

IX. 動植物及び土壌等における代謝分解

<代謝分解試験一覧表>

資料 No.	試験の種類	供試動植物等	投与方法・処理量	結果の概要	試験場所 (報告年)	記載頁
代謝 1	動物体内運命試験 (全血の薬動力学試験)	ラット	単回経口 1,10mg/kg	ピリミジフェンはラットに急速に吸収され、投与4日以内に総投与量の90%以上が尿、糞中に排泄された。ピリミジフェンの吸収率は90%以上であり、蓄積性は認められなかった。	ABC Laboratories, Inc. (1993年)	193
	動物体内運命試験 (経時的組織分布試験)		単回経口 1,10mg/kg			195
	動物体内運命試験 (吸収、分布、排泄、胆汁排泄及び代謝試験)		単回経口 1,10mg/kg 反復経口 1mg/kg			200
代謝 2	植物体内運命試験	みかん	葉面塗布 果実塗布	果実処理及び葉面処理のいずれにおいても、ピリミジフェンは急速に分解し、可食部への放射能の移行性もわずかであった。主要な代謝物は検出されなかった。また、土壌からの放射能の移行も極めてわずかであった。	三共株式会社 農薬研究所 (1992年)	208
代謝 3	植物体内運命試験	りんご	葉面塗布 果実塗布			233
代謝 4	植物体内運命試験 (土壌からの吸収移行性)	大豆	土壌混和 0.2ppm	ピリミジフェンは非滅菌土壌中で微生物分解を受け最終的ににまで分解された。主代謝物はであった。滅菌土壌中では分解は生じなかった。	ABC Laboratories, Inc. (1993年)	261
代謝 5	土壌中運命	土壌 非滅菌	土壌混和 1ppm	蒸留水:0.86~1.15時間 (東京春太陽光換算値 5.98~8.00時間) 自然水:1.13~3.55時間 (東京春太陽光換算値 7.86~24.7時間) 主要光分解物はであった。	ABC Laboratories, Inc. (1993年)	264
代謝 6	土壌における代謝	土壌 滅菌 非滅菌	土壌混和 1ppm			268
代謝 7 GLP	水中光分解運命試験	蒸留水 自然水	0.99ppm~ 1.10ppm	蒸留水:0.86~1.15時間 (東京春太陽光換算値 5.98~8.00時間) 自然水:1.13~3.55時間 (東京春太陽光換算値 7.86~24.7時間) 主要光分解物はであった。	Huntingdon Life Sciences Ltd., (2008年)	273
代謝 8	太陽光における分解	—	0.044 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	ピリミジフェンはガラス板上でにまで分解した。植物代謝試験で葉の表面に認められたを検出した。	三共株式会社 農薬研究所 (1992年)	279
代謝 9	太陽光における分解	—	0.25 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$			280

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

<環境に係る試験一覧表>

資料 No.	試験の種類	供試動植物等	試験項目・試験方法等	試験結果の概要	試験機関 (報告年)	記載頁
環境 1	土壌吸着性	畑地土壌 4 種	-	$K_{ads, POC}$ の値は、4516 ~ 64149 となり、高い土壌吸着性が認められた。	(財)日本食品分析センター (1992 年)	282
環境 2	加水分解性	緩衝液 pH 4.0 pH 7.0 pH 9.0	1 ppm の試験液を調製し、50°C に維持して経時的に分析した。	5 日間での分解率は 1.0% (pH 4.0)、5.4% (pH 7.0)、5.2% (pH 9.0) であった。	(株)UBE 科学分析センター (1991 年)	284
環境 3	水中光分解	超純水 河川水 人工光源	2ppm の試験液を調製し、人工光源で照射し、経時的に分析した。	光照射下比較的速やかに分解した。半減期は、超純水で 38.0 時間、河川水で 41.3 時間であった。	(株)UBE 科学分析センター (1991 年)	285
環境 4	魚類濃縮性	コイ	ピリミシフェン 0.05、0.5ppb の薬液に供試魚を飼育後、分析した。	濃縮係数は 0.05ppb で 320~450、0.5ppb で 110~140 であり蓄積性は低かった。	(財)日本食品分析センター (1993 年)	286

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリミジフェン及び代謝物一覧(II)

記号	由来	略 称	化 学 構 造 式	化 学 名

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリミジフェン及び代謝物一覧(Ⅲ)

記号	由来	略 称	化 学 構 造 式	化 学 名

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

1. 動物体内運命に関する試験

(1) ラット体内における代謝試験(全血の薬動力学試験)

(資料 No.代謝1)

試験機関 ABC Laboratories, Inc. (米国)

報告書作成年 1993 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名; 5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

供試動物: Fischer F-344 系ラット 7 週令 体重 雄 135~152g 雌 110~124g

1 群雌雄各 4 匹(対照; 雌雄各 1 匹)

方法: ピリミジフェン を 1.0mg/kg 及び

10.0mg/kg の投与量で単回経口投与した。

投与後、血液(尾静脈より)、尿、糞を下記の時間に採取し、放射能を測定した。

血液; 投与後 1、2、4、6、8、24、48 時間、3、4 及び 5 日

尿、糞; 投与後 8、24、48 時間、3、4 及び 5 日

但し、10.0mg/kg 投与群は血液、尿及び糞の採集を投与後 4 日で終了した。

用量設定根拠; ピリミジフェンのラットにおける 90 日間亜急性毒性試験での影響レベルは、雄で 8.74mg/kg/day、雌で 9.43mg/kg/day であった。投与量は、高用量として 10mg/kg を、低用量としてその 1/10 の 1mg/kg を設定した。この用量は、雄では無作用量(NOEL)以下、雌では NOEL よりやや高い。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結果:結果の概要を下表に示した。

投与量	性	検査 試料	単 位	時 間									
				1	2	4	6	8	24	48	3日	4日	5日
1回投与 1mg/kg	雄 雌	血液	濃度(μ g親化 合物換算/ml)	0.26	0.44	0.57	0.68	0.72	0.42	0.16	0.05	0.02	0.01
				0.28	0.42	0.63	0.69	0.74	0.50	0.32	0.17	0.10	0.02
	雄 雌	尿 糞	排泄率 (投与量%)	0-8	8-24	24-48	48-3日	3-4日	4-5日	累積(0-5日)			
				7.76	18.01	7.81	3.40	1.43	0.84	39.25	89.51		
				0.66	24.48	16.72	5.29	2.29	0.83	50.26			
				1.50	13.58	9.43	3.29	2.02	1.01	30.82	93.98		
3.34	36.32	13.97	5.97	2.48	1.09	63.16							
1回投与 10mg/kg	雄 雌	血液	濃度(μ g親化 合物換算/ml)	1.18	1.23	2.18	3.08	3.87	3.17	1.22	0.71	0.13	—
				1.58	1.45	2.14	2.89	3.73	4.75	2.10	0.82	0.49	—
	雄 雌	尿 糞	排泄率 (投与量%)	0-8	8-24	24-48	48-3日	3-4日	4-5日	累積(0-4日)			
				6.52	24.67	6.91	2.67	0.85	—	41.41	87.59		
				1.95	25.41	13.66	3.80	1.36	—	46.18			
				2.70	12.89	8.46	4.20	1.52	—	29.75	99.77		
0.38	34.35	27.08	5.74	2.47	—	70.02							

10mg/kg 投与群では投与後4日で投与放射能の87%以上が、1mg/kg 投与群では投与後5日で89%以上が尿・糞中に排泄され、本剤の排泄は速やかであることが認められた。また、血中濃度から次のパラメーターを算出した。

投与群	性	最高血中濃度 Cmax(μ g/ml)	最高血中濃度 到達時間 Tmax(hr)	消失半減期 T _{1/2} (hr)	血中薬物濃度下面積 AUC(0~ ∞) (ppm·hr)
1mg/kg	雄	0.6989	8.0818	16.3303	23.76
	雌	0.7382	8.7401	20.8787	29.68
10mg/kg	雄	3.7730	13.5070	9.3282	131.94
	雌	4.6771	17.0020	12.6607	231.71

血中濃度は、親化合物換算濃度

10mg/kg 投与群の最高血中濃度到達時間は1mg/kg 投与群より長かった。これは、10mg/kg 投与群での吸収速度が1mg/kg 投与群より遅く、消失速度が速いことによると考えられる。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(2) ラット体内における代謝試験(経時的組織分布試験)

(資料 No.代謝1)

試験機関 ABC Laboratories, Inc. (米国)

報告書作成年 1993 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

供試動物:Fischer F-344 系ラット 7週令 体重 雄 125~150g 雌 107~130g

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

方 法:ピリミジフェン

を 1.0mg/kg 及び 10.0mg/kg の投与量で単回経口投与した。

投与後、最高血中濃度到達時間(T_{max})、24時間及び48時間に動物を屠殺し、尿、糞及び下記試料を採取し、放射能を測定した。

採取試料;副腎、骨、骨髄、血球、脳、消化管、心、腎、肝、肺、卵巣、下垂体、血漿、骨格筋、皮膚、脾、精巣、甲状腺、胸腺、子宮、白色脂肪

また、肝及び血漿中の代謝物の同定を行なった。

供試動物数は次のとおりである。

標識化合物	投与量	動物	屠 殺 時 期		
			T _{max}	24 時間後	48 時間後
標識 ピリミジフェン	1mg/kg	対照	雄 1、雌 1	雄 1、雌 1	雄 1、雌 1
		投与	雄 3、雌 3	雄 2、雌 2	雄 2、雌 2
	10mg/kg	対照	雄 1、雌 1	雄 1、雌 1	雄 1、雌 1
		投与	雄 3、雌 3	雄 2、雌 2	雄 2、雌 2
標識 ピリミジフェン	1mg/kg	対照	—	—	—
		投与	雄 3、雌 3	—	—
	10mg/kg	対照	雄 1、雌 1	—	—
		投与	雄 3、雌 3	—	—

注) T_{max} は前述の「全血の薬動力学試験」より、1mg/kg 投与では 8.4 時間、10mg/kg 投与では 15.3 時間とした。

用量設定根拠;

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結 果:結果の概要を下表に示した。

投与量	検査 試料	標識トリミジフェン						標識トリミジフェン	
		T _{max} (8.4 時間)		24 時間		48 時間		T _{max} (8.4 時間)	
		雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
1 mg/kg	糞	1.90	0.16	29.73	35.14	37.98	45.10	1.34	0.07
	尿	9.15	2.29	18.68	12.40	26.80	18.40	9.29	3.73
	副腎	0.01 (0.30)	0.02 (0.39)	0.01 (0.21)	0.02 (0.37)	<0.01 (0.08)	0.01 (0.13)	0.01 (0.19)	0.02 (0.31)
	血球	1.04 (0.40)	1.07 (0.40)	0.55 (0.21)	0.92 (0.35)	0.29 (0.10)	0.37 (0.14)	0.84 (0.31)	1.08 (0.42)
	骨	1.43 (0.13)	1.71 (0.16)	0.89 (0.08)	1.16 (0.11)	0.30 (0.03)	0.45 (0.04)	1.38 (0.12)	1.64 (0.15)
	骨髄	<0.01 (0.26)	<0.01 (0.26)	<0.01 (0.12)	<0.01 (0.21)	<0.01 (0.04)	<0.01 (0.03)	<0.01 (0.31)	<0.01 (0.22)
	脳	0.05 (0.05)	0.07 (0.06)	0.03 (0.03)	0.04 (0.03)	0.01 (0.01)	0.02 (0.01)	0.04 (0.03)	0.05 (0.05)
	ケージ洗浄	2.22	0.57	0.63	0.18	0.30	0.74	4.25	0.80
	消化管	46.71 (5.19)	54.76 (5.39)	17.82 (1.44)	19.33 (1.47)	7.38 (0.61)	9.87 (0.79)	45.28 (4.56)	56.27 (5.42)
	心	0.24 (0.60)	0.29 (0.70)	0.12 (0.32)	0.16 (0.43)	0.05 (0.13)	0.08 (0.20)	0.18 (0.46)	0.24 (0.66)
	腎	0.72 (0.70)	0.83 (0.80)	0.42 (0.39)	0.55 (0.51)	0.19 (0.17)	0.27 (0.26)	0.64 (0.58)	0.86 (0.86)
	肝	9.58 (2.02)	13.86 (3.07)	6.06 (1.14)	10.08 (1.97)	2.62 (0.46)	4.37 (0.83)	9.58 (1.88)	12.66 (2.79)
	肺	0.30 (0.48)	0.37 (0.62)	0.16 (0.27)	0.30 (0.41)	0.06 (0.10)	0.10 (0.16)	0.24 (0.40)	0.34 (0.52)
	卵巣		0.03 (0.37)		0.02 (0.29)		0.01 (0.12)		0.03 (0.35)
	下垂体	<0.01 (0.33)	<0.01 (0.38)	<0.01 (0.11)	<0.01 (0.18)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.07)	<0.01 (1.15)	<0.01 (0.23)
	血漿	5.51 (2.11)	5.24 (2.00)	2.52 (0.96)	3.66 (1.39)	0.94 (0.34)	1.53 (0.57)	3.86 (1.44)	4.83 (1.86)
	骨格筋	7.76 (0.18)	9.04 (0.21)	4.14 (0.09)	5.16 (0.12)	1.90 (0.04)	1.91 (0.04)	6.19 (0.14)	7.94 (0.18)
	皮膚	4.85 (0.24)	6.86 (0.34)	3.39 (0.17)	4.24 (0.21)	1.71 (0.08)	2.14 (0.10)	4.02 (0.20)	5.58 (0.28)
	脾	0.05 (0.17)	0.05 (0.19)	0.03 (0.10)	0.04 (0.13)	0.01 (0.04)	0.01 (0.05)	0.04 (0.12)	0.05 (0.16)
	精巣	0.30 (0.22)		0.18 (0.12)		0.08 (0.05)		0.30 (0.23)	
	胸腺	0.04 (0.15)	0.04 (0.16)	0.02 (0.10)	0.04 (0.14)	0.01 (0.04)	0.02 (0.05)	0.03 (0.13)	0.04 (0.18)
	甲状腺	<0.01 (0.38)	0.01 (0.48)	<0.01 (0.19)	<0.01 (0.28)	<0.01 (0.07)	<0.01 (0.11)	<0.01 (0.36)	<0.01 (0.39)
	子宮		0.12 (0.44)		0.06 (0.22)		0.02 (0.10)		0.12 (0.50)
白色脂肪	1.02 (0.14)	1.09 (0.16)	0.64 (0.09)	0.86 (0.12)	0.27 (0.04)	0.40 (0.05)	0.83 (0.11)	0.97 (0.14)	
合計	92.88	98.48	86.02	94.36	80.90	85.82	88.34	97.32	

