

3. 土壌中運命に関する試験

3-1. ピラクロストロビンの好気条件下における土壌中の代謝

トリル環 - ^{14}C - 標識ピラクロストロビンの土壌中の代謝

(代謝・分解 7-1)

試験機関：BASF 農業研究所(ドイツ)

[GLP対応]

報告年：1998年

クロロフェニル環 - ^{14}C - 標識ピラクロストロビンの土壌中の代謝

(代謝・分解 7-2)

試験機関：BASF 農業研究所(ドイツ)

[GLP対応]

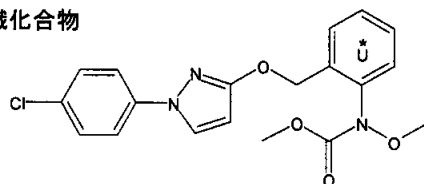
報告年：1999年

供試化合物：

1. ^{14}C -標識 BAS500F；

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate

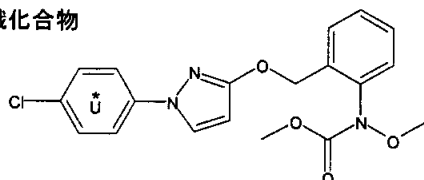
「T-環」標識化合物



放射化学的純度：

比放射能：

「C-環」標識化合物



放射化学的純度：

比放射能：

標識位置設定理由；

2. 代謝物同定用対照化合物；「T-環」標識及び「C-環」標識化合物での各試験に使用した対照化合物を末尾に記載した。

申請者注：本抄録中において

「T-環」標識化合物を用いた試験を「T-環」試験、

「C-環」標識化合物を用いた試験を「C-環」試験として表記した。

供試土壌：下記の土性の「壤質砂土(注：ドイツの土壌分類に基づく)」をそれぞれの試験に使用した。

	構成比(%)			pH	CEC	有機態炭素	総窒素(%)	最大含水量
	砂	シルト	粘土					
「T-環」試験	64	26	10	7.3	13.9	1.8	0.17	43
「C-環」試験	69	18	13	7.5	15.6	2.0	0.17	44

CEC：mVal/100g

有機態炭素：g 水/100g 乾土

試験方法：

供試土壌の処理：

	「T-環」試験	「C-環」試験
添 加 量	0.33mg A. l. /kg 乾土：圃場での施用量 250g A. l. /ha に相当（土壌密度 1.5g/cm ³ で表層 5cm に均一に混和を基準）（以下「0.33mg/kg 処理土壌」とする） 2.0mg A. l. /kg 乾土（圃場施用量の 6 倍，1500g A. l. /ha 相当）：代謝物の解析及び同定をより十分に行うための処理土壌（以下「2.0mg/kg 処理土壌」とする）	
土壌水分	最大容水量（MWC）の 40% に調整し，下記のインキュベーション期間中，定期的にガラス皿を秤量して土壌水分を測定し，蒸発分を補充した。	
インキュベーション	1 トレー当たり調製土壌を入れたガラス皿 5 枚を代謝試験装置のステンレス製インキュベーションチューブに設置し，暗条件，温度 20±1℃ でインキュベートした。	
試料採取	0.33mg/kg 処理土壌： 調製後 0, 1, 3, 7, 14, 33, 60, 87, 180, 270, 360 日（以下「XDAT」で表記）	0.33mg/kg 処理土壌： 調製後 0, 1, 3, 7, 14, 31, 59, 91, 180, 270, 360 日
	2.0mg/kg 処理土壌： 調整後 0, 7, 33, 60, 87, 180, 270 日	2.0mg/kg 処理土壌： 調整後 0, 180, 270, 360 日
通 気	インキュベーション期間中，代謝試験装置のインキュベーションチューブには湿った空気を通した。	
揮発性分の捕集	下記の吸収液を入れた 3 つの捕集瓶で捕集した（1 インキュベーションチューブ 当たり 1 セット） 1) 0.5M NaOH 25mL 2) 0.5M H ₂ SO ₄ 25mL 3) エチレングリコール 25mL 試料採取ごとに各捕集瓶に新しい吸収液を入れた。	下記の吸収液を入れた 3 つの捕集瓶で捕集した（1 インキュベーションチューブ 当たり 1 セット） 1) 0.5M NaOH 50mL 2) 0.5M H ₂ SO ₄ 50mL 3) エチレングリコール 50mL 試料採取ごとに各捕集瓶に新しい吸収液を入れた。
	NaOH 溶液中の放射活性が吸収した ¹⁴ C ₂ に由来するものであることを確認するため，NaOH 溶液を BaCl ₂ で処理し，Ba ¹⁴ CO ₃ 沈殿物を遠心分離後，上澄み液の放射活性を再度測定した。	

放射活性成分の抽出及び同定：

ODAT のそれぞれの処理試料を燃焼し，発生する ¹⁴C₂ を捕集し，LSC で測定し土壌中の TAR（総添加放射能）を測定した。

土壌試料からの抽出は，

・「T-環」試験では

3 回ずつ順次，

・「C-環」試験では

各 3 回ずつ順次

行い，濾過後濾液について放射能を測定した。

抽出液を乾固（

）後，残渣を適量の溶媒，

で溶解し，TLC 及び HPLC で分析し代謝パターンを得た。抽出後の土壌試料は風乾後，混合し，土壌中の残留放射能（RRR I）測定のため燃焼した。

土壌中の残留放射能（RRR I）成分について更に解析するため，土壌試料を乾燥・均質化し，0.5M NaOH を加えて窒素環境中で 3 回抽出した後，20 分間遠心分離した。それぞれの抽出から得られた上澄み液を合わせて濾紙で濾過した。

フルボ酸及びフミン酸を分離するため、各試料の NaOH 抽出液に濃塩酸を加えて pH1~2 とし、冷凍庫に 2 時間保存した。沈殿物(フミン酸画分)を遠心分離し、上澄み液(フルボ酸画分)について放射能を測定した。沈殿物(フミン酸画分)については更に 0.5M NaOH で溶解し、遠心分離により不溶解成分(クレー等)を除去して得られた上澄み液(フミン酸画分)について放射能を測定した。

遠心分離したクレー等の不溶解成分を NaOH 抽出後の土壌試料に加え (=RRR II)，風乾後、均質化し、燃焼した。

フルボ酸画分を で 3 回抽出し、抽出液を合わせて定容とし、放射能を測定した。残った水相部位についても放射能を測定した。

「C-環」試験では NaOH 抽出により、クロロフェニルヒドロキシピラゾールが検出されたことから、180~360DAT 試料について水を用いて同様の操作で抽出を行い、水抽出液について放射能を測定したが、放射能が微量 (<2.5% TAR) であったことから、その後の検討は行わなかった。

放射能の測定は、液体試料ではシンチレーターと混合後、固形試料では燃焼後 $^{14}\text{CO}_2$ をシンチレーターに吸収し、シンチレーションカウンターで行った。

TLC 及び HPLC により代謝パターンを解析し、質量分析により代謝物の同定を行った。

試験結果：

残留放射活性成分の分布及びマスバランス；

「T-環」及び「C-環」試験それぞれにおける 0DAT~360DAT での放射性成分の分布を「表 1 - 1」及び「表 1 - 2」に示した。「T-環」試験では試験開始時に 102.3% TAR であった抽出可能放射能残留量(以下「ERR」とする)は試験終了時点では 23.2% TAR に減少した。全ての試料において、主要な放射性成分は で抽出可能で、 の抽出性は試験期間を通じて 0.3~2.3% TAR であった。この傾向は、「C-環」試験においても同様で 0DAT での ERR 102.2% TAR が 360DAT では 25.5% TAR に減少した。

非抽出性放射能残留成分 (BOUND 残留；以下「RRR」とする)は極めて早い段階で生成し、「T-環」試験では 33DAT で 47.3% TAR、「C-環」試験では 31DAT で 53.0% TAR であった。360 日の試験終了時点での RRR は約 59% TAR (「T-環」試験)~約 65% TAR (「C-環」試験)であった。無機化はやや遅く、試験終了時で 8.0% TAR (「T-環」試験)/10.9% TAR (「C-環」試験)で、その他の揮発性成分は「T-環」及び「C-環」試験いずれにおいても検出されなかった。マスバランスは良好で「T-環」試験で 87~103% TAR、平均 93.7% TAR で「C-環」試験では 97~103% TAR、平均 100.4% TAR であった。

非抽出性放射能残留成分 (RRR) の解析；

土壌を NaOH で抽出して RRR について解析した結果、「T-環」及び「C-環」試験いずれも BOUND 残留放射能の半分以上が NaOH 抽出後の土壌中に残留し、いわゆるヒューミンを生成していた（表 1-1、1-2）。NaOH 抽出成分のフミン酸及びフルボ酸への分画では、NaOH 抽出可能残留放射能の大部分がフミン酸分画に検出され、フルボ酸分画の検出量は相対的に少なかった。これらの試験結果は、残留放射性成分の土壌への結合は極めて強く、過酷な抽出手段でも分離不能であることを示している。

抽出可能残留放射性成分 (ERR) の解析及び同定；

HPLC 分析による ERR の解析及び同定の結果を「表 2」にまとめた。

被験物質の土壌中での分解は速く、「T-環」及び「C-環」試験いずれにおいても処理後 2 週間以内に 50% 以上が代謝され、試験終了時点での残留量は 4.5% TAR（「T-環」試験）/4.3% TAR（「C-環」試験）であった。本試験で代謝物「M07」が「T-環」及び「C-環」試験双方で検出された（ODAT で約 6% TAR（「T-環」試験）/約 2% TAR（「C-環」試験）が、180DAT ではそれぞれ 0.6% TAR/0.3% TAR となり、試験終了段階の 2 試料（270 及び 360DAT）には最早検出されなかった。

