半減期 DT<sub>50</sub> は 19.25 日と算出された。主代謝物は二酸化炭素であり、最大で 11 日後に 25.6% TAR 生成した。次いで CL84846 が多く検出され、15 日後に 8.3 % TAR 生成した。その他、CL113071、CL87893、CL94066、CL217132 及び多種の未同定化合物が検出されたがいずれも 5.0 % TAR 以下であった。

滅菌自然水における水中光分解：ペンディメタリンを滅菌水に 0.1 ppm になるように添加し、温度 22°C、光強度 3.0 mW/cm<sup>2</sup> (快晴の夏日と同等) の条件下で最大 15 日間インキュベートした。

親化合物は滅菌水中で速やかに光分解をうけ、15 日後には TAR の 7.3 %まで減少、本試験条件下でのペンディメタリンの半減期 DT<sub>50</sub> は 3.4 日であり、北緯 40°Cで正午の春季太陽光での半減期 DT<sub>50</sub> は 13.09 日と算出された。主代謝物は二酸化炭素であり、最大で 11 日後に 25.6% TAR 生成した。次いで CL84846 が多く検出され、15 日後に 4.8% TAR 生成し、本試験条件下における半減期 DT<sub>50</sub> は 6.6 日と算出された。その他、CL113071、CL87891、CL94066、CL217132 及び多種の未同定化合物が検出されたがいずれも 5.0% TAR 以下であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

### 土壤吸脱着性試験

土壤吸脱着試験：日本の4種土壤、砂質埴壤土（愛知）、軽埴土（高知）、砂土（宮崎）及び埴壤土（十勝）において吸脱着試験を行った。

4種土壤における吸着係数は61～285、有機炭素吸着係数は4067～25395であり、ペンディメタリンは土壤に強く吸着する傾向があることを示した。

### 生物濃縮性試験

魚類濃縮性試験：ペンディメタリンを脱イオン水で希釈し3 $\mu$ g/L濃度に維持した70Lの被験物質水中にて、ブルーギルサンフィッシュを被験物質に暴露（取込期間）し、数日おきに水中、魚の食用部及び非食用部の被験物質濃度を測定した。35日後、被験物質水を井戸水に入れ替え（排泄期間）、数日おきに14日まで水中、魚の食用部及び非食用部の被験物質濃度を測定した。また、28日及び35日の魚体の一部は、代謝物分析に供した。温度は21～22 $^{\circ}$ C、pHは7.9～8.2、光周期は16時間明/8時間暗、流水式、流速は400mL/minとした。

総放射能に基づく濃縮倍率は、水中の被験物質濃度に対する魚の食用部、非食用部、魚体全体の被験物質濃度の割合として求めた。濃縮倍率は除々に増加し、全魚体における濃縮倍率は35日に最高値5100に達した。BIOFAC非線形動態モデルコンピュータープログラムを用いて算出した全魚体における平衡濃縮倍率は3300であった。しかし、より実環境に即した底質魚類濃縮性試験の結果より、この値は用いず、28日及び35日における濃縮倍率、4000及び5100の平均値4550を本試験における定常状態での総放射能に基づく濃縮倍率と考える。

親化合物に基づく定常状態における濃縮倍率は、28日及び35日における全魚体での親化合物の割合80.8及び71.1%の平均値76.0%を乗じた値、3458と考える。

### 底質魚類濃縮性試験：

効果試験：3つの生育段階（受精卵、幼体及び成体）におけるゼブラフィッシュを底質入り水槽にて1.6、5.0、16及び50 $\mu$ g/Lペンディメタリン濃度の溶液に暴露し、生存率、成長率及び繁殖率（産卵率及び受精率）への影響を調べた。温度は24.9～27.7 $^{\circ}$ C、pHは7.3～9.5、光周期は12時間明/12時間暗、静的、試験期間は最大184日とした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

生存率はどの成長段階にて被験物質に暴露した魚体においても、全濃度において 0~28 日では 70%以上、それ以降では 90%以上を示した。成長率及び繁殖率は全条件の魚体において、対照区と比べ有意な差はみられなかった。NOEC は 50  $\mu$ g/L 以上であるといえる。

**運命試験**；効果試験と同様 3 つの生育段階におけるゼブラフィッシュを底質入り水槽にて 50  $\mu$ g/L ペンディメタリン濃度の溶液に暴露し、ペンディメタリンの試験系での分布及び魚/水での濃縮倍率、水中での代謝を調べた。温度は 25.2~26.7°C、pH は 7.4~9.0、光周期は 12 時間明/12 時間暗、試験期間は最大 175 日とした。