数値は投与放射能に対する割合(%)、 ()内の数値は親化合物換算濃度 (ppm)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

投与量	検査試料	標識ピリジフェン						標識ピリジフェン	
		T _{max} (15.3 時間)		24 時間		48 時間		T _{max} (15.3 時間)	
		雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
10 mg/kg	糞	5.35	7.14	25.05	33.58	39.99	60.85	2.37	0.95
	尿	16.52	6.92	17.35	11.33	30.98	18.66	14.17	6.27
	副腎	0.01 (2.76)	0.02 (3.41)	0.01 (1.53)	0.01 (1.98)	<0.01 (0.65)	0.01 (1.15)	0.01 (2.06)	0.01 (2.38)
	血球	0.59 (2.27)	1.03 (3.95)	0.57 (2.11)	0.69 (2.54)	0.23 (0.79)	0.29 (1.05)	0.69 (2.66)	0.63 (2.39)
	骨	1.10 (1.02)	1.34 (1.24)	0.79 (0.71)	1.03 (0.91)	0.26 (0.22)	0.38 (0.34)	1.34 (1.24)	1.33 (1.21)
	骨髄	<0.01 (1.22)	<0.01 (1.65)	<0.01 (0.78)	<0.01 (1.98)	<0.01 (0.00)	<0.01 (0.00)	<0.01 (2.45)	<0.01 (1.58)
	脳	0.05 (0.46)	0.05 (0.50)	0.01 (0.12)	0.04 (0.27)	0.01 (0.11)	0.02 (0.11)	0.03 (0.31)	0.04 (0.32)
	ケーシング洗浄	0.46	0.20	0.59	0.20	0.94	0.77	1.30	0.78
	消化管	39.64 (37.84)	46.70 (45.87)	21.32 (18.39)	26.83 (21.14)	7.10 (5.33)	9.08 (7.17)	42.45 (43.91)	54.49 (53.38)
	心	0.13 (3.64)	0.19 (4.73)	0.10 (2.46)	0.13 (3.02)	0.05 (1.10)	0.06 (1.62)	0.14 (3.50)	0.14 (3.84)
	腎	0.40 (3.89)	0.51 (5.03)	0.29 (2.67)	0.36 (3.13)	0.14 (1.28)	0.20 (1.87)	0.35 (3.62)	0.37 (3.72)
	肝	6.07 (13.30)	8.50 (20.77)	4.61 (8.33)	6.64 (12.40)	2.48 (4.15)	3.82 (6.62)	5.22 (12.37)	7.64 (18.13)
	肺	0.23 (3.86)	0.31 (5.25)	0.15 (2.37)	0.19 (2.95)	0.05 (0.88)	0.09 (1.32)	0.20 (3.39)	0.27 (4.08)
	卵巣		0.03 (3.86)		0.02 (1.98)		0.01 (1.01)		0.02 (2.68)
	下垂体	<0.01 (1.75)	<0.01 (3.37)	<0.01 (0.60)	<0.01 (0.00)	<0.01 (0.00)	<0.01 (0.40)	<0.01 (3.16)	<0.01 (2.68)
	血漿	3.21 (12.43)	4.83 (18.52)	2.13 (7.96)	2.86 (10.60)	1.23 (4.31)	1.26 (4.67)	3.10 (11.95)	3.35 (12.60)
	骨格筋	4.80 (1.10)	5.88 (1.34)	3.93 (0.87)	3.91 (0.86)	1.48 (0.31)	1.84 (0.41)	4.28 (0.98)	5.32 (1.20)
	皮膚	4.11 (2.06)	4.46 (2.24)	2.90 (1.42)	3.55 (1.72)	1.58 (0.73)	1.70 (0.83)	3.44 (1.72)	5.07 (2.52)
	脾	0.03 (1.29)	0.03 (1.53)	0.03 (0.79)	0.03 (0.94)	0.01 (0.31)	0.02 (0.49)	0.03 (1.00)	0.03 (1.13)
	精巣	0.23 (1.63)		0.17 (1.15)		0.07 (0.45)		0.20 (1.49)	
	胸腺	0.01 (0.82)	0.04 (1.59)	0.02 (0.85)	0.04 (1.21)	0.01 (0.38)	0.01 (0.46)	0.02 (1.02)	0.03 (1.36)
	甲状腺	<0.01 (2.41)	<0.01 (3.37)	<0.01 (1.71)	<0.01 (1.82)	<0.01 (0.51)	<0.01 (0.80)	<0.01 (2.27)	<0.01 (2.40)
	子宮		0.07 (3.46)		0.08 (2.55)		0.03 (0.71)		0.07 (2.52)
	白色脂肪	0.79 (1.12)	0.78 (1.11)	0.55 (0.75)	0.65 (0.88)	0.23 (0.29)	0.31 (0.42)	0.64 (0.90)	0.78 (1.09)
合計	83.73	89.03	80.57	92.17	86.84	99.41	79.98	87.59	

数値は投与放射能に対する割合(%、 ()内の数値は親化合物換算濃度 (ppm)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(3) ラット体内における代謝試験

(吸収、分布、排泄、胆汁排泄及び代謝試験)

(資料 No.代謝1)

試験機関 ABC Laboratories, Inc. (米国)

報告書作成年 1993 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

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三井化学アグロ株式会社にある。

供試動物:Fischer F-344 系ラット

単回投与試験;7週令、1群雌雄各5匹 (対照;雌雄各1匹)、

体重 雄 119.0~152.1g、雌 97.1~115.2g

反復投与試験;5週令、1群雌雄各5匹 (対照;雌雄各1匹)、

体重 雄 48.1~68.9g、雌 52.1~63.6g

胆汁排泄試験;8~9週令、1群雌雄各3匹 (対照;雌雄各1匹)、

体重 雄 181.7~204.4g、雌 178.4~185.0g

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

方 法:[単回経口投与]

ピリミジフェン

を 1.0mg/kg 及び 10.0mg/kg の投与量でラットに単回経口投与した。

[反復経口投与]

非標識ピリミジフェンを 1.0mg/kg の投与量でラットに毎日 1 回 14 日間経口投与後、
標識ピリミジフェンを含むピリミジフェンを 15 日目に 1.0mg/kg の投与量で単
回経口投与した。

[胆汁排泄]

胆管カニューレを装着したラットに 標識ピリミジフェンを含むピリミジフェンを
1.0mg/kg 及び 10mg/kg の投与量で単回経口投与した。

[試料採取及び分析]

投与後 8、24、48 時間、3、4、5 日に尿及び糞を採取し放射能を測定した。

投与後 5 日にラットを屠殺し、下記試料を採取し、放射能を測定した。

採取試料;副腎、骨、骨髄、血球、脳、消化管、心、腎、肝、肺、卵巣、下垂体、血漿、
骨格筋、皮膚、脾、精巣、甲状腺、胸腺、子宮、白色脂肪、カーカス但し、胆汁排泄試験ラッ
トは、最終投与後 8、24 及び 48 時間に胆汁を採取し放射能を測定した。採取後ラットを屠殺
し消化管、尿及び糞を採取し放射能を測定した。

採取した尿、糞、肝及び胆汁を対象として HPLC 及び LC/MS を用い代謝物の同定、定量を
行なった。なお、糞及び肝は有機溶媒抽出物を試料とした。

放射能の抽出率はいずれも 90%以上であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結果:結果の概要を下表に示した。

[経時的排泄率]

標識化合物	投与量	性	検査試料	投与後時間						累積	
				0-8	8-24	24-48	48-72	72-96	96-120	0-120	
標識 ピリミジフェン	1回投与 1mg/kg	雄	尿	16.15	8.83	8.82	2.45	1.40	0.61	38.26	99.90
			糞	2.27	29.73	20.65	6.01	2.18	0.80	61.64	
		雌	尿	6.15	9.22	5.29	3.24	1.96	0.95	26.81	
			糞	1.17	39.73	21.27	4.72	2.80	1.37	71.06	
	1回投与 10mg/kg	雄	尿	7.79	19.81	7.96	3.36	1.48	0.70	41.10	98.71
			糞	1.58	26.90	19.28	6.79	1.90	1.16	57.61	
		雌	尿	3.19	11.43	7.10	3.45	1.87	1.03	28.07	
			糞	0.67	39.57	16.15	5.12	2.82	1.45	65.78	
	15回投与 1mg/kg	雄	尿	15.00	19.22	9.14	3.42	1.81	0.91	49.50	96.66
			糞	0.25	25.49	11.67	6.09	2.40	1.26	47.16	
		雌	尿	4.36	11.58	8.13	3.42	1.98	1.25	30.72	
			糞	1.52	34.37	14.71	7.17	3.73	2.27	63.77	
標識 ピリミジフェン	1回投与 1mg/kg	雄	尿	15.80	16.22	6.98	3.94	2.39	1.02	46.35	100.07
			糞	0.14	28.08	13.70	7.58	2.84	1.38	53.72	
		雌	尿	3.37	10.39	6.73	4.15	2.71	1.69	29.04	
			糞	0.40	41.39	16.54	5.60	3.73	2.30	69.96	
	1回投与 10mg/kg	雄	尿	9.16	18.15	6.30	2.53	1.02	0.66	37.82	102.10
			糞	3.52	34.39	14.72	8.30	2.39	0.96	64.28	
		雌	尿	2.87	4.96	5.35	4.14	1.99	1.38	20.69	
			糞	0.54	31.00	18.65	15.99	3.40	1.55	71.13	

数値は投与放射能に対する割合(%)

単回投与、反復投与とも投与後4日以内に総投与量の90%以上が尿及び糞中に排泄された。雌雄ラットとも尿よりも糞中排泄が多かった。投与量の大部分は投与後5日までに排泄された。

[胆汁排泄、投与後48時間、 標識ピリミジフェン]

投与量	性	検査試料						合計
		胆汁	尿	糞	消化管	ケージ洗浄	カーカス	
1回投与 1mg/kg	雄	79.35	9.52	4.11	0.46	<0.01	1.53	94.97
	雌	108.19	1.70	2.03	0.16	<0.01	1.10	113.18
1回投与 10mg/kg	雄	81.40	9.50	4.38	0.54	<0.01	1.44	97.26
	雌	103.34	0.95	2.69	0.34	<0.01	1.65	108.97

数値は投与放射能に対する割合(%)

胆汁中には雌雄とも総投与量の約80%以上が排泄され、腸肝循環が優勢であった。投与後48時間では、いずれの投与量においても雄は胆汁中に総投与量の約80%、尿中に約10%の放射能を排泄した。雌は胆汁中に約100%の放射能を排泄した。

このことから、ピリミジフェンのラット経口投与における吸収率は90%以上であると考えられる(申請者の算出に基づく)。いずれの投与群においても、投与後5日に各組織中に分布する量は総投与量の5%以下と僅かであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[組織内分布、投与後5日]