HPLC 分析で確認されたピーク成分の内 1 種類（M01）だけが 10% TAR を超えており（「T-環」及び「C-環」試験）、別の 1 種（M02）は最大でも 4~6% TAR であった。これら成分は HPLC/MS 分析により被験物質の立体異性を有する（cis-, trans-異性体）ダイマー体であることが確認された。「T-環」試験では検出されなかった「M04」が「C-環」試験では検出されたが、この代謝物を含めその他の検出されたピーク成分は「T-環」及び「C-環」試験いずれにおいても 3% TAR を超えるものではなかった。

以上本試験の結果、「T-環」及び「C-環」試験いずれにおいても被験物質の好気条件土壌中での分解は速かったが代謝物の減衰は緩やかであった。各試験における親化合物並びに各代謝物の DT_{50} 及び DT_{90} 推定値を下表にまとめた。

表 3. DT_{50} 及び DT_{90} の推定値

	DT_{50} (日)		DT_{90} (日)	
	「T-環」試験	「C-環」試験	「T-環」試験	「C-環」試験
親化合物	12	14	143	152
代謝物 M01	129	166	428	551
代謝物 M02	112	159	372	529

注： 表中の DT_{50} 及び DT_{90} 値は、パラメータを最適化してデータ解析システム ModelMaker で計算して得られた推定値である。

本試験の結果に基づく想定代謝経路を「図 2」に示した。

表 1-1. 「T-環」試験における放射性成分の分布及び物質収支 [注：結果は%TAR；添加放射能 0.311mg/kg (=100%TAR) に対する比率]

経過 日数	抽出成分			非抽出成分							二酸化 炭素	その他 揮発成分	物質収支	
			計		NaOH抽出成分			フミン						
					計	フミン酸		水	フミン酸	フミン				
0	100.3	1.0	102.3	0.3	0.3	0.0	0.0	0.0	0.6	-	-	102.6		
1	90.7	1.6	92.6	3.5	1.3	0.6	0.0	0.3	2.6	0.0	0.0	96.1		
3	82.0	1.6	83.9	9.6	3.5	1.0	0.3	0.6	6.4	0.0	0.0	93.5		
7	71.4	2.3	75.0	20.9	7.7	2.3	0.3	1.6	13.2	0.3	0.0	96.2		
14	63.3	2.3	66.9	35.7	13.2	3.9	1.3	2.3	22.2	0.6	0.0	103.2		
33	38.9	2.3	42.8	47.3	17.0	5.5	1.6	3.2	28.6	1.4	0.0	91.5		
60	30.5	1.6	33.4	55.9	19.6	6.1	1.9	3.9	29.3	2.9	0.0	92.2		
87	26.0	1.3	28.6	54.3	20.9	6.4	1.9	4.2	35.0	4.0	0.0	86.9		
180	22.5	2.3	26.1	57.9	34.4	10.6	2.3	7.1	31.2	5.6	0.0	89.6		
270	20.9	1.6	23.8	57.9	23.2	7.4	1.9	4.8	33.4	6.2	0.0	87.9		
360	20.6	1.3	23.2	59.2	22.8	7.4	1.9	4.5	33.8	8.0	0.0	90.4		

表 1-2. 「C-環」試験における放射性成分の分布及び物質収支 [注：結果は%TAR；添加放射能 0.321mg/kg (=100%TAR) に対する比率]

経過 日数	抽出成分			非抽出成分							二酸化 炭素	その他 揮発成分	物質収支
		計		NaOH 抽出成分				フミン					
				フルボ酸			水	フミン酸	フミン				
				計									
0	100.6	1.6	102.2	0.6							-	-	102.8
1	92.2	1.9	94.4	7.2	3.1	1.2	n.a.	n.a.	1.9	3.4	-	-	101.3
3	82.9	2.2	85.1	12.8	6.2	2.5	n.a.	n.a.	3.4	4.4	-	-	97.9
7	76.0	3.4	79.4	23.1	10.9	4.0	n.a.	n.a.	5.9	10.3	0.3	0.0	102.8
14	59.2	4.0	63.2	34.6	16.8	6.2	5.3	0.6	9.3	15.9	0.6	0.0	98.4
31	43.3	4.7	48.0	53.0	20.9	8.7	6.9	1.2	11.8	22.4	2.2	0.0	103.2
59	34.0	5.0	39.0	57.6	25.9	10.0	8.1	1.6	14.3	23.7	4.0	0.0	100.6
91	32.7	4.4	37.1	56.1	25.5	10.3	7.5	1.9	13.7	25.5	5.0	0.0	98.2
180	28.7	4.4	33.1	58.9	26.2	10.6	8.1	1.9	14.0	28.7	7.8	0.0	99.8
270	25.5	3.7	29.2	58.9	27.7	10.9	7.8	2.2	15.3	25.5	9.7	0.0	97.8
360	22.4	3.1	25.5	65.4	29.0	10.6	8.4	1.6	16.2	29.9	10.9	0.0	101.8

n.a.: 分析せず

表 2. 抽出放射性成分の同定 [注：結果は%TAR(添加放射能に対する比率；「T-環」：0.311mg/kg=100%TAR
「C-環」：0.321mg/kg=100%TAR)]

経過 日数	未同定 代謝物 1		未同定 代謝物 2		代謝物 M04		代謝物 M07		未変化 親化合物		代謝物 M01 cis-		代謝物 M02 cis-		代謝物 trans-		その他 (<1%TAR)	
	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環	T-環	C-環
0							6.4	1.9	95.5	100.4								
1							5.1	0.9	87.8	91.0						0.6		
3							4.8	1.6	76.5	80.7					1.9	3.1		
7	0.3		0.6		1.5		3.5	1.2	61.1	69.8	0.6		0.6	0.6	4.5	6.9	2.3	2.2
14	0.3		0.6		2.8		2.9	0.9	48.9	49.2	1.9	0.9	0.6	0.3	7.4	7.2	3.2	1.9
33/31	0.3		0.6		2.8		1.3	0.9	24.1	28.3	1.3	1.2	1.3	0.6	8.4	9.9	4.5	3.4
60/59	0.3		0.6		2.5		0.6	0.6	16.7	15.9	1.6	1.9	0.6	0.9	8.4	11.2	4.5	4.7
87/91	0.6		0.3		0.9		1.3	0.3	10.6	12.8	1.0	1.2	0.6	0.9	9.6	14.6	4.5	5.9
180	0.6				1.5		0.6	0.3	7.7	8.1	1.0	0.9	0.6	0.6	10.6	15.0	4.5	5.6
270	1.3		0.6		0.3				5.5	5.9	1.3	1.2	1.0	0.6	9.0	14.0	4.5	5.0
360	1.3								4.5	4.3	1.3	1.2	0.6	0.3	9.6	13.0	4.2	5.0

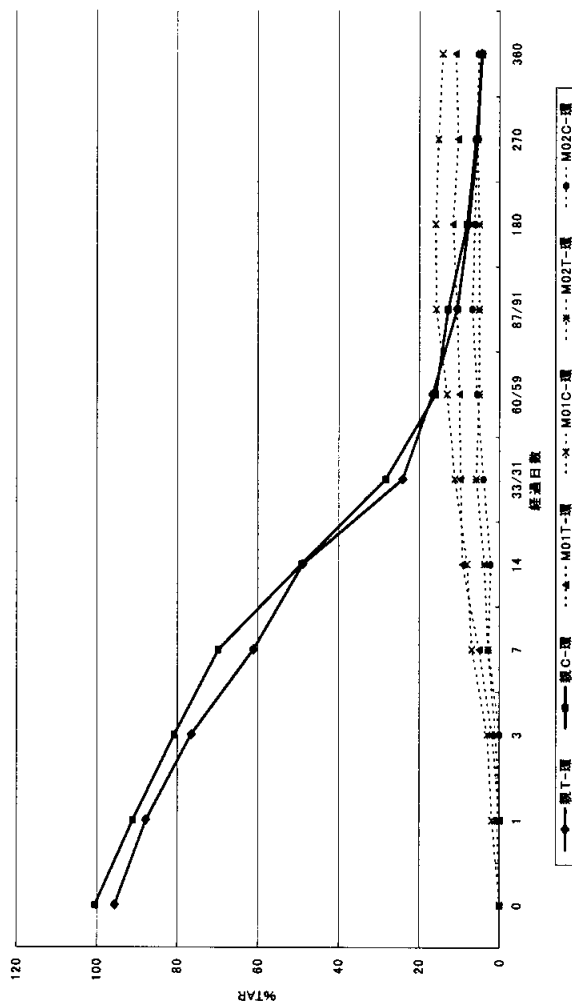


図 1. 親化合物及び代謝物 M01 及び M02 の土壌中の分解曲線 (注：代謝物は cis-と trans-の合計値)

図 2. ピラクロストロビンの土壌中における想定代謝経路

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 アグロ株式会社にある。

同定に使用した対照化合物：

3-2. 4 種類の土壌中における分解挙動

(代謝・分解 17)

試験機関：BASF 農業研究所(ドイツ)

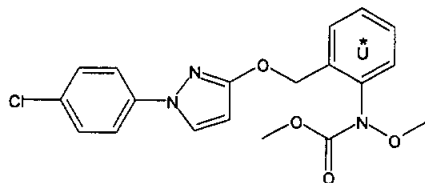
[GLP 対応]

報告年：1999 年

試験の目的：農薬は土壌と接触することで微生物の影響あるいは物理化学的反応により分解される。このため、土壌中における生物的分解について暗条件下で検討した。

供試化合物：¹⁴C-標識 BAS500F (「T-環」標識化合物)