水中からの放射能の減少は早く、DT50 は 2 日~4 日であった。底質においては 2 週間後で最高濃度に達し、その後はほぼ一定あるいは若干減少した。魚体では 2 日後に最高濃度に達した後 7 日までに急激に減少し、その後も減少を続けた。受精卵への被験物質の取込みは低かった。

水中被験物質濃度に対する魚体被験物質濃度（湿重量）より求めた濃縮倍率は、成体において 4 日後に最大値 5163 を示した。

水中における親化合物の減少は早く、DT50 は 4 日以内であった。代謝物としては CL202347 が 8 日後に最大値を示し、その後徐々に減少した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は BASF ジャパン株式会社にある。

### ペンディメタリンの推定代謝経路

動物 (a)、植物 (p)、土壌 (s)、水中光 (w)  
( )内の代謝物は動物代謝にて未検出の中間推定代謝物

		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	三酸化硫黄	未知物質	揮発性物質	合計	
動物体内	ラット 6時間	尿	0.4																						100	
		新陳代謝	28.5																							100
		血液	2.8																							100
		脂肪	40.9																							91.2
		腎臓	0.3																							100
	ラット 6時間	尿	0.1																							100
		腎臓	1.2																							100
		腎臓	8.8																							100
		血液	-																							100
		血液	0																							100
植物体内	ラット 6時間	大豆	0																						100	
		大豆	0																						100	
		大豆	0																						100	
		大豆	0																						100	
		大豆	0																						100	
	ラット 6時間	大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
	ラット 6時間	大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
		大豆	0																							100
ラット 6時間	大豆	0																							100	
	大豆	0																							100	
	大豆	0																							100	
	大豆	0																							100	
	大豆	0																							100	

揮発性物質は、ラット 6時間において動物体内の揮発性物質の濃度を測定する。小括弧内の数字は揮発性物質の濃度(ppm)を示す。  
 水中の揮発性物質は、ラット 6時間において動物体内の揮発性物質の濃度を測定する。小括弧内の数字は揮発性物質の濃度(ppm)を示す。  
 ○は抽出されている物質が示されていないことを示す。  
 未知物質は多量の化合物を含み、単一成分としてはそれぞれ処理時温度の範囲下であった。  
 一は未検出

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	合計	
砂 土	0日	98.1 (2.92)																			100.3 (3.00)	
	7日	94.7 (2.81)																			106.4 (2.95)	
	14日	90.5 (2.67)																			116.5 (2.97)	
	28日	80.9 (2.41)																			161.7 (2.95)	
	42日	78.1 (2.35)																			166.1 (2.96)	
	56日	69.5 (2.07)																				168.5 (2.88)
	84日	61.5 (1.78)																				168.8 (2.87)
	120日	61.7 (1.82)																				168.2 (2.86)
	0日	94.7 (2.82)																				101.9 (3.03)
	7日	93.8 (2.79)																				95.2 (2.95)
塊 土	14日	84.9 (2.62)																			94.5 (2.97)	
	28日	81.8 (2.57)																			92.8 (2.89)	
	42日	78.6 (2.44)																			92.8 (2.90)	
	56日	74.7 (2.37)																			92.2 (2.83)	
	84日	65.4 (2.22)																			92.2 (2.89)	
	120日	65.4 (2.84)																			104.3 (3.12)	
	0日	90.0 (2.85)																			100.3 (2.99)	
	7日	89.5 (2.65)																			88.3 (2.99)	
	14日	87.7 (2.67)																			87.2 (2.92)	
	28日	80.3 (2.49)																			87.8 (2.91)	
塊 砂 土	42日	74.1 (2.20)																			100.0 (2.84)	
	56日	68.7 (2.04)																			100.0 (2.89)	
	84日	61.5 (1.78)																			100.0 (2.84)	
	120日	61.7 (1.51)																			105.9 (2.87)	
	0日	98.0 (2.82)																			105.9 (2.87)	
	7日	94.7 (2.82)																			105.9 (2.87)	
	14日	93.8 (2.79)																			105.9 (2.87)	
	28日	84.9 (2.62)																			105.9 (2.87)	
	42日	81.8 (2.57)																			105.9 (2.87)	
	56日	78.6 (2.44)																			105.9 (2.87)	

数値は相対湿度に対する百分率を示す。小括弧内( )の値は相対湿度 (mm)を示す。  
 ○は検出されているが定量がされていないことを示す。  
 ※相対湿度は多量の土壌を含み、第一層分としてそれぞれ地層相対湿度の0.9以下であった。  
 -1.0未満

**[附] ペンチメタリンの開発年表**