検査試料	標識ピリミジフェン						標識ピリミジフェン			
	1mg/kg 単回		10mg/kg 単回		1mg/kg 反復		1mg/kg 単回		10mg/kg 単回	
	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
尿	38.26	26.81	41.09	28.06	49.50	30.72	46.36	29.04	37.82	20.70
糞	61.64	71.06	57.61	65.79	47.16	63.76	53.73	69.95	64.27	71.13
揮発性物質 ^a			0.01	0.09					0.12	0.32
副腎	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.03)	<0.01 (0.11)	<0.01 (0.24)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.05)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.06)	<0.01 (0.13)	<0.01 (0.37)
血球	0.01 (0.01)	0.01 (0.02)	<0.01 (0.03)	<0.01 (0.08)	0.02 (0.02)	0.03 (0.03)	0.01 (0.01)	0.02 (0.04)	<0.01 (0.04)	0.01 (0.13)
骨	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	0.00 (0.03)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.07)
骨髓	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (—)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (—)	<0.01 (<0.01)
脳	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (—)	<0.01 (<0.01)
ケージ洗浄	0.03	0.04	0.22	0.25	0.01	0.02	0.10	0.14	0.36	2.06
消化管	0.32 (0.02)	0.73 (0.05)	0.35 (0.24)	0.60 (0.43)	0.89 (0.07)	1.55 (0.10)	0.74 (0.05)	1.67 (0.14)	0.52 (0.35)	0.94 (0.73)
心	<0.01 (0.01)	0.01 (0.02)	<0.01 (0.04)	<0.01 (0.12)	0.01 (0.01)	0.01 (0.03)	0.01 (0.02)	0.02 (0.05)	<0.01 (0.08)	0.01 (0.21)
腎	0.01 (0.01)	0.03 (0.02)	0.01 (0.08)	0.02 (0.21)	0.03 (0.02)	0.06 (0.04)	0.03 (0.02)	0.08 (0.07)	0.02 (0.11)	0.03 (0.29)
肝	0.16 (0.03)	0.42 (0.07)	0.12 (0.20)	0.31 (0.58)	0.41 (0.06)	0.96 (0.15)	0.38 (0.06)	1.13 (0.21)	0.20 (0.31)	0.45 (0.83)
肺	<0.01 (0.01)	0.01 (0.02)	<0.01 (0.04)	0.01 (0.12)	0.01 (0.01)	0.02 (0.03)	0.01 (0.01)	0.03 (0.04)	<0.01 (0.06)	0.01 (0.19)
卵巣		<0.01 (0.02)		<0.01 (0.13)		<0.01 (0.03)		<0.01 (0.04)		<0.01 (0.21)
下垂体	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (—)	<0.01 (—)	<0.01 (—)	<0.01 (<0.01)
血漿	0.01 (0.02)	0.02 (0.06)	<0.01 (0.14)	0.01 (0.41)	0.02 (0.04)	0.06 (0.10)	0.03 (0.03)	0.07 (0.14)	0.02 (0.21)	0.02 (0.54)
カーカス	0.33 (0.00)	0.66 (0.00)	0.42 (0.01)	0.54 (0.01)	0.93 (0.00)	1.32 (0.00)	0.63 (0.00)	1.62 (0.00)	0.54 (0.01)	1.23 (0.03)
骨格筋	<0.01 (<0.01)	0.01 (0.01)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.04)	<0.01 (<0.01)	0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	0.02 (0.02)	<0.01 (0.02)	0.01 (0.07)
皮膚	0.04 (0.02)	0.03 (0.01)	0.04 (0.14)	0.03 (0.09)	0.02 (0.01)	0.03 (0.02)	0.05 (0.03)	0.08 (0.04)	0.03 (0.10)	0.07 (0.30)
脾	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.05)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	0.01 (0.02)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.08)
精巣	<0.01 (<0.01)		<0.01 (0.02)		0.01 (0.01)		0.01 (0.01)		0.01 (0.03)	
胸腺	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.06)	<0.01 (0.00)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (0.02)	<0.01 (0.03)	<0.01 (0.09)
甲状腺	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.05)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.01)	<0.01 (<0.01)	<0.01 (0.02)	<0.01 (—)	<0.01 (<0.01)
子宮		<0.01 (0.01)		*		0.01 (0.02)		0.01 (0.03)		<0.01 (0.13)
白色脂肪	0.01 (0.01)	0.01 (0.01)	<0.01 (0.04)	<0.01 (0.07)	0.02 (0.01)	0.02 (0.02)	0.01 (0.01)	0.02 (0.02)	0.01 (0.07)	0.01 (0.10)
合計	100.82	99.85	99.87	95.71	99.04	98.58	102.10	103.91	103.92	97.00

数値は投与放射能に対する割合(%), ()内の数値は親化合物換算濃度 (ppm), — は検出限界以下

a 10mg/kg 投与群のみで実施(投与後 24 時間まで), * 試料採取不能

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[代謝物]

・尿 ;投与後 72 時間までの採取試料を用いた。尿中から同定された代謝物は次のとおりであった。

投与量	標識ピリミジフェン				標識ピリミジフェン			
	1mg/kg		10mg/kg		1mg/kg		10mg/kg	
性別	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
合計								

数値は投与量に対する割合(%)

・糞 ;投与後 72 時間までの採取試料を用いた。糞中から同定された代謝物は次のとおりであった。

投与量	標識ピリミジフェン				標識ピリミジフェン			
	1mg/kg		10mg/kg		1mg/kg		10mg/kg	
性別	雄	雌	雄	雌	雄	雌	雄	雌
ピリミジフェン	1.41	2.38	2.18	1.25	1.93	2.40	1.68	2.56
合計								

数値は投与量に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

・胆汁;投与後 8、24 及び 48 時間の採取試料を用いた。

胆汁中から同定された代謝物は次のとおりであった。

[標識ピリミジフェン、10mg/kg 投与:雄]

代謝物	投 与 後 時 間		
	8 時間	24 時間	48 時間

a グルクロン酸抱合体を含む。

・肝 ;肝からは、 が同定された。

ピリミジフェンの主要代謝物は

であり、これらは排泄物、胆汁及び肝中から認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリミジフェンのラットにおける推定代謝分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

2. 植物体内運命に関する試験

(1) みかんにおける代謝試験

(資料 No.代謝2)

試験機関 三共(株)農薬研究所

報告書作成年 1992 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

方法: 標識ピリミジフェンまたは 標識ピリミジフェンを 20%含む水和剤(DF)を作製し、水で 8000 倍に希釈しみかんの葉の表裏に 0.8mL 塗布した。処理量は、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン処理区 /区(葉 3~4 枚)、
 標識ピリミジフェン処理区 /区(葉 3~4 枚)であった。処理直後、1
 日、3日、6日、15日、30日、60日及び90日後に処理葉を採取し、放射能及びピリミジフェ
 ン量を測定し、代謝物の同定、定量を行なった。なお、処理葉からの同一枝上の未処理葉、
 果実への放射能の移行性を処理15日、30日、60日及び90日後に検査した。
 また、果実(直径約4cm)についても葉と同様に0.4mL塗布した。処理量は、 標
 識ピリミジフェン処理区 /果実、 標識ピリミジフェン処理
 区 /果実であった。処理直後、1日、3日、6日、15日、30日、60日及び
 90日後に処理果実を採取し、放射能及びピリミジフェン量を測定し、代謝物の同定、定量を
 行なった。

ピリミジフェン及び代謝物の同定、定量にはTLC及びHPLCを用いた。

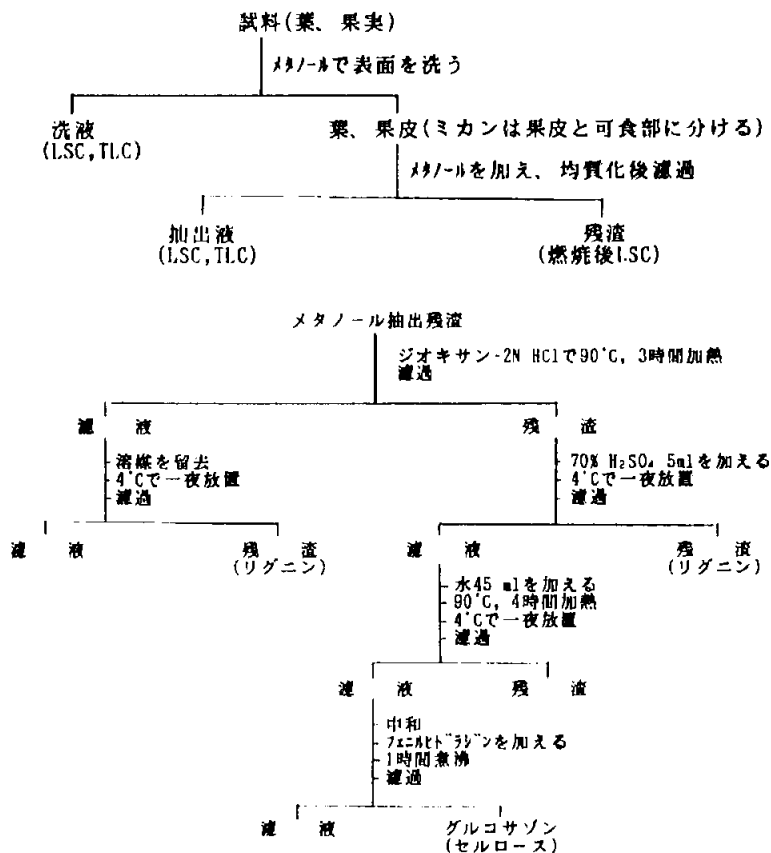
試験期間中、みかん(鉢植)は温室内(昼28°C、夜23°C)で栽培した。

サンプリング重量(g;平均)

	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
葉*	1.25	2.67	1.88	2.31	2.47	1.67	2.29
	1.62	1.65	1.98	1.80	1.82	0.96	1.97
果皮	6.4	7.6	9.0	10.3	19.0	22.5	25.0
可食部	11.5	13.0	15.5	22.5	34.0	54.0	80.0

* : 葉重量は、報告書に記載がないので生データを入力した。

分析操作のスキームは、以下の通りである。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結 果:[葉面塗布]

① 葉面塗布における放射能の分布

ピリミジフェンを塗布した葉における放射能の分布

標識化合物	経過日数	洗液中の放射能	抽出液中の放射能	抽出残渣	残留放射能合計	消失放射能
標識 ピリミジフェン	1	74.1	10.9	2.7	87.7	12.3
	3	59.1	14.7	4.5	78.3	21.7
	6	47.0	13.6	5.9	66.5	33.5
	15	28.6	21.5	7.9	58.0	42.0
	30	20.8	22.7	6.4	49.9	50.1
	60	10.5	24.6	6.6	41.7	58.3
	90	10.2	18.7	6.4	35.3	64.7
標識 ピリミジフェン	1	78.2	9.3	1.5	89.0	11.0
	3	57.3	10.8	3.2	71.3	28.7
	6	38.1	11.1	7.6	56.8	43.2
	15	31.0	15.9	11.0	57.9	42.1
	30	20.4	17.2	9.3	46.9	53.1
	60	9.8	12.8	11.7	34.3	65.7
	90	8.7	14.7	9.0	32.4	67.6

数値は処理放射能に対する割合(%)

処理葉の表面上の放射能(メタノール洗液)は、処理直後から減少し1日後の
 標識ピリミジフェン処理で処理放射能の74.1%、標識ピリミジフェン処理で
 処理放射能の78.2%、30日後ではそれぞれ20.8%、20.4%、90日後ではそれぞれ10.2%、
 8.7%になった。この処理葉表面からの放射能の消失は揮散と葉内部への浸透の二つの原
 因によるものと思われる。葉の中に取り込まれた放射能(メタノール抽出液+残渣)は処理直
 後から徐々に増加していったが、両標識ピリミジフェン処理とも15日以降の増加はあまり認
 められなかった。抽出液中の放射能は、処理後15日まで増加の傾向を示したが、いずれも
 試験期間を通して処理放射能の25%を超えることはなかった。抽出残渣中の放射能は
 徐々に増加し代謝が進んでいることを示したが、その量は標識ピリミジフェン
 処理で最高でも処理放射能の7.9%、標識ピリミジフェン処理で最高でも
 処理放射能の11.7%と少なかった。系外に消失する放射能は処理15日後の
標識ピリミジフェン処理で処理放射能の42.0%、標識ピリミジフェン処理
 で処理放射能の42.1%、90日後にはそれぞれ64.7%、67.6%に達し、ピリミジフェンは分解
 するととなって消失していくことがわかった。全放射能の消失パター
 ンは処理直後(0-6日)の速い消失(半減期:4H)と6日以降のゆるやかな消失(半減期:20
 ~25H)との2相性を示した。
 処理直後の速やかな放射能の減少は、葉の表面上での主として光分解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三井化学アグロ株式会社にある。

② 葉におけるピリミジフェンの消失

ピリミジフェンを塗布した葉におけるピリミジフェンの消失

標識化合物	経過 日数	洗液中の ピリミジフェン	抽出液中の ピリミジフェン	合 計
標識 ピリミジフェン	1	59.7	6.4	66.1
	3	43.1	10.3	53.4
	6	31.2	8.7	39.9
	15	20.7	13.1	33.8
	30	16.5	7.3	23.8
	60	4.4	2.7	7.1
	90	4.0	2.4	6.4
標識 ピリミジフェン	1	61.4	4.8	66.2
	3	42.3	5.6	45.9
	6	23.5	3.5	27.0
	15	17.4	4.5	21.9
	30	11.7	2.1	13.8
	60	5.7	1.7	7.4
	90	4.7	1.4	6.1

数値は処理放射能に対する割合(%)

ピリミジフェンは、処理1日後で処理放射能の66.1%～66.2%残存していた。処理15日後には21.9%～33.8%、90日後には6.1%～6.4%になり、分解の進んでいることがわかった。葉の表面上のピリミジフェンと葉の中に取り込まれたピリミジフェンを比較すると、葉の表面上のピリミジフェンは処理1日後で処理放射能の59.7%～61.4%残存していたが、15日後では17.4%～20.7%、90日後では4.0%～4.7%になった。

これに対し、葉の中に取り込まれたピリミジフェン(抽出液中のピリミジフェン)は、

標識ピリミジフェン処理の15日後で最高値である処理放射能の13.1%に達したがその後減少し、90日後には2.4%になった。また、標識ピリミジフェン処理では、3日後処理放射能の5.6%になったが経過日数とともに減少し90日後には1.4%になり、葉の内部に取り込まれたピリミジフェンも徐々に代謝されていくことがわかった。即ち、葉の表面に処理されたピリミジフェンの葉の表面での分解には、太陽光による光分解が主として関与し、また、葉の中に取り込まれたピリミジフェンの代謝には、植物体内に存在する酵素が関与しているものと思われる。

ピリミジフェンのみかん葉における半減期は2相性を示し、処理6日以内の半減期は約4日、処理6日以降の半減期は20～25日であった。

標識ピリミジフェンと標識ピリミジフェン処理のみかん葉における放射能の分布、ピリミジフェンの挙動に大きな違いは認められなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