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate



放射化学的純度：

比放射能：

標識位置設定理由：

供試土壌：下記の 4 種の土壌を本試験に用いた。土性は USDA 法に基づき分類した。

略称	US 土壌	Li35b 土壌	Lufa2.2	カナダ土壌
土壌の種類	Holly Springs 壤質砂土	Limburgerhof 壤質砂土	Speyer 壤質砂土	Minto 壤土
粘土 (<2 μm) %	5	8	12	15
微砂 (2~50 μm) %	9	8	5	36
砂 (50~2000 μm) %	86	84	83	49
有機炭素 %	2.1/2.5*	1.0	0.5	3
pH (CaCl ₂)	5.4/5.8*	6.5	5.6	7.7
陽イオン置換容量 (mVal/100g)	12.2/11.2*	3.6	4.5	33
最大容水量 (g 水/100g 乾土)	36/43*	30	35	43
圃場容水量 (0.33 ハール) (g 水/100g 乾土)	13.6/14.7*	9.5	6.6	33
微生物バイオマス (mg 炭素/100g 乾土)				
実験開始時	45.9/55.9*	32.0	17.3	51.0
実験終了時	nd	18.3	5.0	nd

nd：測定せず

* 2 回測定した値を示す。

試験方法：

処理量： 250g(成分)/ha に相当する検体を土壌 5cm に均一に混合するとして、乾土 kg あたり 0.333mg の割合で添加し均一に混合した。

土壌水分：最大容水量の 20 又は 40%に調整し、インキュベーション期間中、必要に応じて土壌水分を補充した。

インキュベーション：1 トレー当たり調製土壌を入れたガラス皿 5 枚を代謝試験装置のステンレススチール製インキュベーションチューブに設置し、暗条件下で温度 5、20、30℃ でインキュベートした。

通気： インキュベーション期間中、代謝試験装置のインキュベーションチューブには湿潤空気を通した。

揮発性成分の捕集：下記の捕集液を入れた 3 つの捕集瓶で捕集した。

- 1) 0.5M NaOH 25mL
- 2) 0.5M H₂SO₄ 25mL
- 3) エチレングリコール 5mL

試験区の構成：

供試土壌	土壌水分*	インキュベーション温度
US-土壌	40%	20℃
Li35b 土壌	40%	20℃
Lufa2.2 土壌	40%	20℃
カタ土壌	40%	20℃
Lufa2.2 土壌	40%	5℃
Lufa2.2 土壌	40%	30℃
Lufa2.2 土壌	20%	20℃
Lufa2.2 土壌	滅菌, 40%	20℃

*：最大容水量に対する水分含有量%

滅菌：オートクレーブで 2 回滅菌

試料の採取：試験 0、3、7、14、30(又は 34)、60(又は 62 あるいは 63)、90、120 日

放射能の抽出及び測定：試料を でそれぞれ 1～3 回ずつ振とう抽出、遠心分離、上清を採取して定容後、放射能を計測した。

代謝パターンの検討： 抽出液については HPLC で分析した。
放射エネルギーが処理量の 3%以下であったので検討しなかった。

抽出手順：以下に概要を示した。

放射能の測定：液体試料はそのまま、固体試料は燃焼後、 $^{14}\text{CO}_2$ を捕集して液体シンチレーションカウンターで放射能を計測した。

試験結果：抽出性残留放射能の経時的分布及び分解物について表 1 及び 2 に示す。

残留放射能の分布及び物質収支：30°C/土壌水分 40%で保存した Lufa2.2 土壌についてのみ、放射能の収支を求めた。

全ての試料採取時期において、物質収支は処理量の 99.2~104.1%であった。

分解に及ぼす温度と土壌微生物の影響；

Lufa2.2 土壌を用い土壌水分 40%で 5°C、20°C及び 30°C並びに滅菌 20°Cで保存した試料において、5°C及び滅菌 20°C土壌における検体の分解は極めて遅く、ほとんど同じであった。これは、低温では土壌微生物の活性が抑制され、滅菌土壌では土壌微生物による分解がないためと考えられた。30°Cの高温では 20°Cに比し分解がわずかに促

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 アグロ株式会社にある。

進されたが、代謝物の生成量は 20℃の場合よりも少なかった。これは、結合残留が主要な代謝経路であることを示している。

分解に及ぼす土壌水分の影響；

Lufa2.2 土壌を用い土壌水分 20%及び 40%で 20℃で保存した試料において、土壌水分が少ない場合、検体の分解はわずかに抑制された。これは、少ない土壌水分が土壌微生物の生息に適していないための間接的な影響を示唆していると考えられる。

分解に及ぼす土壌の種類(US 土壌, Li35b 土壌, Lufa2.2 土壌, かつら 土壌試料) の影響；

20℃/土壌水分 40%において、土壌バイオマスの最も少ない Lufa2.2 土壌の分解がもっとも遅かった。

推定半減期 DT_{50} (日) の比較；

供試土壌 (保存条件)		M00 BAS500F	M01 BF500-6	M02 BF500-7
US 土壌	20℃、土壌水分 40%	38	70	38
Li35b 土壌	20℃、土壌水分 40%	50	1)	1)
Lufa2.2 土壌	20℃、土壌水分 40%	101	131 ²⁾	1)
かつら 土壌	20℃、土壌水分 40%	85	1)	1)
Lufa2.2 土壌	5℃、土壌水分 40%	安 定		
Lufa2.2 土壌	30℃、土壌水分 40%	86	69 ²⁾	1)
Lufa2.2 土壌	20℃、土壌水分 20%	137	1)	1)
Lufa2.2 土壌	20℃、土壌水分 40%、殺菌	安 定		

1) 推定不能 2) 標準偏差が大

以上の結果から、滅菌土壌及び低温条件下ではほとんど分解が認められず、これは土壌微生物の不在及び不活性によるものと考えられた。高温条件下では分解がやや促進されたが、代謝物の量は 20℃条件より少なかった。土壌水分含量が少ない条件下における分解はやや遅く、これも土壌微生物にとって生息環境が適当でないためと考えられた。

表 1 : 抽出性残留放射能の経時的分布 (処理放射能に対する回収率%)

試験区	抽出性残留放射能					非抽出性残留放射能 (結合残渣)	物質収支
	処理後日数				計		
US 土壌 (20°C/40%)	0	99.4	1.6	n. d.	101.0		
	3	93.5	2.3	0.7	96.5		
	7	85.4	3.1	0.9	89.4		
	14	81.8	3.7	1.2	86.6		
	30	69.4	4.8	2.4	76.7		
	62	62.1	4.7	2.7	69.5		
	90	61.1	4.0	2.5	67.6		
	120	53.5	4.2	2.7	60.4		
Li35b 土壌 (20°C/40%)	0	98.9	1.9	n. d.	100.8		
	3	96.1	1.8	0.2	98.2		
	7	92.2	2.4	0.7	95.3		
	14	87.5	2.9	0.6	90.9		
	30	74.6	6.2	1.3	82.1		
	62	68.0	3.4	1.0	72.4		
	90	63.6	3.1	1.0	67.6		
	120	60.6	3.1	1.0	64.7		
Lufa2.2 (20°C/40%)	0	98.0	3.4	n. d.	101.5		
	3	96.1	3.6	0.3	100.0		
	7	93.8	3.3	0.4	97.5		
	14	87.2	3.3	0.5	91.0		
	34	78.9	3.7	0.6	83.1		
	63	69.3	3.8	0.6	73.7		
	92	67.5	3.5	0.7	71.7		
	120	63.1	3.4	0.8	67.4		
かが 土壌 (20°C/40%)	0	96.7	3.1	n. d.	99.8		
	3	82.6	2.4	1.1	86.1		
	7	83.4	6.3	1.6	91.3		
	14	80.1	3.1	2.2	85.4		
	30	68.9	4.8	2.5	76.2		
	60	62.9	3.7	1.3	67.9		
	90	59.8	4.1	1.9	65.8		
	120	56.5	3.8	1.6	61.9		
Lufa2.2 (5°C/40%)	0	96.5	2.8	n. d.	99.2		
	3	96.2	3.7	0.2	99.5		
	7	96.2	3.8	0.3	99.9		
	14	95.3	3.8	0.3	98.5		
	30	93.5	5.0	0.5	97.6		
	60	93.4	3.7	0.6	97.0		
	90	90.1	3.8	1.1	94.3		
	120	87.2	3.5	1.3	92.0		
Lufa2.2 (30°C/40%)	0	96.5	2.8	n. d.	99.2		99.2
	3	93.6	3.7	0.4	97.8	4.8	102.6
	7	86.1	3.8	1.1	91.0	11.7	102.7
	14	81.3	3.8	1.3	86.4	15.9	102.3
	30	76.3	5.0	1.7	83.1	17.4	100.5
	60	62.9	3.7	2.0	68.6	33.6	102.2
	90	57.3	3.8	1.5	62.6	41.4	104.1
	120	50.5	3.5	1.2	55.2	44.4	99.6
Lufa2.2 (20°C/20%)	0	98.9	4.2	n. d.	103.1		
	3	96.5	3.6	0.3	100.4		
	7	94.4	4.0	0.5	98.9		
	14	92.0	3.9	0.8	96.8		
	34	86.4	4.3	1.1	91.8		
	63	73.9	3.8	1.4	79.2		
	92	68.5	4.2	1.5	74.1		
	120	65.1	3.8	1.4	70.3		
Lufa2.2 (20°C/40%, 滅菌)	0	97.5	2.6	n. d.	100.1		
	3	97.7	2.5	2.1	102.4		
	7	96.5	2.7	0.2	99.5		
	14	96.5	2.6	0.3	99.4		
	30	93.2	3.1	0.3	96.6		
	70	94.1	3.0	0.3	97.3		
	120	91.8	3.0	0.4	95.2		

表 2: 抽出可能残留放射能中の分解物 (HPLC 分析結果) (処理放射能に対する割合%)