③ 葉面塗布後の放射能の残留及び移行性

ピリミジフェンを塗布した葉における放射能の残留及び移行性

標識化合物	経過 日数	全放射能 濃度	ピリミジフェン 残留濃度	放射能濃度		
				未処理葉	未処理果実	
					果皮部	可食部
標識 ピリミジフェン	0	11.823	11.823	—	—	—
	15	6.857	3.996	0.004	0.002	0.001
	30	5.900	2.814	0.004	0.002	0.002
	60	4.930	0.839	0.009	0.003	0.004
	90	4.174	0.816	0.004	0.002	0.002
標識 ピリミジフェン	0	13.578	13.578	—	—	—
	15	7.861	2.974	0.004	0.002	0.003
	30	6.368	1.942	0.007	0.006	0.004
	60	4.657	1.005	0.006	0.004	0.004
	90	4.399	0.828	0.006	0.005	0.002

数値はピリミジフェンの ng 当量/g 組織

ethyl 1,2-¹⁴C標識ピリミジフェンを処理したみかんの葉から、同一枝上の未処理葉、未処理果実(果皮、可食部)への放射能の移行性を調べたところ、15~90 日の試験したいずれの時点においても未処理葉へ移行した放射能濃度は、処理濃度(0 日)に対し 1000 分の 1 以下、未処理の果皮、可食部への放射能の移行性も処理濃度に対し 1000 分の 1 以下であった。

標識ピリミジフェンを処理したみかんの葉から、同一枝上の未処理葉、未処理果実(果皮、可食部)への放射能の移行性も同様であった。

[果実塗布]

① 果実塗布における放射能の分布

ピリミジフェンを塗布した果実における放射能の分布

標識化合物	経過 日数	洗液	果皮部		可食部		残留放射 能合計	消失 放射能
			抽出液	残渣	抽出液	残渣		
標識 ピリミジフェン	1	74.7	15.2	2.8	<0.1	<0.1	92.7	7.3
	3	55.2	20.8	5.0	<0.1	<0.1	81.0	19.0
	6	49.2	24.2	6.0	0.1	<0.1	79.5	20.5
	15	17.1	26.2	9.0	0.4	0.1	52.8	47.2
	30	7.2	26.1	11.5	0.5	0.1	45.4	54.6
	60	5.1	29.2	8.0	0.9	0.2	43.4	56.6
	90	3.5	29.9	8.3	0.9	0.1	42.7	57.3
標識 ピリミジフェン	1	76.9	11.1	1.8	<0.1	<0.1	89.8	10.2
	3	72.6	15.2	3.0	0.3	<0.1	91.1	8.9
	6	62.7	20.7	6.6	0.4	<0.1	90.4	9.6
	15	44.2	24.5	10.2	1.3	0.1	80.3	19.7
	30	23.6	33.6	13.9	1.1	0.1	72.3	27.7
	60	7.7	29.9	13.5	2.4	0.2	53.7	46.3
	90	7.5	28.0	10.7	2.0	0.1	48.3	51.7

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェンあるいは C標識ピリミジフェンを処理したみかん果実の表面上での放射能(メタノール洗液)は処理直後から減少し、1 日後の標識ピリミジフェン処理で処理放射能の 74.7%、標識ピリミジフェン処理で処理放射能の 76.9%、60 日後ではそれぞれ 5.1%、7.7%になった。みかんの果皮の中に取り込まれた放射能(メタノール抽出液+残渣)は、処理直後から徐々に増加した。抽出液中の放射能は処理直後は増加の傾向を示したが、いずれも 15 日以降の増加は少なかった。抽出残渣中の放射能は徐々に増加し、代謝が進んでいることを示したが、その量は 標識ピリミジフェン処理で最高でも処理放射能の 11.5%、標識ピリミジフェン処理で最高でも処理放射能の 13.9%と少なかった。系外に消失する放射能は、処理6日後の 標識ピリミジフェン処理で処理放射能の20.5%、標識ピリミジフェン処理で処理放射能の 9.6%、90 日後にはそれぞれ 57.3%、51.7%に達し、ピリミジフェンは分解すると となって消失していくことがわかった。

② 果皮におけるピリミジフェンの消失

ピリミジフェンを塗布した果皮におけるピリミジフェンの消失

標識化合物	経過 日数	洗液中の ピリミジフェン	抽出液中の ピリミジフェン	合 計
標識 ピリミジフェン	1	59.4	8.7	68.1
	3	37.4	16.3	53.7
	6	34.3	13.8	48.1
	15	8.2	10.0	18.2
	30	4.2	8.8	13.0
	60	2.4	8.1	10.5
	90	1.5	6.0	7.5
標識 ピリミジフェン	1	60.2	6.1	66.3
	3	53.7	9.6	63.3
	6	42.4	11.5	53.9
	15	26.5	10.1	36.6
	30	14.0	11.3	25.3
	60	3.5	6.1	9.6
	90	3.2	4.9	8.1

数値は処理放射能に対する割合(%)

ピリミジフェンは、処理 1 日後で処理放射能の 66.3%~68.1%が残存していた。処理 15 日後には 18.2%~36.6%、90 日後には 7.5%~8.1%しか残存せず、分解の進んでいることがわかった。みかん果実の表面上でのピリミジフェン(洗液中のピリミジフェン)とみかん果皮の中に取り込まれたピリミジフェン(抽出液中のピリミジフェン)を比較すると、みかん果実の表面上でのピリミジフェンは処理1日後で処理放射能の 59.4%~60.2%残存していたが、15 日後では 8.2%~26.5%、90 日後ではそれぞれ 1.5%~3.2%になった。

これに対し、みかんの果皮の中に取り込まれたピリミジフェンは、 標識ピリミジ

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

フェン処理の3日後で最高値である処理放射能の16.3%に達したがその後減少し、90日後には6.0%になった。また、
 標識ピリミジフェン処理では6日後処理放射能の11.5%になったが経過日数とともに減少し、90日後には4.9%しか残存せず、果皮の内部に取り込まれたピリミジフェンも徐々に代謝されていくことを示した。即ち、みかんの果実に処理されたピリミジフェンの代謝分解の様相は、葉の表面に処理されたピリミジフェンの代謝分解と同様の結果を示した。

③ 果実塗布後の放射能の残留及び移行性

ピリミジフェンを塗布した果実における放射能の残留及び移行性

標識化合物	経過日数	果皮部		可食部 全放射能濃度	果皮部から可食部 への移行 (B/A) ^a
		全放射能濃度	親化合物濃度		
標識 ピリミジフェン	0	1.737	1.737	—	
	1	1.611	1.183	<0.001	<0.0006
	3	1.185	0.785	<0.001	<0.0006
	6	0.981	0.595	0.001	<0.0006
	15	0.565	0.197	0.002	0.0012
	30	0.262	0.077	0.002	0.0012
	60	0.209	0.052	0.002	0.0012
	90	0.186	0.034	0.001	0.0006
標識 ピリミジフェン	0	1.993	1.993	—	
	1	1.790	1.322	<0.001	0.0005
	3	1.524	1.063	0.003	0.0010
	6	1.276	0.764	0.003	0.0015
	15	0.978	0.453	0.008	0.0040
	30	0.477	0.170	0.005	0.0025
	60	0.291	0.055	0.006	0.0030
	90	0.236	0.041	0.003	0.0015

濃度はピリミジフェンの μg 当量/g 組織

a $A =$ (標識ピリミジフェン)

$A =$ (標識ピリミジフェン)

B は可食部の放射能濃度

ピリミジフェンを処理したみかんの果皮から可食部への放射能の移行性を調べたところ、15～90日の試験したいずれの時点においても可食部へ移行した放射能濃度は処理濃度(0日)に対し、
 標識ピリミジフェン処理で 以下、
 標識ピリミジフェン処理で 以下であった。

[代謝物同定]

標識ピリミジフェンおよび 標識ピリミジフェン処理のみかん
 葉と果実のメタノール洗液、及びメタノール抽出液について放射能の性質を調べるため、
 中性及び酸性の酢酸エチル可溶性物質と水溶性物質に分けて分析した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のみかん葉における放射能の性質

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液	74.1	59.1	47.0	28.6	20.8	10.5	10.2
ピリジフェン	59.7	43.1	31.2	20.7	16.5	4.4	4.0
メタノール抽出液							
ピリジフェン	6.4	10.3	8.7	13.1	7.3	2.7	2.4
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん葉における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	68.1	55.0	46.9	35.7	33.1	10.6	11.3
メタノール抽出液 中性画分							
ピリミジフェン	7.3	13.2	13.1	22.6	14.6	6.5	6.8
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん葉における放射能濃度

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	10.617	3.588	3.689	1.992	1.485	0.586	0.388
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	1.138	0.858	1.029	1.261	0.657	0.359	0.233
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん葉における放射能の性質

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	61.4	42.3	23.5	17.4	11.7	5.7	4.7
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	4.8	5.6	3.5	4.5	2.1	1.7	1.4
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん葉における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	69.0	59.3	41.4	30.1	24.9	16.6	14.5
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	5.4	7.9	6.2	7.8	4.5	5.0	4.3
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん葉における放射能濃度

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	9.672	6.542	3.029	2.467	1.641	1.515	0.609
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	0.756	0.866	0.451	0.638	0.294	0.452	0.181
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン処理 1 日後のメタノール洗液中の中性成分は、処理放射能の 71.6%、抽出液中の中性成分は 9.2%、酸性成分は洗液で 1.7%、抽出液で 0.9%、水溶性物質は洗液で 0.8%、抽出液では 0.8% だった。メタノール洗液の中性成分 71.6% のうち 59.7% がピリミジフェン、メタノール抽出液の中性成分 9.2% のうち 6.4% がピリミジフェンであり、処理 1 日後におけるピリミジフェン(洗液と抽出液の合計)は 66.1% であった。処理 1 日後には主代謝物はなく、
が最高であった。処理 30 日後、メタノール洗液、及びメタノール抽出液の中性成分のうち約 8 割は未変化体のピリミジフェンであった。
代謝物を各画分について調べたところ、主代謝物として存在するものはなく、いずれの画分も多くの微量代謝物から成っていることがわかった。葉の表面上(メタノール洗液)の代謝分解物のなかで生成量の最も多かったのは、

であった。

メタノール抽出液の酸性画分、及び水溶性画分を β -グルコシダーゼ、あるいはセルラーゼで処理することにより、
標識ピリミジフェン処理では

生成した。 β -グルコシダーゼ処理の場合はアグリコンへの変換は不完全であり、一部抱合体のままであったが、セルラーゼ処理の場合はアグリコンへの変換はほぼ完全であった。従って、植物の中に取り込まれた放射能の中には、

が存在することを確認した。

葉の中に取り込まれた代謝物のなかで最も多かったのは
で、

であった。しかし、処理 90 日後には
と減少の傾向を示した。

標識ピリミジフェン処理のみかん葉においても、
標識ピリミジフェン処理の場合とほぼ同様の結果であったが、
由来の代謝物がいくつか検出された。メタノール洗液中代謝物の生成量を調べたところ、

処理放射能の
と最も多く、ついで
であった。

メタノール抽出液の中性成分では、多くの微量代謝物から成っていた。酸性成分ではセルラーゼ処理により、
標識ピリミジフェン処理と同じ

が検出された。水溶性成分を酸性成分の場合と同様セルラーゼで処理したところ、
が検出された。葉

の中に取り込まれた代謝物の中では
処理放射能の
と最も多く、次いで
であった。

ピリミジフェンを葉に処理した場合、主代謝物を生成することなく、多くの微量代謝物を生成し、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

速やかに代謝されていくことがわかった。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の性質

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	59.4	37.4	34.3	8.2	4.2	2.4	1.5
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	8.7	16.3	13.8	10.0	8.8	8.1	6.0
抽出残渣							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の性質(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	<0.1	<0.1	<0.1	0.1
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

- : 微量のため分析せず

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	64.1	46.2	43.1	15.5	9.3	5.5	3.5
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	9.4	20.1	17.4	18.9	19.4	18.7	14.1

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の分布率(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部							
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	<0.2	<0.2	<0.2	0.2
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

- : 微量のため分析せず

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能濃度

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部							
メタノール洗液							
ピリミジフェン	1.032	0.547	0.424	0.089	0.025	0.012	0.007

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のみかん果実における放射能濃度(つづき)

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
果皮部 メタノール抽出液							
ピリジフェン	0.151	0.238	0.171	0.108	0.052	0.040	0.027
抽出残渣							
可 食 部 メタノール抽出液							
ピリジフェン	-	-	-	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
抽出残渣							

数値は ppm

- : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の性質

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	60.2	53.7	42.4	26.5	14.0	3.5	3.2
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	6.1	9.6	11.5	10.1	11.3	6.1	4.9
抽出残渣							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の性質(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部							
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	0.1	<0.1	<0.1	<0.1
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%) - : 微量のため分析せず

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部							
メタノール洗液							
ピリミジフェン	67.0	58.9	46.9	33.0	19.4	6.5	6.6
果皮部							
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	6.8	10.5	12.7	12.6	15.6	11.4	10.1

数値は総回収放射能に対する割合(TRR %)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能の分布率(つづき)

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
抽出残渣							
可食部							
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	0.1	<0.1	<0.2	<0.2
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%) - : 微量のため分析せず

標識ピリミジフェン塗布のみかん果実における放射能濃度

化 合 物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部							
メタノール洗液							
ピリミジフェン	1.200	0.902	0.601	0.328	0.094	0.020	0.016

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン及び 標識ピリミジフェン処理の果実(果皮)においても、葉と同様の結果であった。

即ち、果皮の表面(メタノール洗液)では、光分解によって生成したと思われる
が検出された。果皮の中に取り込まれた代謝物(メタノール抽出液)の中では、
が他の代謝物よりやや多く生成していた。

つぎに、可食部へ移行した放射能の性質を調べた。

可食部へ移行した放射能の内、メタノール抽出液の中性成分について TLC にて代謝物の生成量を求めた。 標識ピリミジフェン処理で最も多く存在していた代謝物は
であった。未変化体のピリミジフェンは、処理 90 日後オートラジオグラムでわずかに検出されたが、存在量は 0.1%以下であった。その他、
も検出されたが、いずれも
であった。

一方、 標識ピリミジフェン処理では、 標識ピリミジフェン処理に比べて可食部へ移行した放射エネルギーが少なかった。事実、 標識ピリミジフェン処理した可食部中の放射能を調べたところ、ピリミジフェンと
検出されたのみであった。

水溶性成分についてはセルラーゼ処理後酢酸エチルで分配し、TLC で放射能の性質を調べたところ
を示した。 標識ピリミジフェン処理では
が認められ、わずかではあるが
として存在していることがわかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

さらに、処理90日後の葉及び果皮のメタノール抽出残渣をジオキサン-2N HCl(90°C、3時間)で処理し、そのろ液及び残渣について放射能の性質を調べた。

みかん葉及び果皮のメタノール抽出残渣中放射能の性質(90日後)

処理位置	分 画	メタノール抽出残渣中放射能に対する%	
		標識 ピリミジフェン	標識 ピリミジフェン
葉	MeOH 抽出残渣	100.0(6.4)	100.0(9.0)
	ろ 液	53.4(3.4)	65.2(5.9)
	中性成分	9.8(0.6)	20.3(1.8)
	酸性成分	17.7(1.1)	15.4(1.4)
	水溶性成分	25.5(1.6)	29.5(2.7)
	リグニン画分	17.7(1.1)	22.1(2.0)
	セルロース画分	9.7(0.6)	7.5(0.7)
	その他の成分	19.2(1.3)	5.2(0.4)
果皮	MeOH 抽出残渣	100.0(8.3)	100.0(10.7)
	ろ 液	85.7(7.1)	80.2(8.6)
	中性成分	24.9(2.1)	13.6(1.5)
	酸性成分	18.3(1.5)	9.1(1.0)
	水溶性成分	42.6(3.5)	57.4(6.1)
	リグニン画分	6.8(0.6)	10.7(1.1)
	セルロース画分	3.8(0.3)	4.5(0.5)
	その他の成分	3.7(0.3)	4.6(0.5)

ろ液中放射能は、いずれの試料も残渣中放射能の53.4~85.7%と多く、これらは加水分解により遊離してきたものも多いと考えられる。また、生体成分であるリグニン及びセルロースにも一部取り込まれていることが認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリジフェンのみかんにおける推定代謝分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(2) りんごにおける代謝試験

(資料 No.代謝3)

試験機関 三共(株)農薬研究所

報告書作成年 1992年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

方法: 標識ピリミジフェンまたは C標識ピリミジフェンを 5%含む水和剤(DF)を作製し、水で 2000 倍に希釈しりんごの葉の表裏に 1mL 塗布した。処理量は、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン処理区 /区(葉 5 枚)、 標識ピリミジフェン処理区 /区(葉 5 枚)であった。処理直後、1 日、3 日、6 日、15 日、30 日、60 日及び 90 日後に処理葉を採取し、放射能及びピリミジフェン量を測定し、代謝物の同定、定量を行った。なお、処理葉からの同一枝上の未処理葉、果実への放射能の移行性を処理 15 日、30 日、60 日及び 90 日後に検査した。

また、果実(直径約 4cm)についても葉と同様に 0.5mL 塗布した。処理量は 標識ピリミジフェン処理区 /果実、 標識ピリミジフェン処理区

/果実であった。処理直後、1 日、3 日、6 日、15 日、30 日、60 日及び 90 日後に処理果実を採取し、放射能及びピリミジフェン量を測定し、代謝物の同定、定量を行った。

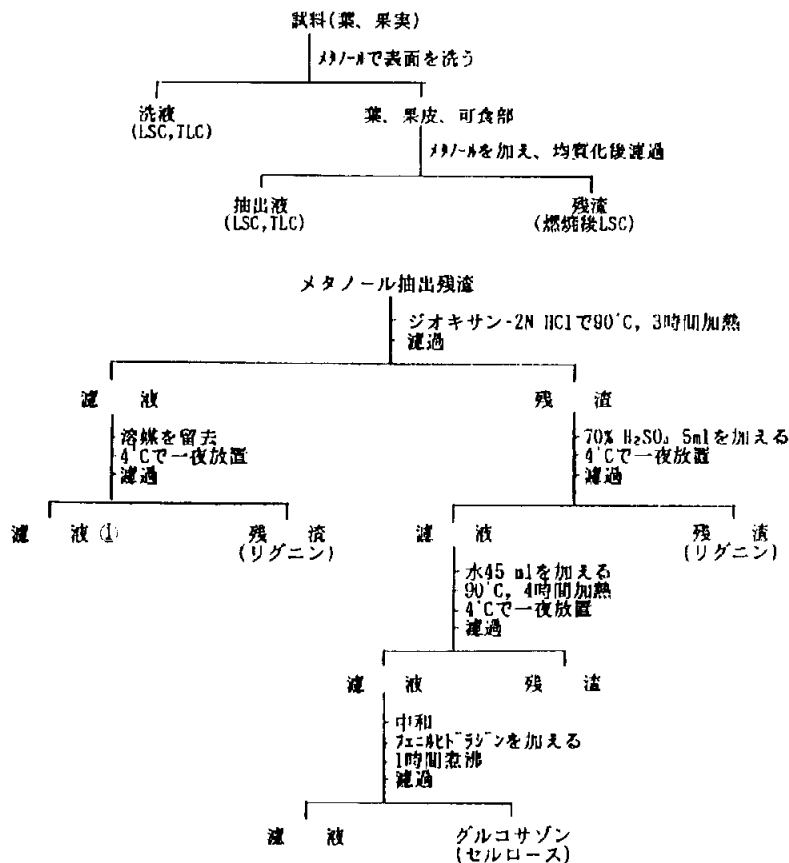
ピリミジフェン及び代謝物の同定、定量には TLC 及び HPLC を用いた。試験期間中、りんご(鉢植、品種;富士)は温室内(昼 28℃、夜 23℃)で栽培した。

サンプリング重量(g;平均)

	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
葉*	2.06	2.06	2.06	2.06	2.06	2.06	2.06
	2.32	2.32	2.32	2.32	2.32	2.32	2.32
果皮	8.31	5.51	5.97	12.00	10.47	11.07	11.82
可食部	54.08	54.32	62.34	70.80	89.52	109.29	150.95
芯	6.84	5.39	6.72	7.44	7.88	10.75	13.79

* : 葉重量は、報告書に記載がないので生データを入手した。

分析操作のスキームは、以下の通りである。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結 果:[葉面塗布]

① 葉面塗布における放射能の分布

ピリミジフェンを塗布した葉における放射能の分布

標識化合物	経過 日数	洗液中の 放射能	抽出液中 の放射能	抽出残渣	残留放射 能合計	消失放射能
標識 ピリミジフェン	1	57.3	23.8	4.6	85.7	14.3
	3	28.6	28.2	5.0	61.8	38.2
	6	15.8	27.2	6.8	49.8	50.2
	15	6.5	21.9	10.6	39.0	61.0
	30	4.1	15.0	6.2	25.3	74.7
	60	1.5	16.6	6.2	24.3	75.7
	90	0.9	13.9	4.2	19.0	81.0
標識 ピリミジフェン	1	60.3	13.4	5.1	78.8	21.2
	3	42.0	15.2	5.5	62.7	37.3
	6	23.9	22.7	9.9	56.5	43.5
	15	6.7	27.3	14.9	48.9	51.1
	30	5.4	23.5	11.5	40.4	59.6
	60	4.9	21.9	12.1	38.9	61.1
	90	1.5	19.1	9.0	29.6	70.4

数値は処理放射能に対する割合(%)

処理葉の表面上の放射能(メタノール洗液)は処理直後から減少し、1 日後の
標識ピリミジフェンで 57.3%、標識ピリミジフェン処理で 60.3%、30 日後
ではそれぞれ 4.1%、5.4%、90 日後ではそれぞれ 0.9%、1.5%になった。

この処理葉表面からの放射能の消失は、揮散と葉内部への浸透の二つの原因によるもの
と思われる。葉の中に取り込まれた放射能(メタノール抽出液+残渣)は処理直後から徐々
に増加したが、両処理とも 15 日以降の増加は認められなかった。

抽出液中の放射能は、標識ピリミジフェン処理で 6 日後、標
識ピリミジフェンで 15 日まで増加の傾向を示したが、その後やや減少した。抽出残渣中の
放射能は徐々に増加し 15 日後に最高値を示し、その量は標識ピリミジフェン
処理で 10.6%、標識ピリミジフェン処理で 14.9%と少なかった。系外に消
失する放射能は処理 15 日後の標識ピリミジフェン処理で 61.0%、

標識ピリミジフェン処理で 51.1%、90 日後にはそれぞれ 81.0%、70.4%に達し、ピリミ
ジフェンは分解するととなって消失していくことがわかった。全放射
能の消失パターンは、処理直後(0-6 日)の速い消失(半減期:3~4 日)と 6 日以降のゆる
やかな消失(半減期:30~40 日)との 2 相性を示した。処理直後の速やかな放射能の減少は、
葉の表面上での主として光分解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三井化学アグロ株式会社にある。

② 葉におけるピリミジフェンの消失

ピリミジフェンを塗布した葉におけるピリミジフェンの消失

標識化合物	経過 日数	洗液中の ピリミジフェン	抽出液中の ピリミジフェン	合 計
標識 ピリミジフェン	1	41.1	18.5	59.6
	3	14.7	21.6	36.3
	6	7.5	19.5	27.0
	15	2.4	9.2	11.6
	30	2.4	5.5	7.9
	60	0.6	4.7	5.3
	90	0.5	3.4	3.9
標識 ピリミジフェン	1	41.9	9.6	51.5
	3	25.4	10.1	35.5
	6	14.7	9.7	24.4
	15	1.8	6.1	7.9
	30	1.6	4.8	6.4
	60	1.0	3.5	4.5
	90	0.6	3.2	3.8

数値は処理放射能に対する割合(%)

ピリミジフェンは、処理 1 日後で 51.5%～59.6%残存していた。処理 15 日後には 7.9%～11.6%、90 日後には 3.8%～3.9%になり、分解の進んでいることがわかった。

葉の表面上のピリミジフェン(洗液中のピリミジフェン)と葉の中に取り込まれたピリミジフェン(抽出液中のピリミジフェン)を比較すると、葉の表面上のピリミジフェンは処理 1 日後で 41.1%～41.9%残存していたが、15 日後では 1.8%～2.4%、90 日後では 0.5%～0.6%になった。これに対し、葉の中に取り込まれたピリミジフェンは 標識ピリミジフェン 処理の 3 日後で最高値の 21.6%に達したがその後減少し、90 日後には 3.4%になった。また、 標識ピリミジフェン処理では 3 日後 10.1%になったが、 標識ピリミジフェン処理と同様経過日数とともに減少し 90 日後には 3.2%になり、葉の内部に取り込まれたピリミジフェンも徐々に代謝されていくことがわかった。即ち、葉の表面に処理されたピリミジフェンの葉の表面での分解には太陽光による光分解が主として関与し、また、葉の中に取り込まれたピリミジフェンの代謝には、植物体内に存在する酵素が関与しているものと思われる。

ピリミジフェンのりんご葉における半減期は 2 相性を示し、処理 6 日以内の半減期は 2～3 日、処理 6 日以降の半減期は 25～35 日であった。

標識ピリミジフェンと 標識ピリミジフェン処理のりんご葉における放射能の分布、ピリミジフェンの挙動に大きな違いは認められなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

③ 葉面塗布後の放射能の残留及び移行性

ピリミジフェンを塗布した葉における放射能の残留及び移行性

標識化合物	経過 日数	全放射能 濃度	放射能濃度			
			未処理葉	未処理果実		芯
				果皮部	可食部	
標識 ピリミジフェン	0	8.532	—	—	—	—
	15	3.323	0.006	<0.001	0.001	<0.001
	30	2.159	0.006	0.001	<0.001	<0.001
	60	2.073	0.005	0.002	0.001	0.002
	90	1.911	0.005	<0.001	<0.001	<0.001
標識 ピリミジフェン	0	8.918	—	—	—	—
	15	4.356	0.010	0.003	0.002	0.003
	30	3.603	0.006	0.003	0.001	0.003
	60	3.469	0.009	0.002	0.001	0.001
	90	2.640	0.009	0.003	0.002	0.003

数値は ppm

標識ピリミジフェンを処理した葉から、同一枝上の未処理葉、未処理果実(果皮、可食部)への放射能の移行性を調べたところ、15～90 日の試験したいずれの時点においても、未処理葉へ移行した放射能濃度は処理濃度(0 日)に対し最高でも 1000 分の 1 以下、未処理の果皮、可食部への放射能の移行性も処理濃度に対し 2000 分の 1 以下であった。

標識ピリミジフェンを処理したりんごの葉から、同一枝上の未処理葉、未処理果実(果皮、可食部)への放射能の移行性も同様であった。

[果実塗布]