試験区	処理後 日数	M07 BF500-3	M00 BAS500F	M01 BF500-6 (cis)	M02 BF500-7 (cis)	M01 BF500-6 (trans)	M02 BF500-7 (trans)	合計
US 土壌 (20°C/40%)	0		101.0		1)	2)		101.0
	3	0.6	89.3	0.6	"	2.2	2.4	95.1
	7	0.8	77.6	0.2	"	4.2	5.3	88.1
	14	0.5	70.9	0.3	"	5.1	8.1	84.9
	30	0.7	50.9	1.7	"	8.4	11.5	73.2
	62	0.4	40.0	0.9	"	11.9	12.5	65.7
	90	0.5	39.3	1.6	"	10.1	10.9	62.4
	120	0.4	26.6	1.1	"	12.7	11.3	52.1
Li35b 土壌 (20°C/40%)	0		100.8		1)	2)		100.8
	3		97.9		"			97.9
	7	0.5	91.4	0.3	"	1.0	0.8	94.0
	14	0.6	89.2		"			89.8
	30	0.3	59.0	2.4	"	12.4	5.5	79.6
	62	0.6	42.3	3.4	"	19.8	4.5	70.6
	90		50.5	2.2	"	10.7	3.1	66.5
	120	0.6	21.6	4.3	"	26.6	7.2	60.3
Lufa2.2 (20°C/40%)	0		101.5		1)	2)		101.5
	3	0.5	99.2		"			99.7
	7		97.1		"			97.1
	14	0.5	85.7	0.5	"	2.6	0.2	89.5
	34	0.9	72.0	1.2	"	6.1	0.6	80.8
	63	1.5	56.5	1.8	"	11.4	1.3	72.5
	92	1.4	53.1	2.1	"	11.8	0.8	69.2
	120	1.2	47.2	2.2	"	13.1	1.1	64.8
かた' 土壌 (20°C/40%)	0	0.7	99.0					99.7
	3	0.3	84.5					84.8
	7	0.2	86.9			1.7	0.4	89.2
	14		79.0			2.5	0.9	82.4
	30		70.7			3.0		73.7
	60		61.5	0.9		3.3	0.5	66.2
	90		48.3	2.3		11.0	1.4	63.0
	120		38.3	2.2	0.6	14.5	3.4	59.0
Lufa2.2 (5°C/40%)	0	0.4	98.8					99.2
	3	0.5	98.7					99.2
	7		99.7					99.7
	14		98.2					98.2
	30		97.1					97.1
	60		96.2					96.2
	90		92.1			1.0		93.1
	120	0.6	86.5	0.8		0.8	0.8	90.5
Lufa2.2 (30°C/40%)	0	0.4	98.8					99.2
	3	0.9	95.8					96.7
	7	0.9	87.5			1.1		89.5
	14	0.7	80.9			2.7	0.8	85.1
	30	1.1	74.0	0.5		3.3	1.6	80.5
	60	1.8	55.2	1.0	0.4	4.6	1.7	64.7
	90		49.5			9.2	2.3	61.0
	120	1.5	42.7	0.8	0.6	6.0	2.1	53.7
Lufa2.2 (20°C/20%)	0		103.1		1)	2)		103.1
	3		99.2		"	0.8		100.0
	7	0.8	96.8		"	0.8		98.4
	14	1.4	92.3	0.3	"	1.4		95.4
	34	0.6	86.1	0.4	"	3.1		90.2
	63	0.7	69.3	1.1	"	5.3	0.8	77.2
	92	0.8	58.6	1.4	"	9.6	1.5	71.9
	120	1.3	56.1	1.7	"	8.0	1.0	68.1

1) trans-BF500-6 と分離できなかった。 2) cis-BF500-7 を含む

3-3. ピラクロストロビンの土壌表層における光分解

(代謝・分解 8)

試験機関：BASF 農業研究所(ドイツ)

[GLP 対応]

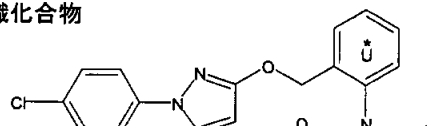
報告年：1999年

供試化合物：

1. ^{14}C -標識 BAS500F；

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate

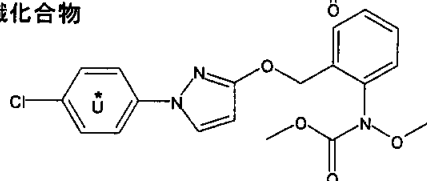
「T-環」標識化合物



放射化学的純度：

比放射能：

「C-環」標識化合物



放射化学的純度：

比放射能：

標識位置設定理由：

申請者注：本抄録中において

「T-環」標識化合物を用いた試験を「T-環」試験、

「C-環」標識化合物を用いた試験を「C-環」試験として表記した。

供試土壌：下記の土性の「壤質砂土(注：ドイツの土壌分類に基づく)」をそれぞれの試験に使用した。

試験 ^{*1}	「T-環」標識化合物 (40%MWC) ^{*2}	「C-環」標識化合物 (40%MWC)	「T-環」標識化合物 (80%MWC)
土質	壤質砂土	砂壤土	砂壤土
表示	Bruch West	Bruch West	Bruch West
試料番号	98/060/01	98/060/03	98/060/04
構成比：砂	79%	70.4%	64.14%
シルト	16%	20.1%	27.27%
粘土	5%	9.5%	8.60%
pH	7.2	7.3	7.6
CEC	13mVal/100g	13 mVal/100g	13.3 mVal/100g
有機態炭素	1.4%	1.60%	1.84%
総窒素	0.15%	0.15%	0.13%
最大容水量	44g水/100g 乾土	41.05 g水/100g 乾土	36 g水/100g 乾土

*1 以下それぞれ『「T-環」処理土壌』、『「C-環」処理土壌』及び『「T-環」処理高水分土壌』とする

*2. 40%MWC, 80%MWC：最大容水量の40%, 80%に土壌水分を調整

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 アグロ株式会社にある。

試験方法：

供試土壌の処理：

	「T-環」処理土壌	「C-環」処理土壌	「T-環」処理高水分土壌
添加量	約 1.65 $\mu\text{g/g}$ 乾土 (圃場での処理量 250g/ha に相当)		
土壌水分	最大容水量の 40% に調整 (= 40% MW)		最大容水量の 80% に調整 (= 80% MW)
	実験期間中、必要に応じて水分を補充した		
試料採取	処理 0, 2, 6, 9, 12, 15 日後 (以下「XDAT」で表記)		
通気	湿った空気を通した		
揮発性成分の捕集	下記の吸収液を入れた 3 つの捕集瓶で捕集した 1) エチレングリコール, 0.5M H_2SO_4 , 0.5M NaOH		
光照射	・ 15 日間キリン灯 (約 3mW/cm ² (夏期の晴天日に相当), 290~1200nm) を継続照射。 温度: 22±1℃ ・ 暗条件対照区 (光非照射) を設定; 光照射しない以外は光照射区と同様に設定		

放射性成分の抽出及び同定：

抽出可能放射能 (ERR) は、各土壌試料を

で 3 回ずつ順次抽出し、各抽出液について液体シンチレーションカウンティング (LSC) で測定した。また、抽出液を乾固後、残渣を適当量の溶媒で再度溶解し、代謝パターン検討のため HPLC 及び TLC で分析した。

非抽出性放射能 (RRR) は、抽出後の残渣を風乾後均一化し、燃焼して測定した。RRR について特徴づけするため、15DAT 照射区及び非照射区の各処理土壌について 0.5M NaOH で 3 回抽出した後、15 分間遠心分離した。それぞれの抽出から得られた上澄み液を合わせて濾紙で濾過した。濾液については LSC で、残渣については燃焼により放射能を測定した。

フルボ酸及びフミン酸を分離するため、15DAT 照射「T-環」処理高水分土壌の NaOH 抽出液に濃塩酸を加えて pH2 とし、冷凍庫に 1 晩保存した。沈殿物 (フミン酸画分) を遠心分離し、上澄み液 (フルボ酸画分) について放射能を測定した。沈殿物 (フミン酸画分) については更に 0.5M NaOH で溶解し、放射能を測定した。

放射能の測定は、液体試料ではシンチレーターと混合後、固形試料では燃焼後 $^{14}\text{CO}_2$ をシンチレーターに吸収し、シンチレーションカウンターで行った。

TLC 及び HPLC により代謝パターンを解析し、質量分析により代謝物の同定を行った。

試験結果：

40% MWC の「T-環」及び「C-環」処理土壌の光照射及び非照射における放射性成分分布及び物質収支を「表 1-1, -2」に、また「T-環」高水分土壌における収支を「表 1-3」まとめた。試験期間中に確認された揮発性成分は少量の CO_2 のみで、 H_2SO_4 及びエチレングリコール捕集液中には、何れの試料採取時点においても明らかな放射能は検出されなかった。全ての試験系において全体的な物質収支の平均は 93.0~96.6% TAR であった。

それぞれの環を標識した化合物で処理した土壌において全ての点で同様な結果が得られた。光照射及び非照射における主たる差は、照射土壌の方が抽出効率が低いことで、抽出効率の差は主として照射土壌におけるより低い抽出効率に起因していた。

無機化率は全体的に低かったが、照射土壌の方がわずかに高かった。結合型残留物は同程度であった。

土壌水分の違い(最大容水量の40%と80%)による差は、照射土壌では高水分土壌の方が総抽出効率が低く、これはでの抽出効率が明らかに低いことに起因している。加えて、結合型残留物が約3倍となった。非照射では、高水分土壌の方が総抽出効率が低かったが、照射土壌ほどの差はなかった。これに関連して、結合型残留物は高かったが低水分土壌の2倍程度であった。

それぞれの処理土壌について抽出可能残留放射性成分(ERR)の同定を行った結果を「表 2」にまとめた。

表 2. 抽出可能放射性成分の同定 (注: 結果は%TAR)