① 果実塗布における放射能の分布

ピリミジフェンを塗布した果実における放射能の分布

標識化合物	経過 日数	洗液	果皮部		可食部		芯	残留放射 能合計	消失 放射能	
			抽出液	残渣	抽出液	残渣				
標識 ピリミジフェン	1	59.5	20.4	4.0	0.1		<0.1	84.0	16.0	
	3	35.3	25.8	5.6	0.9		<0.1	67.6	32.4	
	6	25.8	20.1	7.4	2.3		<0.1	55.6	44.4	
	15	11.9	19.1	11.3	2.6	0.3		<0.1	45.2	54.8
	30	7.0	12.0	7.8	4.9	0.4		0.2	32.3	67.7
	60	2.3	11.1	8.3	7.2	0.3		0.5	29.7	70.3
	90	1.6	9.1	6.7	6.8	0.3		0.4	24.9	75.1
標識 ピリミジフェン	1	63.6	20.6	4.4	0.4		<0.1	89.0	11.0	
	3	39.2	21.2	3.8	2.2		<0.1	66.4	33.6	
	6	31.5	19.4	5.0	3.7		<0.1	59.6	40.4	
	15	14.6	22.6	11.5	4.5	0.3		0.1	53.6	46.4
	30	8.7	16.1	10.2	6.6	0.6		0.1	42.3	57.7
	60	3.1	13.6	10.5	9.7	0.7		0.2	37.8	62.2
	90	2.7	13.0	10.7	8.8	0.5		0.3	36.0	64.0

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェンあるいは 標識ピリミジフェンを処理したり
 りんご果実の表面上での放射能(メタノール洗液)は処理直後から減少し、1 日後の

標識ピリミジフェン処理で 59.5%、 標識ピリミジフェン処理で
 63.6%、60 日後ではそれぞれ 2.3%、3.1%になった。りんごの果皮の中に取り込まれた放
 射能(メタノール抽出液+残渣)は処理直後から徐々に増加していったが、いずれの処理も
 15 日以降の増加はなかった。

果皮抽出液中の放射能は処理直後は増加の傾向を示したが、いずれの処理も 15 日以降
 減少の傾向を示した。抽出残渣中の放射能は徐々に増加し代謝が進んでいることを示し
 たが、その量は 標識ピリミジフェン処理で最高 11.3%、 標識
 ピリミジフェン処理で最高 11.5%と少なかった。系外に消失する放射能は、処理 6 日後の
 標識ピリミジフェン処理で 44.4%、 標識ピリミジフェン処理で
 40.4%、90 日後にはそれぞれ 75.1%、64.0%に達し、ピリミジフェンは分解すると
 となって消失していくことがわかった。

可食部中放射能(メタノール抽出液+残渣)は処理直後から徐々に増加し、60 日後で

標識ピリミジフェン処理で 7.5%、 標識ピリミジフェン処理で 10.4%
 と少なく、しかもそれ以降はいずれの処理においても増加せず、横ばいであった。

② ピリミジフェンの消失及び移行性

ピリミジフェンを塗布した果実におけるピリミジフェンの消失

標識化合物	経過 日数	洗液中の ピリミジフェン	果皮中の ピリミジフェン	可食部中の ピリミジフェン	合 計
標識 ピリミジフェン	1	34.6	15.9	—	50.5
	3	17.2	16.6	—	33.8
	6	11.1	10.7	—	21.8
	15	4.7	11.0	<0.1	15.7
	30	2.6	4.8	<0.1	7.4
	60	0.8	1.6	<0.1	2.4
	90	0.7	1.0	<0.1	1.7
標識 ピリミジフェン	1	36.3	15.4	—	51.7
	3	21.6	16.3	—	37.9
	6	18.9	12.0	—	30.9
	15	8.3	9.3	0.1	17.7
	30	3.7	5.1	0.1	8.9
	60	0.6	2.3	<0.1	2.9
	90	0.8	1.5	<0.1	2.3

数値は処理放射能に対する割合(%)

ピリミジフェンは、処理 1 日後で 50.5%~51.7%が残存していた。処理 15 日後には 15.7%
 ~17.7%、90 日後には 1.7%~2.3%しか残存せず、分解の進んでいることがわかった。り
 んご果実の表面上でのピリミジフェン(洗液中のピリミジフェン)とりんご果皮の中に取り込ま
 れたピリミジフェン(抽出液中のピリミジフェン)を比較すると、りんご果実の表面上でのピリミ
 ジフェンは処理 1 日後で 34.6%~36.3%残存していたが、15 日後では 4.7%~8.3%、90

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

日後では 0.7%~0.8%になった。

これに対し、りんごの果皮の中に取り込まれたピリミジフェンは 標識ピリミジフェン処理の 3 日後で最高値の 16.6%に達したがその後減少し、90 日後には 1.0%になった。また、 標識ピリミジフェン処理では 3 日後 16.3%になったが、

標識ピリミジフェン処理同様経過日数とともに減少し 90 日後には 1.5%しか残存せず、果皮の内部に取り込まれたピリミジフェンも徐々に代謝されていくことを示した。即ち、りんごの果実に処理されたピリミジフェンの代謝分解の様相は、葉の表面に処理されたピリミジフェンの代謝分解と同様の結果を示した。

可食部中に取り込まれたピリミジフェンは、 標識ピリミジフェン処理の 15 日及び 30 日後に処理量のわずか 0.1%検出されたのみで、それ以外はすべて検出限界の 0.1%以下であり、ピリミジフェンの可食部への浸透移行性は非常に少なかった。

[代謝物同定]

標識ピリミジフェンおよび 標識ピリミジフェン処理のりんご葉と果実のメタノール洗液、及びメタノール抽出液について放射能の性質を調べるため、中性及び酸性の酢酸エチル可溶性物質と水溶性物質に分けて分析した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご葉における放射能の性質

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	41.1	14.7	7.5	2.4	2.4	0.6	0.5
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	18.5	21.6	19.5	9.2	5.5	4.7	3.4
ピリミジフェン抱合体	0.1	0.1	0.1	0.3	0.4	0.4	0.3
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご葉における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	48.0	23.8	15.1	6.2	9.5	2.5	2.6
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	21.6	35.0	39.2	23.6	21.7	19.3	17.9
ピリミジフェン抱合体	0.1	0.2	0.2	0.8	1.6	1.6	1.6
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご葉における放射能濃度

化合物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	6.115	2.187	1.116	0.357	0.357	0.089	0.074
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	2.753	3.214	2.901	1.369	0.818	0.699	0.506
ピリミジフェン抱合体	0.015	0.015	0.015	0.045	0.060	0.060	0.045
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご葉における放射能の性質

化合物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	41.9	25.4	14.7	1.8	1.6	1.0	0.6
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	9.6	10.1	9.7	6.1	4.8	3.5	3.2
ピリミジフェン抱合体	0.2	0.1	0.3	0.6	0.4	0.4	0.3
抽出残渣							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のりんご葉における放射能の分布率

化合物	処理後日数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリジフェン	53.2	40.5	26.0	3.7	4.0	2.6	2.0
メタノール抽出液							
ピリジフェン	12.2	16.1	17.2	12.5	11.9	9.0	10.8
ピリジフェン抱合体	0.3	0.2	0.5	1.2	1.0	1.0	1.0
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご葉における放射能濃度

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
メタノール洗液							
ピリミジフェン	6.411	3.887	2.249	0.275	0.245	0.153	0.092
メタノール抽出液							
ピリミジフェン	1.469	1.545	1.484	0.933	0.734	0.536	0.490
ピリミジフェン抱合体	0.031	0.015	0.046	0.092	0.061	0.061	0.046
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン処理 1 日後のメタノール洗液中の中性成分は、処理量に対して 54.5%、抽出液中の中性成分は 23.2%、酸性成分は洗液で 1.7%、抽出液で 0.4%、水溶性物質は洗液で 1.1%、抽出液では 0.2%だった。メタノール洗液の中性成分 54.5%のうち 41.1%がピリミジフェン、メタノール抽出液の中性成分 23.2%のうち 18.5%がピリミジフェンであり、処理 1 日後におけるピリミジフェンは 59.6%であった。

処理 1 日後における主代謝物は _____ であった。処理 30 日後、メタノール洗液およびメタノール抽出液の中性成分のうち 50%以上は、未変化体のピリミジフェンであった。代謝物を各画分について調べたところ、_____ がわかった。

葉の表面上(メタノール洗液)の代謝分解物のなかで生成量の最も多かったのは、_____ であった。

メタノール抽出液の中性画分を β -グルコシダーゼ、あるいはセルラーゼで処理することにより、_____ 標識ピリミジフェン処理では、ピリミジフェン、_____ を生成した。 β -グルコシダーゼ処理の場合はアグリコンへの変換は不完全であり一部抱合体のままであったが、セルラーゼ処理の場合はアグリコンへの変換はほぼ完全であった。従って、植物の中に取り込まれた放射能の中には、ピリミジフェン、_____ の抱合体として存在することを確認した。葉に取り込まれた代謝物の中で最も多かったのは、_____ であったが、_____ 傾向を示した。

_____ 標識ピリミジフェン処理のりんご葉においても、_____ 標識ピリミジフェン処理の場合とはほぼ同様の結果であったが、_____ 検出された。メタノール洗液中代謝物の生成量を調べたところ、_____ と最も多く、ついで、_____ であった。

メタノール抽出液の中性成分ではセルラーゼ処理により _____ 標識ピリミジフェン処理と同じピリミジフェン、_____ の抱合体が検出された。酸性成分は、_____ から成っていた。水溶性成分を中性成分の場合と同様セルラーゼで処理したところ、_____ が検出された。

ピリミジフェンを葉に処理した場合、_____ 代謝されていくことがわかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のりんご果実における放射能の性質

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリジフェン	34.6	17.2	11.1	4.7	2.6	0.8	0.7
果皮部 メタノール抽出液							
ピリジフェン	15.9	16.6	10.7	11.0	4.8	1.6	1.0
ピリジフェン抱合体	<0.1	<0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.1
抽出残渣							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のりんご果実における放射能の性質(つづき)

化合物	処理後日数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部 メタノール抽出液							
ピリジフェン	-	-	-	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
抽出残渣							
芯							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

- : 微量のため分析せず

標識ピリジフェン塗布のりんご果実における放射能の分布率

化合物	処理後日数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリジフェン	41.2	25.4	20.0	10.4	8.0	2.7	2.8

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能の分布率(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	18.9	24.6	19.2	24.3	14.9	5.4	4.0
ピリミジフェン抱合体	<0.1	<0.1	0.2	0.4	0.6	0.7	0.4
抽出残渣							
可食部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	<0.2	<0.3	<0.3	<0.4
抽出残渣							
芯							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

- : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能濃度

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	0.638	0.478	0.285	0.060	0.038	0.010	0.009
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	0.293	0.462	0.275	0.140	0.070	0.022	0.013
ピリミジフェン抱合体	<0.002	<0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.001
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能濃度(つづき)

化合物	処理後日数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
抽出残渣							
芯							

数値は ppm

- : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能の性質

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	36.3	21.6	18.9	8.3	3.7	0.6	0.8
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	15.4	16.3	12.0	9.3	5.1	2.3	1.5
ピリミジフェン抱合体	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.2	0.2
抽出残渣							

数値は処理放射能に対する割合(%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能の性質(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1 日	3 日	6 日	15 日	30 日	60 日	90 日
可食部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	0.1	0.1	<0.1	<0.1
抽出残渣							
芯							
消失放射能							

数値は処理放射能に対する割合(%)

- : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能の分布率

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	40.8	32.5	31.7	15.5	8.7	1.6	2.2
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	17.3	24.5	20.1	17.4	12.1	6.1	4.2
ピリミジフェン抱合体	<0.1	<0.2	<0.2	0.2	0.2	0.5	0.6
抽出残渣							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェン塗布のりんご果実における放射能の分布率(つづき)

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部 メタノール抽出液							
ピリジフェン	-	-	-	0.2	0.2	<0.3	<0.3
抽出残渣							
芯							

数値は総回収放射能に対する割合(TRR%)
 - : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能濃度

化合物	処 理 後 日 数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
果皮部 メタノール洗液							
ピリミジフェン	0.775	0.696	0.562	0.123	0.063	0.010	0.012
果皮部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	0.329	0.525	0.357	0.138	0.086	0.037	0.023
ピリミジフェン抱合体	<0.002	<0.003	<0.003	0.001	0.002	0.003	0.003
抽出残渣							

数値は ppm

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン塗布のりんご果実における放射能濃度(つづき)

化合物	処理後日数						
	1日	3日	6日	15日	30日	60日	90日
可食部 メタノール抽出液							
ピリミジフェン	-	-	-	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
抽出残渣							
芯							

数値は ppm
- : 微量のため分析せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン及び 標識ピリミジフェン処理の果実(果皮)においても、葉と同様の結果であった。
即ち、果皮の表面(メタノール洗液)では、光分解によって生成したと思われる
が検出された。果皮の中に取り込まれた代謝物(メタノール抽出液)の中では、
生成していた。しかし、こうした代謝物は

つぎに、可食部へ移行した放射能の性質を調べた。
可食部へ移行した放射能の中、メタノール抽出液の中性成分について TLC と HPLC にて
代謝物の生成量を求めた。 標識ピリミジフェン処理で最も多く存在してい
た代謝物は、 であった。次いで、
であった。未変化体のピリミジフェンの可食部への移行はほとんどなく、処理後のいずれの時点においても 0.1%あるいはそれ以下であった。その他、