	経過 日数	分解物 M07		未変化 親化合物		分解物 M01		分解物 M02	
		照射区	暗対照	照射区	暗対照	照射区	暗対照	照射区	暗対照
「T-環」試験 40%MWC 添加放射能; 51.95 $\mu\text{g/kg}$ =100%TAR	0	1.83	1.83	91.81	91.81	0.00	0.00	0.00	0.00
	2	2.27	1.43	89.23	93.08	0.00	0.79	0.00	0.57
	6	3.93	1.47	81.01	84.36	0.69	2.42	0.22	1.97
	9	3.98	1.50	69.59	78.94	2.03	4.19	1.93	2.55
	12	4.15	1.23	76.37	73.84	0.00	4.13	0.07	3.67
	15	4.05	1.01	74.35	74.79	0.29	4.27	0.34	2.59
「C-環」試験 40%MWC 添加放射能; 49.65 $\mu\text{g/kg}$ =100%TAR	0	2.27	2.27	93.24	93.24	0.00	0.00	0.00	0.00
	2	4.56	3.07	81.19	82.42	0.00	0.64	0.00	0.98
	6	5.51	2.97	71.69	73.60	0.25	4.61	0.17	2.49
	9	4.92	2.27	67.88	65.36	0.51	6.93	0.42	3.99
	12	5.49	2.68	73.70	57.13	0.46	9.70	0.38	6.25
	15	8.02	2.00	63.58	62.96	0.46	8.47	0.38	4.70
「T-環」試験 80%MWC 添加放射能; 49.47 $\mu\text{g/kg}$ =100%TAR	0	1.83	1.83	97.56	97.56	0.00	0.00	0.00	0.00
	2	7.25	1.74	72.90	82.63	1.75	2.85	1.70	1.73
	6	7.73	1.30	47.51	53.82	3.32	9.07	2.94	5.42
	9	8.73	1.29	42.93	55.26	3.77	10.07	4.26	6.85
	12	9.04	0.71	44.81	42.52	2.51	14.14	3.63	7.54
	15	6.14	0.66	29.24	38.72	5.23	15.47	4.83	8.25

照射15日後において、「T-環」低水分土壌(40%MWC)では74.4%TAR、「C-環」低水分土壌(40%MWC)では63.6%TARが未変化の親化合物であった。「M07」は、「T-環」土壌試料で照射0日後の1.8%TARが試験終了時点では約4%TAR、「C-環」土壌試料では同2.3%TARが約8%TARとなった。「M07」以外は、「T-環」土壌と「C-環」土壌の間にピークパターン及び濃度の差は認められなかった。

非照射土壌でのピークパターンは光照射土壌のパターンと同様であったが、2種の分解物「M01」及び「M02」の量がわずかに高かった；分解物「M01」の最大値は光照射土壌で2%TAR(9DAT)に対し非照射では4.3%TAR(15DAT)、分解物「M02」の最大値は光照射で最大1.9%TAR(9DAT)に対し非照射では3.7%TAR(12DAT)。分解物「M07」は試験期間を通じて1~2%TARと一定したレベルであった。「C-環」土壌試料では、ピークパターンは「T-環」土壌試料と同様であったが、2種の分解物「M01」と「M02」の濃度は「T-環」土壌試料より高かった；12DATで「M01」はほぼ10%TARに対し「M02」は約6.3%TAR。

「T-環」高水分土壌(80%MWC)の照射試料での被験物質の減衰(97.6%TARが29.2%TAR)は水分含量の低い土壌試料(40%MWC)より速かった。非照射での減衰は照射試料に比してやや遅く、試験期間中に97.6%TARから38.7%TARに低下した。非照射においても主要な分解物は「M01」で試験終

了時点で15.5%TARとなり、「M02」は同8.3%TARであった。

非抽出性放射能残留成分は、総体的に、結合型残留物の約半分の放射性成分が NaOH 抽出後の土壌試料中に残留し、いわゆる「フミン」を生成していた。元の結合型残留物の>10%TAR が NaOH で抽出されたため、光照射「T-環」高水分土壌の 15 日後の試料(15DAT)の NaOH 抽出物についてフミン酸とフルボ酸の分離を行った結果、放射能の約 2/3 がフルボ酸で、結果を「表 3」にまとめた。

表 3. 非抽出性放射能残留成分(注：結果は%TAR)

		非抽出成分				
		NaOH 抽出				
			フルボ酸	フミン酸	フミン	
「T-環」処理土壌/照射		13.4	4.8	n. a.	n. a.	6.7
「C-環」処理土壌/照射		11.9	5.0	n. a.	n. a.	5.3
「T-環」処理高水分土壌	照 射	35.3	12.9	8.7	4.5	18.4
	非照射	24.3	24.3	n. a.	n. a.	15.8

以上、異なる2種の土壌水分で行った被験物質の土壌表層における光分解試験の結果、被験物質の分解に「光」は明らかな影響を及ぼしていないことを示唆しており、光照射あるいは非照射における半減期は下記にみられるように同程度であった。

		DT ₅₀ (日)
40%MWC 土壌	照 射	36.9
	非照射	31.7
80%MWC 土壌	照 射	8.9
	非照射	10.4

注：表中の DT₅₀ は、データ解析システム ModelMaker での推定値

しかしながら、土壌水分の増加は被験物質の分解速度を明らかに高めており、非照射でも同様な分解速度で、土壌水分を多くすると光照射及び非照射何れにおいてもDT₅₀は小さくなった。

本試験の結果に基づく想定分解経路を「図 1」に示した。

表 1-1. 「I-環」試験の 40%MWC における放射性成分の分布及び物質収支 [注: 結果は %TAR (添加放射能; 51.95 $\mu\text{g}/\text{kg}$ =100% TAR に対する比率)]

経過 日数	抽出成分 (ERR)						非抽出成分 (RRR)		C O ₂		物質収支 (ERR+RRR+CO ₂)	
	抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR+RRR+CO ₂)	
	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照
0	93.64	93.64	0.76	0.05	0.05	94.44	94.44	0.02	0.05	n.a.	94.49	94.49
2	88.49	92.84	4.31	2.69	0.48	93.28	95.93	3.13	2.74	0.23	96.64	98.75
6	70.34	87.26	15.98	2.54	0.90	87.21	90.22	8.52	6.07	0.59	96.32	96.47
9	76.06	85.04	5.86	2.50	0.50	82.42	87.79	11.32	7.52	0.81	94.55	95.56
12	74.63	82.69	8.37	3.03	0.92	83.92	86.19	10.45	9.89	1.12	95.48	96.43
15	57.44	84.29	22.04	2.03	1.24	80.72	86.73	12.23	10.46	1.34	94.29	97.62
										平均	95.30	96.55

表 1-2. 「C-環」試験の 40%MWC における放射性成分の分布及び物質収支 [注: 結果は %TAR (添加放射能; 49.65 $\mu\text{g}/\text{kg}$ =100% TAR に対する比率)]

経過 日数	抽出成分 (ERR)						非抽出成分 (RRR)		C O ₂		物質収支 (ERR+RRR+CO ₂)	
	抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR+RRR+CO ₂)	
	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照
0	47.29	95.23	1.31	0.06	0.06	96.60	96.60	0.19	0.19	n.a.	96.79	96.79
2	41.28	86.03	4.80	3.28	0.64	88.58	89.90	3.92	1.93	0.37	92.87	91.86
6	37.24	82.46	6.36	4.02	0.62	81.98	86.90	8.52	7.11	0.98	91.48	94.11
9	35.58	77.47	6.59	3.91	0.65	78.89	81.73	9.77	8.52	1.07	89.73	90.40
12	37.76	74.41	7.64	4.38	0.88	84.56	79.34	9.23	9.05	1.48	95.27	88.58
15	25.72	77.33	24.66	4.89	1.10	77.75	82.66	12.29	13.31	1.79	91.63	96.20
										平均	92.96	92.99

表 1-3. 「I-環」試験の 80%MWC における放射性成分の分布及び物質収支 [注: 結果は %TAR (添加放射能; 49.47 $\mu\text{g}/\text{kg}$ =100% TAR に対する比率)]

経過 日数	抽出成分 (ERR)						非抽出成分 (RRR)		C O ₂		物質収支 (ERR+RRR+CO ₂)	
	抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)			抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR)		抽出成分 (ERR+RRR+CO ₂)	
	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	計	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照	照射 区	暗対 照
0	98.11	98.11	1.26	0.08	0.08	99.46	99.46	0.06	0.06	n.a.	99.52	99.52
2	84.05	89.56	4.85	3.02	0.63	89.52	93.08	8.86	4.82	0.28	98.67	97.98
6	64.81	70.43	5.93	3.52	0.69	71.44	74.37	21.09	13.25	0.90	93.42	87.88
9	60.52	77.72	6.60	3.94	0.83	67.95	82.20	26.02	16.76	1.67	95.64	99.41
12	62.04	68.81	7.59	3.89	0.79	70.42	73.14	23.98	20.55	1.92	96.32	94.33
15	46.18	67.77	6.97	3.79	1.60	54.75	72.48	34.88	24.33	2.28	91.91	97.67
										平均	95.91	96.13

図 1. ピラクロストロビンの土壌光分解における想定分解経路

3-4a. ピラクロストロピンの土壌吸着試験

(代謝・分解 9)

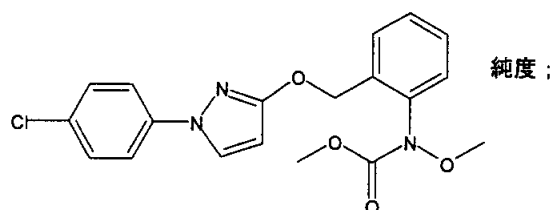
試験機関：(株)日曹分析センター 小田原事業所

[GLP対応]

報告年：2000年

供試化合物：Reg. No. 304 428(純品)

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate



供試土壌：下記の4種類の土壌(日本植物防疫協会より入手)を試験に使用した。

供試土壌 (土壌番号*)	植調研柏田 (No. 6)	日植防高知 (No. 8)	日植防牛久 (No. 14)	日植防宮崎 (No. 20)
採取場所	植調研究所 圃場	日植防 高知試験農場 (沖積鉾質土)	日植防 牛久研究所 (淡色黒ボク土)	日植防 宮崎試験場 (砂丘未熟土)
土性	Light clay	Light clay	Heavy clay	Loamy sand
構成比：				
砂(%)	28.0	42.2	24.8	86.0
シルト(%)	35.4	31.9	27.5	7.1
粘土(%)	36.6	25.9	47.7	6.9
有機炭素(%)	2.60	1.21	3.33	1.5
pH (H ₂ O)	6.7	7.5	7.0	5.9
(KCl)	6.0	6.5	6.2	5.3
CEC (meq/100g)	21.5	11.3	29.8	9.7
リン酸吸収係数	820	390	2220	1030
粘土鉱物の種類	モンモリロナイト	クロアイトライト	アロフェンパーミキュライト	アロフェンハロイイト
水分量(%) ^{*2}	4.6	1.7	12.7	3.5

*1. 日植防(日本植物防疫協会)において付けられた吸着試験用の土壌番号

*2. 日曹分析センターでの測定値(乾土当りの%)で、水分量以外は日植防より入手。

試験方法：

準拠試験方法；9 農産第 5089 号，OECD 106(1981 年版)

試験濃度は被験物質の水溶解度(2.4mg/L)の1/2である1.2mg/Lを最高濃度として以下0.6, 0.3及び0.12mg/Lの4濃度とし、既知情報(海外土壌での被験物質のK_{oc}=6000~16000)から被験物質の土壌吸着は大きいと予測されたことから「土壌：水相=1：11(w/w)」とした。

予備試験並びにスクリーニング試験を行い、分析法並びに土壌吸着性及び安定性について以下の点を確認した。

・分析法；被験物質はアセトニトリルに易溶で、UV吸収があることから、アセトニトリル抽出

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

による UV 検出器付きの HPLC 分析とし、検量線法により定量した。本分析法で、各土壌における土壌抽出物を含む水相からの被験物質の回収率は 80~84%であった。

- ・土壌吸着性及び安定性；水相に添加した被験物質は振盪後の水相及び土壌から 89~96%，土壌なしのコントロールでは 94%が回収された。被験物質は 16 時間振盪しても安定であった。

本実験の概要は以下のとおりである。

- ・吸着平衡時間；風乾土壌 2.0g に水 2.0mL を加え、 $25\pm1^{\circ}\text{C}$ で 24 時間放置後、 CaCl_2 溶液で調製した処理溶液 20.0mL を加えた。 $25\pm1^{\circ}\text{C}$ で振盪し、2, 4, 8, 16 時間後にそれぞれ遠心分離 (2000rpm で 20 分) し、濾液中の濃度を HPLC で分析した。
- ・吸着実験；風乾土壌 2.0g に水 2.0mL を加え、 $25\pm1^{\circ}\text{C}$ で 24 時間放置後、 CaCl_2 溶液で調製した各濃度の処理溶液 20.0mL を加えた。 $25\pm1^{\circ}\text{C}$ で 16 時間振盪後、遠心分離 (2000rpm で 20 分) し、上澄み相及び沈殿土壌相それぞれについて被験物質濃度を HPLC で分析した。各土壌について被験物質無添加のブランク試料、各濃度について土壌なしのコントロール試料を調製し同様に吸着実験を行った。

試験結果：

吸着平衡時間は、4 土壌ともに水相中の被験物質濃度が 16 時間で平衡状態に達した(「図 1」参照)ことから、平衡時間は 16 時間と判断された。各土壌における水相中平衡濃度を「表 1」に示した。

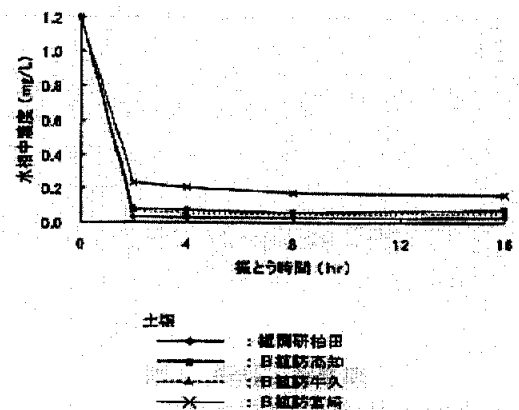


図 1. 吸着平衡時間

表 1. 各土壌における水相中平衡濃度

実験濃度	0 (ブランク)	0.12	0.3	0.6	1.2
植調研柏田	0	0.0020	0.0051	0.0113	0.0216
日植防高知	0	0.0062	0.0122	0.0238	0.0501
日植防牛久	0	0.0029	0.0101	0.0198	0.0358
日植防宮崎	0	0.0145	0.0400	0.0803	0.163
コントロール	—	0.122	0.325	0.627	1.30

注：2 回分析の平均値；mg/L

本実験での各土壌における物質収支 (2 回測定 of 平均値) は表 2 のとおりであった。

表 2. 平均回収率

供試土壌	被験物質回収率 (%)		
	上澄み液	土 壌	合 計
植調研柏田	1.7	100	101
日植防高知	3.9	87	91
日植防牛久	2.7	90	93
日植防宮崎	12.9	78	91

また、「表 1」のそれぞれの実験濃度の水相中平衡濃度を全回収率で補正し、Freundlich の吸着定数を計算した結果を「表 3」にまとめた。

以上、日本国内の有機物及び粘土含量の異なる 4 種の土壌を用いて行った土壌吸着試験の結果、Freundlich 吸着定数 (K_d) は 51～405、有機炭素含量に基づく吸着定数 (K_{oc}) は 3400～22800 であることが確認された。

表 3. Freundlich の吸着定数及び指数

供試土壌	$1/n$	K_d	r	K_{oc}
植調研柏田	0.939	405	0.998	15,600
日植防高知	1.088	276	0.993	22,800
日植防牛久	0.893	214	0.991	6,440
日植防宮崎	0.940	51	0.997	3,400

3-4b. ピラクロストロビン代謝物 M01 の土壌吸着/脱着試験

(代謝・分解 15-1)

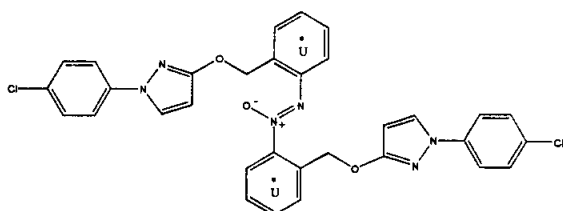
試験機関：BASF 農業研究所

[GLP 対応]

報告年：1999 年

供試標識化合物： ^{14}C -M01

N, N'-bis-[2-[1-(4-chloro-phenyl)-1H-pyrazol-3-yloxy-methyl]-phenyl]-diazene
N-oxide-[tolyl-ring-U- ^{14}C]



放射化学的純度；
比放射能；

対照非標識化合物：M01（純度： ）

供試土壌：下記の 6 種類の土壌を試験に使用した。

採取国名	ドイツ標準土壌			米国		カナダ
供試土壌	ULFA Speyer 2.2 F21997	Limburgerhof Bruch West	Limburgerhof Schlag Li35b	538-30-5	538-31-2	95024 RCN95012
土 性	砂土/壤質砂土	砂壤土	壤質砂土	壤質砂土	壤土	砂質壇壤土
組成：						
砂 (%)	86	73	83	83	44	49
シルト (%)	9	17	10	9	43	28
粘土 (%)	5	10	7	8	13	23
有機炭素 (%)	2.5	1.5	1.1	0.4	0.5	3.4
pH	5.8	7.5	6.5	5.8	5.2	7.5
CEC (mVal/100g)	11.2	12.1	7.2	4	10	26
水分含量 (%)	1.58	1.49	0.80	0.41	1.75	5.2

試験方法：

準拠試験方法；OECD 106(1981 年版)、US EPA Guideline, Subdivision N, § 163-1(1982 年版)

試験濃度は被験物質の水溶解度が $3\mu\text{g/L}$ と低いことから、吸着及び脱着の Freundlich の等温試験は行わず、1 濃度について実施した。吸着試験は名目濃度 $1\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液で「土壌：水相=1：10(w/w)」として実施した。

吸着平衡試験； $1\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液を土壌 5g に 50ml を加え、遠沈管に入れ、密封して 1、2、4、8、16 及び 24 時間、暗所、 $21\pm 1^\circ\text{C}$ で振とう後、遠心分離して水相の放射能を液体シンチレーションカウンターにより測定した。平衡時間は 2 つの連続した時点における値の変動が 10% 以内であることとした。その結果(表 1)、6 土壌すべてにおいて、4 時間で平衡に達した。

表 1. 各種土壌における吸着平衡時間一経時吸着率 (%)

採取国名	ドイツ標準土壌			米国		カナダ
供試土壌	ULFA Speyer 2.2 F21997	Limburgerhof Bruch West	Limburgerhof Schlag Li35b	538-30-5	538-31-2	95024 RCN95012
土 性	砂土/壤質砂土	砂壤土	壤質砂土	壤質砂土	壤土	砂質埴壤土
振とう時間						
1	77.0	88.5	75.1	93.4	97.2	87.7
2	84.2	91.8	94.0	97.2	96.7	95.1
4	92.9	97.4	97.9	98.2	98.0	97.2
8	92.8	98.6	98.7	99.2	98.4	99.2
16	96.3	98.7	98.2	98.9	98.9	98.8
24	97.8	98.7	99.0	99.4	99.3	99.2

対照試験として、土壌の添加及び非添加による 24 時間振とうを行ない被験物質の回収率を検討した結果、試験容器壁面への付着は 20~35%の範囲であった。

吸着試験； $1\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液を土壌 5g に 50ml を加え、遠沈管に入れ、密封して 4 時間、暗所、 $21\pm 1^\circ\text{C}$ で振とう後、重量から容量を算出し、遠心分離して土壌中及び水相の放射能を液体シンチレーションカウンターにより測定した。

脱着試験；吸着試験における土壌試料に 0.01M CaCl_2 溶液を加えて 50ml とし、16 時間振とう後、遠心分離して水相を分析用とした。重量から容量を算出し、液体シンチレーションカウンターにより放射能を測定し、土壌中の水溶性残留成分を重量法により算出した。本操作は 2 回繰り返した。

脱着試験からの土壌をアセトニトリルで抽出し、放射能を測定し、土壌中の水溶性成分について重量法により算出した。さらに抽出後の土壌を 105°C で乾燥後燃焼して、 $^{14}\text{C}-\text{CO}_2$ を測定し、被験物質の土壌中の残留量を求めた。