であった。抱合体としては、
検出されたが、 で
あった。

一方 標識ピリミジフェン処理では、 標識ピリミジフェン処理
に比べて可食部へ移行した放射エネルギーが少なかった。事実、 標識ピリミジフェン
処理した可食部中の放射能を調べたところ 標識ピリミジフェンのみに由来
する代謝物は 標識ピリミジフェンのみに由来する代謝物に比べ少なかった。

水溶性成分については、セルラーゼ処理後酢酸エチルで分配し、TLC 及び HPLC で放射
能の性質を調べたところ、

が示された。このセルラーゼ処理により両標識体共に
が認められたが、 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三井化学アグロ株式会社にある。

さらに、処理 90 日後の葉及び果皮のメタノール抽出残渣をジオキサン-2N HCl(90℃、3 時間)で処理し、そのろ液及び残渣について放射能を調べた。

りんご葉及び果皮のメタノール抽出残渣中放射能の性質

処理位置	分 画	メタノール抽出残渣中放射能に対する%	
		標識 ピリミジフェン	標識 ピリミジフェン
葉	MeOH 抽出残渣	100.0(4.2)	100.0(9.0)
	ろ 液	87.0(3.7)	63.4(5.7)
	中性成分	10.3(0.4)	21.9(2.0)
	酸性成分	30.4(1.3)	13.3(1.2)
	水溶性成分	46.4(2.0)	28.2(2.5)
	リグニン画分	8.4(0.4)	18.3(1.7)
	セルロース画分	1.3(<0.1)	5.5(0.5)
	その他の成分	3.3(0.1)	12.8(1.1)
果皮	MeOH 抽出残渣	100.0(6.7)	100.0(10.7)
	ろ 液	88.5(5.9)	71.4(7.6)
	中性成分	11.3(0.8)	36.5(3.9)
	酸性成分	31.0(2.1)	13.0(1.4)
	水溶性成分	46.2(3.1)	21.8(2.3)
	リグニン画分	4.6(0.3)	24.4(2.6)
	セルロース画分	4.8(0.3)	2.2(0.2)
	その他の成分	2.1(0.2)	2.0(0.2)

()内は処理放射能に対する割合(%)

ろ液中放射能は、いずれの試料も残渣中放射能の 63.4～88.5%と多く、これらは加水分解により遊離してきたものも多いと考えられる。また、生体成分であるリグニン及びセルロースにも一部取り込まれていることが認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリミジフェンのりんごにおける推定代謝分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(3) 大豆における代謝試験(土壌からの吸収移行性)

(資料 No.代謝4)

試験機関 三共(株)農薬研究所

報告書作成年 1992 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

方法: 標識ピリミジフェンまたは
エンを同量混合し、土壌 1000g(乾燥重量)に

標識ピリミジフェンに非標識ピリミジフ
の濃度で均一に処理した。処理土壌に、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

大豆幼苗を移植し温室(昼 28℃、夜 23℃)内で栽培した。移植 15 及び 30 日後に根部、茎葉部及び土壤中の放射能を測定した。

また、土壤中の代謝物の同定・定量を TLC を用いて行なった。なお、供試土壌は畑地土壌(野洲土)を用いた。

結 果:① 大豆幼苗への移行性

処理土壌より大豆幼苗への吸収移行性

標識化合物	移植 15 日後			移植 30 日後		
	茎葉部	根部	計	茎葉部	根部	計
標識 ピリミジフェン	0.02	0.13	0.15	0.02	0.25	0.27
ピリミジフェン	0.01	0.19	0.20	0.02	0.08	0.10
標識 ピリミジフェン	0.03	0.20	0.23	0.22	1.40	1.66
ピリミジフェン	0.04	0.20	0.24	0.01	0.20	0.21

数値は処理量に対する%(2 連データ)

ピリミジフェン処理土壌に大豆を栽培し、根からの吸収移行性を調べたところ、検出された放射能は処理量に対する%で、茎葉部が 0.01~0.22%、根部が 0.08~1.40%と僅かであり、ピリミジフェンは吸収、移行性の少ない化合物であることがわかった。また、標識ピリミジフェン及び 標識ピリミジフェンを用いたが、標識位置による差異は認められず、ピリミジフェン及びその代謝分解物の移行も極めて僅かであった。

② 土壌中放射能の消失

処理土壌における放射能の消失

標識化合物	移植 15 日後	移植 30 日後
標識 ピリミジフェン	88.2	80.6
標識 ピリミジフェン	86.6	83.7

数値は処理量に対する%

標識位置の違いによる消失速度の差は認められず、いずれも時系列的な減少を示した。これは、ピリミジフェンが光分解あるいは土壌微生物による分解等を受け、CO₂ 等の揮散性物質となり消失したものと考えられる。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

③ 土壌中放射能の性質

標識ピリミジフェン処理土壌における放射能の性質

化合物	移植 15 日後	移植 30 日後
メタノール抽出液		
ピリミジフェン	72.3	63.2
抽出残渣		
合計		

数値は処理放射能に対する割合(%)

標識ピリミジフェン処理土壌における放射能の性質

化合物	移植 15 日後	移植 30 日後
メタノール抽出液		
ピリミジフェン	61.0	58.7
抽出残渣		
合計		

数値は処理放射能に対する割合(%)

いずれの標識ピリミジフェン処理においても、土壌中放射能は時系列的に減少し、メタノールで抽出されない土壌結合放射能は時系列的に増加した。この結果から、土壌中でピリミジフェンの分解が進行し、CO₂等の揮散性物質または土壌結合物質となっていくものと考えられる。

また、いずれの標識ピリミジフェン処理においても、メタノール抽出液の放射能の大部分はピリミジフェンであった。代謝物として が
 検出されたが、 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三井化学アグロ株式会社にある。

3. 土壌中運命に関する試験

(1) 土壌における代謝試験(標識)

(資料 No.代謝5)

試験機関 ABC Laboratories, Inc.(米国)

報告書作成年 1993 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

供試土壌:砂壤土(米国カリフォルニア州柑橘農園)

物理化学的性質は次のとおりであった。

仮比重	有機物 含量	pH	陽イオン交 換容量	組成			土性	圃場容水量 (1/3 Bar)
				砂土	沈泥	粘土		
1.49 g/cm ³	0.6%	7.1	9.4 meq/100g	60%	26%	14%	砂壤土	10.73%

また、試験実施時の微生物活性は次のとおりであった。

計測時期	総コロニー数/g	真菌コロニー数/g
0 日	6.9×10 ⁵	1.9×10 ⁵
3 カ月	1.9×10 ⁶	2.1×10 ¹
6 カ月	4.3×10 ⁶	1.0×10 ³
9 カ月	1.5×10 ⁷	2.2×10 ⁶
12 カ月	5.1×10 ⁶	6.5×10 ⁵

方 法:50%圃場容水量に調製した土壌各 10g(乾土換算)を培養管に入れ 23 日間、25℃で好氣的に培養した。

培養後、培養管の土壌各 10g に検体を の濃度になるように添加した。

なお、対照として無処理の培養管を設けた。いずれの培養管の土壌も 75~80%圃場容水量

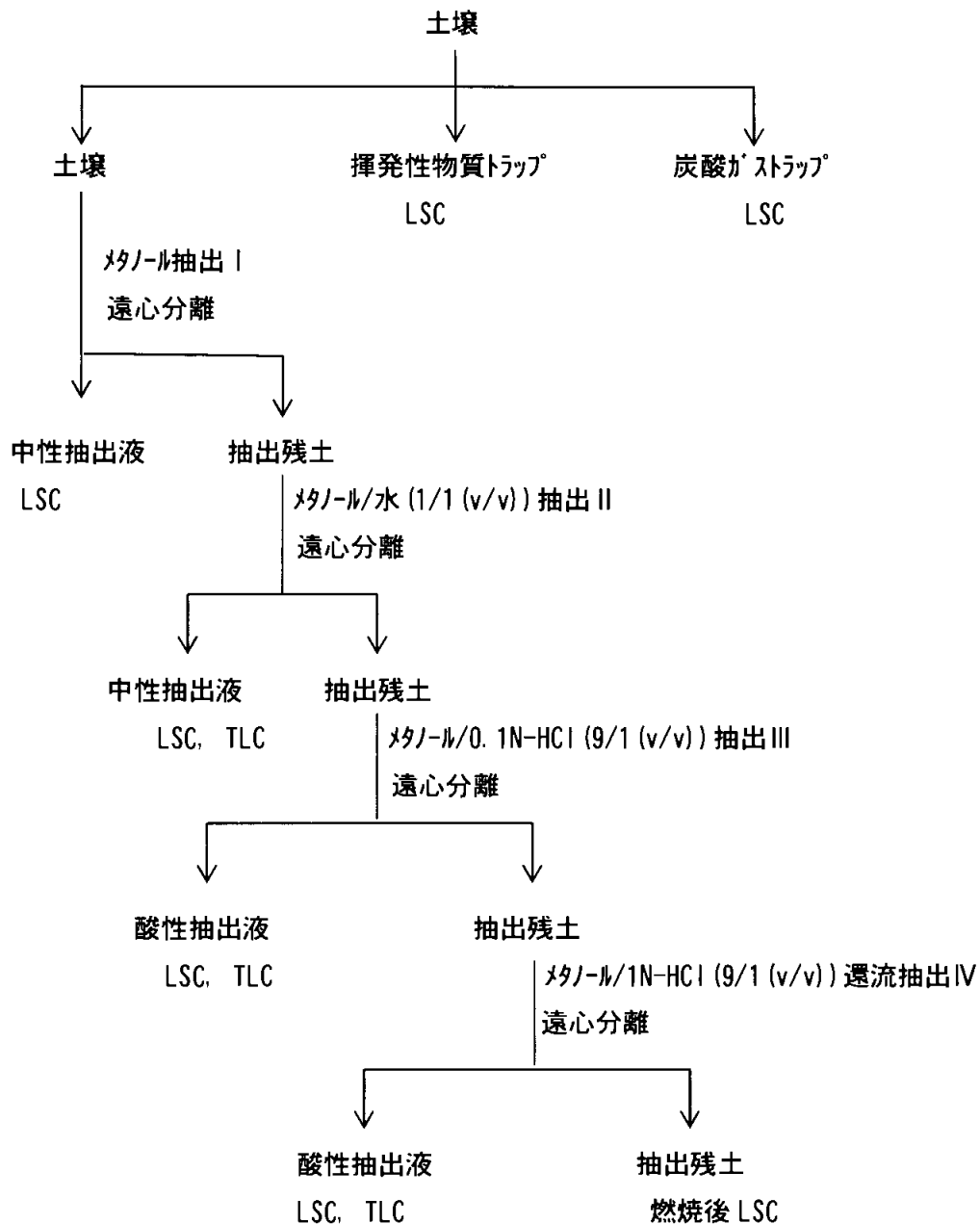
本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

に調製した。

処理及び無処理培養管毎に、25°C、暗所で代謝容器(metabolism vessel)に静置し、Ethylene Glycol Trap、1N H₂SO₄ Trap、1N KOH Trap 1 及び 1N KOH Trap 2 に通した。培養管を処理直後(0 日)、処理後 7 日、14 日、1 カ月、2 カ月、63 日¹⁾、3 カ月、4 カ月、6 カ月、9 カ月、12 カ月に採取し、土壌結合放射エネルギー及び土壌抽出放射エネルギーを測定し、TLC 及び HPLC を用い代謝物の同定及び定量を行った。また、各採取時期に揮発性放射エネルギーを測定した。

¹⁾ 処理後 62 日に温度異常が認められたため追加実施した。

分析操作のスキームは、以下の通りである。



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結果:各土壌採取時期における放射能の分布は次のとおりであった。

時 期	0 日	7 日	14 日	1 ヵ月	2 ヵ月	63 日	3 ヵ月	4 ヵ月	6 ヵ月	9 ヵ月	12 ヵ月	
総放射能	100	104	104	104	99.0	104	102	101	103	102	96.7	
累性 積放 揮射 発能	総計	<0.01	0.23	0.31	0.62	1.41	1.48	2.04	2.67	3.94	6.13	8.36
	トラップ I	<0.01	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
	トラップ II	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	トラップ III	<0.01	0.22	0.30	0.59	1.37	1.45	2.01	2.64	3.91	6.11	8.33
非抽出放射能	0.17	1.90	4.18	7.06	9.66	8.82	13.3	12.75	17.9	18.4	4.77	
抽 出 放 射 能	総計	99.8	102	99.7	96.0	87.9	93.6	87.0	85.6	80.8	77.3	83.6
	抽出 I	97.4	99.0	95.6	87.6	82.0	86.4	79.7	78.1	71.7	68.5	59.2
	抽出 II	2.48	3.38	4.11	8.33	5.88	7.21	7.31	7.41	9.05	8.82	10.1
	抽出 III	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7.21
	抽出 IV	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7.11

注) 表中の数値は、処理直後(0日)土壌の総放射能に対する%。

トラップ I ; Ethylene Glycol トラップ° トラップ II ; H₂SO₄ トラップ°

トラップ III ; KOH1 + KOH2 トラップ°

抽出 I ; メタノール抽出

抽出 II ; メタノール/水(1/1)抽出

抽出 III ; メタノール/0.1N-HCl(9/1)抽出

抽出 IV ; メタノール/1N-HCl(9/1)抽出

抽出放射能は、99.8%(0日)から 69.3%(12ヵ月、抽出III・IVを除く)に減少した。

非抽出放射能(土壌結合放射能)は、0.17%(0日)から 19.1%(12ヵ月、抽出III・IVを含む)に増加した。12ヵ月までの累積揮発性放射能は 8.36%であった。