物質収支；吸着試験及び脱着試験における溶液中の被験物質質量、土壌試料の抽出物及び抽出残渣の結果を計算に加えた。

試験結果：

吸着係数 (K_d) 及び土壌中の有機炭素含量に対応した吸着係数 (K_{oc}) は表 2. のとおりであった。

表 2. 土壌吸着係数

供試土壌		K_d	K_{oc}
ULFA Speyer 2.2 F21997	砂土/壤質砂土	79	3160
		89	3560
Limburgerhof Bruch West	砂壤土	232	15500
		264	17600
Limburgerhof Schlag Li35b	壤質砂土	350	31800
		350	31860
538-30-5	壤質砂土	285	71300
		446	112000
538-31-2	壤土	353	70600
		915	183000
95024 RCN95012	砂質埴壤土	610	17900
		649	19100

脱着係数 (Kdes) 及び土壌中の有機炭素含量に対応した脱着係数 (Kocdes) は表 3. のとおりであった。

表 3. 土壌脱着係数

供試土壌		Kdes	Kocdes
ULFA Speyer 2.2 F21997	砂土/壤質砂土	1500	60000
		2300	91000
Limburgerhof Bruch West	砂壤土	1900	129000
		1900	130000
Limburgerhof Schlag Li35b	壤質砂土	1600	147000
		1400	126000
538-30-5	壤質砂土	2400	600000
		600	151000
538-31-2	壤土	2000	390000
		1200	250000
95024 RCN95012	砂質埴壤土	1500	43000
		1100	34000

物質収支は供試 6 土壌において 58~85%であった。この低い回収率は被験物質の水溶解度が極めて低く、吸着性が強いことによる容器壁面への吸着のためと考えられる。

この修正部分は報告書に記入はないが、報告書の内容ではおかしいと思う。報告書は分析値の変動には該当すると思う。

以上より、被験物質は 6 土壌において強い吸着性を示し Koc は 3160~183000 であった。水溶解度が低いこと、及び土壌吸着性の強いことにより吸脱着試験における水相中濃度が極めて低くなり、その結果 Kd 及び Kdes 値が大きくなった。さらに被験物質初期濃度の 20~35%が試験容器壁面に付着することがみられた。この壁面付着を考慮すると、計算された Kd 値は実測値より 25~40%低いと考えられる。

3-4c. ピラクロストロビン代謝物 M02 の土壌吸着/脱着試験

(代謝・分解 15-2)

試験機関：BASF 農業研究所

[GLP 対応]

報告年：1999 年

供試標識化合物： ^{14}C -M02

放射化学的純度；

比放射能；

対照非標識化合物：M02（純度： ）

供試土壌：下記の 6 種類の土壌を試験に使用した。

採取国名	ドイツ標準土壌			米 国		カナダ
供試土壌	ULFA Speyer 2.2 F21997	Limburgerhof Bruch West	Limburgerhof Schlag Li35b	538-30-5	538-31-2	95024 RCN95012
土 性	砂土/壤質砂土	砂壤土	壤質砂土	壤質砂土	壤土	砂質壇壤土
組成：						
砂 (%)	86	73	83	83	44	49
シルト (%)	9	17	10	9	43	28
粘土 (%)	5	10	7	8	13	23
有機炭素 (%)	2.5	1.5	1.1	0.4	0.5	3.4
pH	5.8	7.5	6.5	5.8	5.2	7.5
CEC (mVal/100g)	11.2	12.1	7.2	4	10	26
水分含量 (%)	1.58	1.49	0.80	0.41	1.75	5.2

試験方法：

準拠試験方法；OECD 106(1981 年版)、US EPA Guideline, Subdivision N, § 163-1(1982 年版)

試験濃度は被験物質の水溶解度が $5\mu\text{g/L}$ と低いことから、吸着及び脱着の Freundlich の等温試験は行わず、1 濃度について実施した。吸着試験は名目濃度 $2.5\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液で「土壌：水相=1：10(w/w)」として実施した。

吸着平衡試験； $2.5\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液を土壌 5g に 50ml を加え、遠沈管に入れ、密封して 1、2、4、8、16 及び 24 時間、暗所、 $21\pm 1^\circ\text{C}$ で振とう後、遠心分離して水相の放射能を液体シンチレーションカウンターにより測定した。平衡時間は 2 つの連続した時点における値の変動が 10% 以内であることとした。その結果(表 1)、6 土壌すべてにおいて、16 時間で平衡に達した。

表 1. 各種土壌における吸着平衡時間—経時吸着率 (%)

採取国名	ドイツ標準土壌			米国		カナダ
供試土壌	ULFA Speyer 2.2 F21997	Limburgerhof Bruch West	Limburgerhof Schlag Li35b	538-30-5	538-31-2	95024 RCN95012
土 性	砂土/壤質砂土	砂壤土	壤質砂土	壤質砂土	壤土	砂質埴壤土
振とう時間						
1	49.0	74.2	79.7	84.7	92.0	81.8
2	61.9	86.4	86.9	91.7	96.1	89.2
4	68.1	89.5	91.5	95.8	97.2	94.4
8	86.0	89.4	97.3	98.1	99.2	98.5
16	88.0	98.3	96.8	98.8	99.3	98.7
24	91.3	97.3	98.3	99.2	99.0	98.5

対照試験として、土壌の添加及び非添加による 24 時間振とうを行ない被験物質の回収率を検討した結果、試験容器壁面への付着は 35～55%の範囲であった。

吸着試験；2.5 $\mu\text{g/L}$ の 0.01M CaCl_2 溶液を土壌 5g に 50ml を加え、遠沈管に入れ、密封して 16 時間、暗所、 $21\pm 1^\circ\text{C}$ で振とう後、重量から容量を算出し、遠心分離して土壌中及び水相の放射能を液体シンチレーションカウンターにより測定した。

脱着試験；吸着試験における土壌試料に 0.01M CaCl_2 溶液を加えて 50ml とし、16 時間振とう後、遠心分離して水相を分析用とした。重量から容量を算出し、液体シンチレーションカウンターにより放射能を測定し、土壌中の水溶性残留成分を重量法により算出した。本操作は 2 回繰り返した。

脱着試験からの土壌をアセトニトリルで抽出し、放射能を測定し、土壌中の水溶性成分について重量法により算出した。さらに抽出後の土壌を 105°C で乾燥後燃焼して、 $^{14}\text{C}-\text{CO}_2$ を測定し、被験物質の土壌中の残留量を求めた。

物質収支；吸着試験及び脱着試験における溶液中の被験物質質量、土壌試料の抽出物及び抽出残渣の結果を計算に加えた。

試験結果：

吸着係数 (K_d) 及び土壌中の有機炭素含量に対応した吸着係数 (K_{oc}) は表 2. のとおりであった。

表 2. 土壌吸着係数

供試土壌		K_d	K_{oc}
ULFA Speyer 2.2 F21997	砂土/壤質砂土	98	3920
		103	4120
Limburgerhof Bruch West	砂壤土	530	35300
		369	24600
Limburgerhof Schlag Li35b	壤質砂土	457	41500
		378	34400
538-30-5	壤質砂土	574	143500
		513	128300
538-31-2	壤土	761	152200
		738	147600
95024 RCN95012	砂質埴壤土	840	24700
		245	7200

脱着係数 (Kdes) 及び土壌中の有機炭素含量に対応した脱着係数 (Kocdes) は表 3. のとおりであった。

表 3. 土壌脱着係数

供試土壌		Kdes	Kocdes
ULFA Speyer 2.2 F21997	砂土/壤質砂土	2078	83000
		3274	131000
Limburgerhof Bruch West	砂壤土	分析不能	-
Limburgerhof Schlag Li35b	壤質砂土	1108	101000
		8160	740000
538-30-5	壤質砂土	12298	3070000
		8183	2050000
538-31-2	壤土	8341	1670000
		8273	1660000
95024 RCN95012	砂質埴壤土	12988	380000
		12642	370000

物質収支は供試 6 土壌において 51~87%であった。この低い回収率は被験物質の水溶解度が極めて低く、吸着性が強いことによる容器壁面への吸着のためと考えられる。

以上より、被験物質は 6 土壌において強い吸着性を示し Koc は 3920~152000 であった。水溶解度が低いこと、及び土壌吸着性の強いことにより吸脱着試験における水相中濃度が極めて低くなり、その結果 Kd 及び Kdes 値が大きくなった。さらに被験物質初期濃度の 35~55%が試験容器壁面に付着することがみられた。この壁面付着を考慮すると、計算された Kd 値は実測値より 40~60%低いと考えられる。

3-5a. ピラクロストロビンの 4 土壌における浸透移行性(カラムリーチング試験)

(代謝・分解 10-1)

試験機関: BASF 農業研究所(ドイツ)

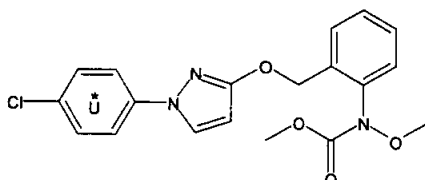
[GLP 対応]

報告年: 1998 年

供試化合物:

¹⁴C-標識 BAS500F;

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate



放射化学的純度:

比放射能:

標識位置設定理由:

供試土壌: 下記の 4 種類の土壌を試験に使用した。

供試土壌	標準土壌 LUFA Spayer 2.1	標準土壌 LUFA Spayer 2.2	Li35B	Bruch West
土 性	砂 土	壤質砂土	壤質砂土	砂 壤 土
構成比:				
砂 (%)	93	86	84	69
シルト (%)	4	9	11	18
粘土 (%)	3	5	5	13
有機炭素 (%)	0.5	2.1	1.0	2.0
pH (CaCl ₂)	5.4	5.4	6.5	7.5
CEC (mVal/100g)	4.3	12.2	6.8	15.6
最大容水量*	820	36	30	44
水分量 (%)	1.4	6.3	5.0	8.6

* 乾土 100g 当りの水の量 (g)

試験方法:

各試験土壌の水分を最大容水量の 40% に調整し, ¹⁴C-標識被験物質を添加して乾土換算当り約 0.5ppm (処理量 250g A. l. /ha 相当) の処理土壌を調製した (以下「処理土壌」とする)。この処理土壌の 1 部について燃焼により総放射能残留量 (TRR) を測定した。無処理区として ¹⁴C-標識被験物質を添加しない土壌を調製した。

風乾して粒径 < 2mm に篩別した無処理土壌を内径 50mm で 60mm 間隔で 5 つの分画に仕切られたガラスカラムに約 27cm の高さまで充填し, このカラムを 0.01M CaCl₂ 水溶液を入れた 2L メスシリンダー内に設置して水溶液をカラム下部からカラム中の土壌表面まで浸透させカラム中土壌の水分を飽和させた。このカラムの上部に各処理土壌約 100g を充填後, 0.01M CaCl₂ 水溶液

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 アグロ株式会社にある。

393mL (降水量 200mm 相当) を灌水し、それぞれ約 100mL の浸出液分画を 2 日間かけて集めた (4 分画)。浸出期間中は遮光のためにカラム及び浸出液受器をアルミニウムフイルで覆った。浸出完了後、各浸出液について液体シンチレーションカウンティングにより放射能を測定した。

土壌の各分画については、室温で風乾後燃焼により残留放射能 (RRR) を測定した。5%TRR を超える土壌試料については、抽出物についてラジオ HPLC で分析すると共に LSC で放射能を測定した。抽出後の土壌試料については、燃焼により残留放射能を測定した。

試験結果：

浸出液中には、標準土壌 LUFA2.1 の 3 番目の浸出液中に最大 0.02%TAR (総投与放射能に対する%) が検出されたが、他の全ての土壌並びに浸出液中に放射能は検出されなかった。

浸出後における供試 4 土壌の各分画中の放射能は、「表 1」にみられるようにカラム上部の分画 1 に大部分が検出され、分画 2 の放射能は 4 土壌を通じて最大でも 8.7%TAR で、分画 3 以降の分画には検出されなかった。

表 1. 浸出後の土壌分画中の放射能

供試土壌	土壌分画	カラム 1	カラム 2	カラム 3
標準土壌 LUFA 2.1	1 (上位)	---	93.1	95.4
	2	---	7.2	8.7
	3~6	---	検出せず	検出せず
合 計		---	100.3	104.1
標準土壌 LUFA 2.2	1 (上位)	---	96.2	103.0
	2	---	2.6	1.8
	3~6	---	検出せず	検出せず
合 計		---	98.8	104.8
Li35b	1 (上位)	---	93.3	95.1
	2	---	3.1	3.3
	3~6	---	検出せず	検出せず
合 計		---	96.4	98.4
Bruch West	1 (上位)	---	94.4	99.0
	2	---	2.2	1.8
	3~6	---	検出せず	検出せず
合 計		---	96.6	100.8

注：・数値は総投与放射能に対する% (%TAR)

・「カラム 1」は無処理区土壌

放射能が検出された分画試料について抽出し、抽出可能放射能 (ERR) 及び非抽出性放射能 (RRR) を測定した結果を「表 2」にまとめた。

結果に見られるように、ERR は 27.6~45.3%TRR、RRR は 42.4~67.4%TRR であった。

抽出物について HPLC で分析した結果、HPLC クロマトグラムは大部分が未変化の被験物質であることを示していた。幾つかのマイナーな放射性成分が認められたが量が少なかったため同定できなかった。

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 アグロ株式会社にある。

表 2. 抽出結果

供試土壌		カラム 2		カラム 3	
		分 画 1	分 画 2	分 画 1	分 画 2
標準土壌 LUFA 2.1	抽出 (ERR)	44.6	23.0	45.3	21.3
	非抽出 (RRR)	52.2	35.9	49.8	31.9
	合 計	96.8	58.9	95.1	53.2
標準土壌 LUFA 2.2	抽出 (ERR)	43.8	---	41.7	---
	非抽出 (RRR)	67.4	---	54.8	---
	合 計	111.2	---	96.5	---
Li35b	抽出 (ERR)	27.6	---	32.2	---
	非抽出 (RRR)	63.9	---	60.7	---
	合 計	91.5	---	92.9	---
Bruch West	抽出 (ERR)	39.1	---	44.8	---
	非抽出 (RRR)	49.9	---	42.4	---
	合 計	89.0	---	87.2	---

注：数値は総放射活性残留量に対する% (%TRR)

以上、4 種の土壌について行ったカラムリーチング試験の結果、被験物質は土壌カラムの上位分画のみに検出され、下位分画及び浸出液中には検出されなかったことから、被験物質は土壌中において浸透移行性はないと判断された。

3-5b. ピラクロストロビンの土壌における浸透移行性(30 日間熟成後のカラムリーチング試験)
(代謝・分解 10-2)

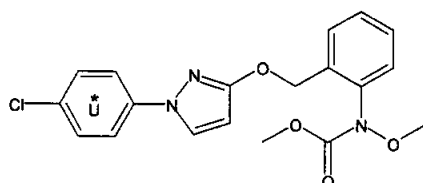
試験機関: BASF 農業研究所(ドイツ)
[GLP 対応]

報告年: 1998 年

供試化合物:

¹⁴C-標識 BAS500F;

Methyl-N-[[[1-(4-chlorophenyl)pyrazol-3-yl]oxy]-o-tolyl]-N-methoxycarbamate



放射化学的純度:

比放射能:

標識位置設定理由:

供試土壌: 下記の土壌を試験に使用した

(申請者注: この土壌は「代謝・分解 10-1」のリーチング試験に供された 4 土壌の内の 1 つである).

供試土壌	標準土壌 LUFA Spayer 2.1
土 性	砂 土
構成比:	
砂 (%)	93
シルト (%)	4
粘土 (%)	3
有機炭素 (%)	0.5
pH (CaCl ₂)	5.4
CEC (mVal/100g)	4.3
最大容水量*	820
水分量 (%)	1.4

* 乾土 100g 当りの水の量 (g)

試験方法:

各試験土壌の水分を最大容水量の 40% に調整し, ¹⁴C-標識被験物質を添加して乾土換算当り約 0.5ppm (処理量 250g A. l. /ha 相当) の処理土壌を調製した (以下「処理土壌」とする). この処理土壌を 20±2°C で飽和湿度の空気を低流量で通気する好気条件下で 30 日間インキュベート (熟成) した. この期間中, 揮発性成分及び ¹⁴CO₂ を吸収液で捕集した. 熟成期間終了後, 処理土壌の 1 部について燃焼により総放射能残留量 (TRR) を測定した. 無処理区として ¹⁴C-標識被験物質を添加しない土壌を調製した.

風乾して粒径<2mmに篩別した無処理土壌を内径 50mm で 60mm 間隔で 5 つの分画に仕切られたガラスカラムに約 27cm の高さまで充填し、このカラムを 0.01M CaCl_2 水溶液を入れた 2L メスシリンダー内に設置して水溶液をカラム下部からカラム中の土壌表面まで浸透させカラム中土壌の水分を飽和させた。このカラムの上部に処理土壌約 100g を充填後、0.01M CaCl_2 水溶液 393mL (降水量 200mm 相当) を灌水し、それぞれ約 100mL の浸出液分画を 2 日間かけて集めた(4 分画)。浸出期間中は遮光のためにカラム及び浸出液受器をアルミニウムフイルで覆った。浸出完了後、各浸出液について液体シンチレーションカウンティングにより放射能を測定した。

土壌の各分画については、室温で風乾後燃焼により残留放射能 (RRR) を測定した。5%TRR を超える土壌試料については、抽出物についてラジオ HPLC で分析すると共に LSC で放射能を測定した。抽出後の土壌試料については、燃焼により残留放射能を測定した。

試験結果：

浸出液中に放射能は検出されなかった。

浸出後における各分画中の放射能は、「表 1」にみられるようにカラム上部の分画 1 に大部分(88～94%)が検出され、分画 2 の放射能は約 2%TAR で、分画 3 以降には検出されなかった。

表 1. 浸出後の土壌分画中の放射能

供試土壌	土壌分画	カラム 1	カラム 2	カラム 3
標準土壌 LUFA 2.1	1 (上位)	---	87.7	94.1
	2	---	2.1	2.2
	3～6	---	検出せず	検出せず

注：・数値は総投与放射能に対する% (%TAR)

・「カラム 1」は無処理区土壌

放射活性が検出された分画 1 試料について で 3 回抽出し、抽出可能放射能 (ERR) 及び非抽出性放射能 (RRR) を測定した結果を「表 2」にまとめた。

表 2. 抽出結果

供試土壌		カラム 2 (分画 1)	カラム 3 (分画 1)
標準土壌 LUFA 2.1	抽出 (ERR)	54.3	48.3
	非抽出 (RRR)	45.6	40.6
	合 計	99.9	88.9

注：数値は総放射能残留量に対する% (%TRR)

結果に見られるように、ERR は 48～54%TRR、RRR は 41～46%TRR であった。抽出物について HPLC で分析した結果、HPLC クロマトグラムは大部分が未変化の被験物質であるが、幾つかのマイナーな放射性成分の存在を示した。各成分について HPLC/MS で同定した結果、以下の結果が得られた。

表 3. 残留成分の同定結果

LC/MS 同定化合物	面積(%)*	申請者注
被験物質 BAS 500 F	100	未変化親化合物
	22	分解物 M01
	3	分解物 M02

* BAS 500 F のピーク面積に対する比率

揮発性成分及び $^{14}\text{CO}_2$ 捕集用の吸収液中の放射能は <0.1% であった。

以上、被験物質添加後 30 日間熟成した土壌について行ったカラムリーチング試験の結果は非熟成土壌での試験結果(代謝・分解 10-1)と同様に、被験物質は土壌カラムの上位分画のみに検出され、下位分画及び浸出液中には検出されなかった。分画中の残留成分は大部分が未変化の親化合物で、分解物としては M01 と微量の M02 が検出された。この結果より、被験物質及びその分解物は土壌中において浸透移行性はないと判断された。