各採取時期における土壌抽出物及び揮発性物質の同定・定量結果は次のとおりであった。

時 期	0 日	7 日	14 日	1 ヵ月	2 ヵ月	63 日	3 ヵ月	4 ヵ月	6 ヵ月	9 ヵ月	12 ヵ月
親化合物	94.4	96.2	91.0	79.9	75.9	79.2	68.0	64.6	60.9	57.5	43.9

注) 表中の数値は、処理直後(0日)土壌の総放射能に対する%

親化合物の本土壤中半減期は、348日であった。

主代謝物は であり、 が認められた。

揮発性物質としては、 が検出された。

なお、温度異常による本試験に対する影響は認められなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリジフェンの土壌における推定代謝分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(2) 土壌における代謝試験 (標識)

(資料 代謝6)

試験機関 ABC Laboratories, Inc. (米国)

報告書作成年 1993年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

供試土壌:砂壤土(米国カリフォルニア州柑橘農園)

物理化学的性質は次のとおりであった。

仮比重	有機物 含量	pH	陽イオン交 換容量	組 成			土性	圃場容水量 (1/3 Bar)
				砂土	沈泥	粘土		
1.49 g/cm ³	0.6%	7.1	9.4 meq/100g	60%	26%	14%	砂壤土	10.73%

また、試験実施時の非滅菌土壌及び滅菌土壌の微生物活性は次のとおりであった。

土壌	計測時期	総コロニー数/g	真菌コロニー数/g
非 滅 菌	0日	8.2x10 ⁵	1 x10 ³
	3カ月	9.5x10 ⁶	1.0x10 ⁶
	6カ月	3.5x10 ⁶	1.9x10 ⁵
	9カ月	2.7x10 ⁶	6.5x10 ⁵
	12カ月	9.9x10 ⁵	6 x10 ³
滅 菌	0日	0.0	0.0
	8カ月	4.3x10 ¹	0.0

方 法:[非滅菌土壌]

50%圃場容水量に調製した土壌各 10g(乾土換算)を培養管に入れ 26 日間、25°Cで好氣的に培養した。

培養後、培養管の土壌各 10g に検体を の濃度になるように添加した。

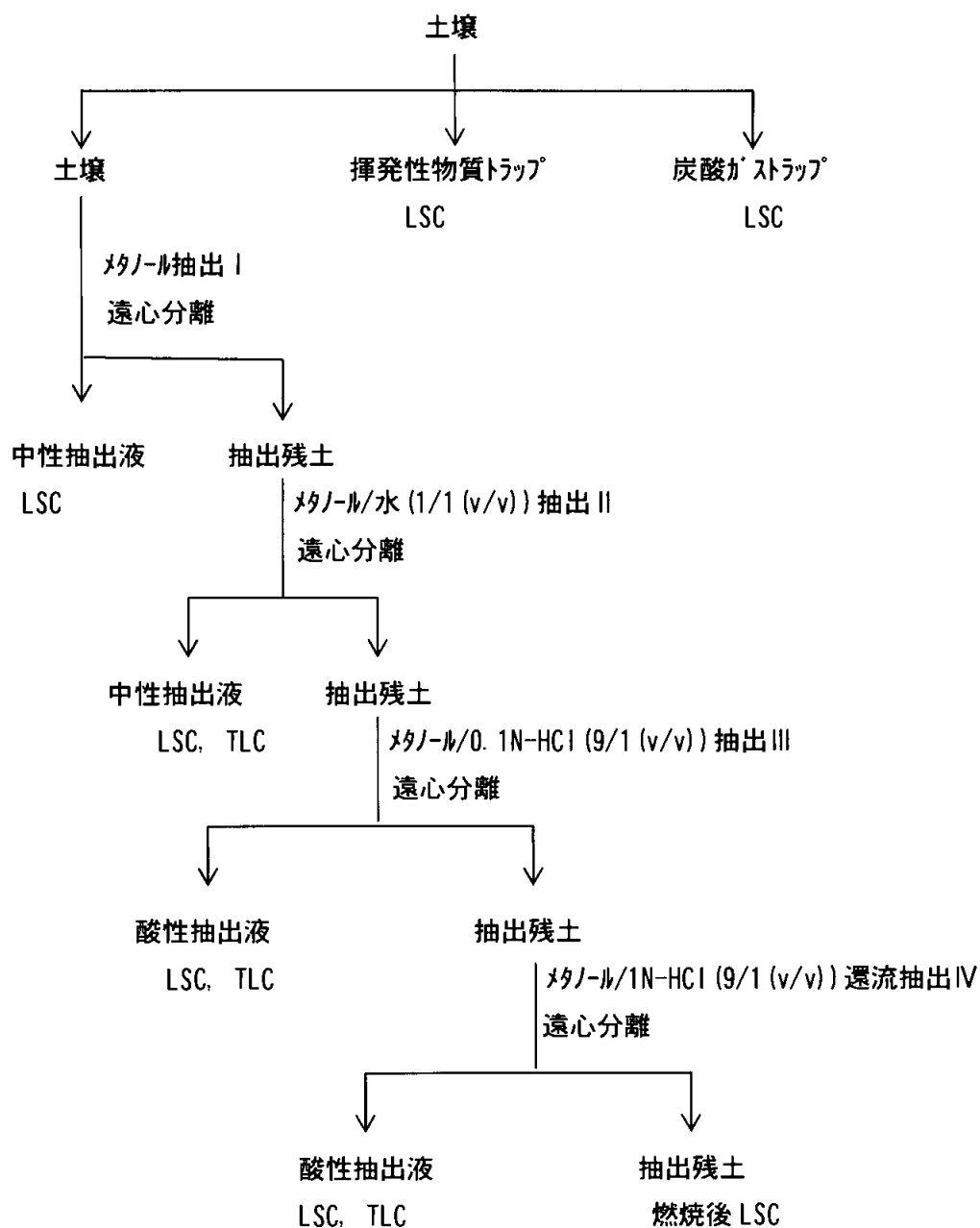
なお、対照として無処理の培養管を設けた。いずれの培養管の土壌も 75%圃場容水量に調製した。処理及び無処理培養管毎に、25°C、暗所で代謝容器(metabolism vessel)に静置し、

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

Ethylene Glycol Trap、1N H₂SO₄ Trap、1N KOH Trap 1 及び 1N KOH Trap 2 に通した。

培養管を処理直後(0日)、処理後7日、14日、1カ月、2カ月、3カ月、4カ月、6カ月、9カ月、12カ月に採取し、土壌結合放射エネルギー及び土壌抽出放射エネルギーを測定し、TLC及びHPLCを用い代謝物の同定及び定量を行った。また、各採取時期に揮発性放射エネルギーを測定した。

分析操作のスキームは、以下の通りである。



[滅菌土壌]

供試土壌を sodium azide(2g/200g 土壌)で滅菌し、土壌各 10g(乾土換算)を培養管に入れ、検体を ppm の濃度になるように添加した。

培養管は、25°C、暗所で代謝容器(metabolism vessel)に静置した。なお、滅菌状態を維持す

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

るために 0.22 μ m フィルターを通した空気を流入させた。

培養管を処理直後(0 日)、処理後 1 カ月、2 カ月、3 カ月、8 カ月に採取し、土壌結合放射能
及び土壌抽出放射能を測定し、TLC 及び HPLC を用い代謝物の同定及び定量を行った。
また、各採取時期に揮発性放射能を測定した。

結 果:[非滅菌土壌]

各土壌採取時期における放射能の分布は次のとおりであった。

時 期		0 日	7 日	14 日	1 カ月	2 カ月	3 カ月	4 カ月	6 カ月	9 カ月	12 カ月
総放射能		100	108	104	104	104	105	93.4	106	102	101
性累 放積 射揮 能発	総計	0.00	0.29	0.48	1.04	1.94	2.60	3.15	4.02	5.46	6.47
	トラップⅠ	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01	0.12	0.12
	トラップⅡ	0.00	0.00	0.00	0.04	0.04	0.05	0.07	0.07	0.09	0.09
	トラップⅢ	0.00	0.29	0.48	0.99	1.89	2.53	3.07	3.94	5.25	6.26
非抽出放射能		0.15	1.26	2.01	4.63	6.72	10.3	5.56	16.43	6.54	5.44
抽 出 放 射 能	総計	99.9	106	101	98.1	95.7	91.7	84.6	85.4	90.2	90.3
	抽出Ⅰ	96.8	103	97.1	93.0	88.9	82.3	79.1	74.6	64.0	59.9
	抽出Ⅱ	3.04	3.54	4.26	5.11	6.82	9.38	5.59	10.8	13.3	13.5
	抽出Ⅲ	—	—	—	—	—	—	—	—	9.71	10.3
	抽出Ⅳ	—	—	—	—	—	—	—	—	3.29	6.65

注) 表中の数値は、処理直後(0 日)土壌の総放射能に対する%。

トラップⅠ; Ethylene Glycol トラップ トラップⅡ; H₂SO₄ トラップ トラップⅢ; KOH1 + KOH2 トラップ
抽出Ⅰ; メタノール抽出 抽出Ⅱ; メタノール/水(1/1)抽出
抽出Ⅲ; メタノール/0.1N-HCl(9/1)抽出 抽出Ⅳ; メタノール/1N-HCl(9/1)抽出

抽出放射能は、99.9%(0 日)から 73.4%(12 カ月、抽出Ⅲ・Ⅳを除く)に減少した。

非抽出放射能(土壌結合放射能)は、0.15%(0 日)から 22.4%(12 カ月、抽出Ⅲ・Ⅳを含む)に増加した。12 カ月までの累積揮発性放射能は 6.47%であった。

各採取時期における土壌抽出物及び揮発性物質の同定・定量結果は次のとおりであった。

時 期	0 日	7 日	14 日	1 カ月	2 カ月	3 カ月	4 カ月	6 カ月	9 カ月	12 カ月
親化合物	94.0	99.0	89.6	90.2	82.6	69.6	59.3	57.9	38.4	33.2

注) 表中の数値は、処理直後(0 日)土壌の総放射能に対する%

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

親化合物の本土壌中半減期は、227 日であった。

主代謝物は、
であり、
が認められた。

揮発性物質としては、
が検出された。

[滅菌土壌]

各土壌採取時期における放射能の分布は次のとおりであった。

時 期		0 日	1 カ月	2 カ月	3 カ月	8 カ月
総放射能		100	103	104	102	101
累性 積放 揮射 発能	総計	0.00	0.00	0.00	0.00	0.16
	トラップ I	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	トラップ II	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	トラップ III	0.00	0.00	0.00	0.00	0.16
非抽出放射能		0.08	0.69	1.09	1.47	3.91
抽出 放射 能	総計	99.9	102	103	100	97.3
	抽出 I	98.0	100	101	99.2	92.6
	抽出 II	1.95	1.99	1.78	1.06	4.64

注) 表中の数値は、処理直後(0 日)土壌の総放射能に対する%。

トラップ I ; Ethylene Glycol トラップ° トラップ II ; H₂SO₄ トラップ°

トラップ III ; KOH1 + KOH2 トラップ°

抽出 I ; メタノール抽出

抽出 II ; メタノール/水(1/1)抽出

抽出放射能は、99.9%(0 日)から 97.3%(8 カ月)に減少した。非抽出放射能(土壌結合放射能)は、0.08%(0 日)から 3.91%(8 カ月)に増加した。8 カ月までの累積揮発性放射能は 0.16%であり、これは
によるものであった。

親化合物の本土壌中半減期は、1114 日であった。

しかし、本試験系では処理後 3 カ月以降に微生物による汚染が認められており、これらの分解は化学的分解でなく、細菌による分解であると考えられる。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェンの土壌における推定代謝分解経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

4. 水中運命に関する試験

(1) 水中光分解運命試験

(資料 No.代謝7)

試験機関 Huntingdon Life Sciences Ltd.,

[GLP 対応]

報告書作成年 2008 年

供試標識化合物:

化学構造及び標識位置:

構造式;

化学名; 5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-
エチル-4-ピリミジンアミン(CAS)

5-クロロ-N-[2-[4-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-
チルピリミジン-4-アミン(IUPAC)

比活性;

放射化学的純度;

被験物質の同一性: 高速液体クロマトグラフィー(HPLC)及び薄層クロマトグラフィー(TLC)
で確認した。

供試水: 蒸留水は、逆浸透圧により精製した後に蒸留して調製した。pH6.48 自然河川水は、
2005年9月14日に River Ouse, Huntingdon, Cambridgeshire, UKより採取した。水は、
使用前に 212 μ m のフィルターに通した。pH7.70 試験期間中に使用するすべての試験
容器、ガラス器具、緩衝液及びその他の実験器具は 121°Cで 20 分間、オートクレーブ
処理して滅菌した。

光源: キセノンアーク灯を備えた加速暴露装置で、フィルターを使用し 290 nm 以下の波長光
をカットした。従って、得られる発光スペクトルは自然太陽光とほぼ等しかった。

光強度: 平均 54.1 W/m² (波長範囲 300-400 nm)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

試験方法:

処理方法;溶解補助剤としてアセトニトリルを用いた。各標識化合物のアセトニトリル溶液を調製し、滅菌した供試水に添加した。処理水中の有機溶媒の割合は<1%であった。

試験濃度;被験物質の試験濃度は であつた。

試験温度及び期間;試験温度は $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ とした。試験期間は72時間とし、処理0(処理直後)、1、2、4、8、24、48及び72時間後に採取を行なつた。

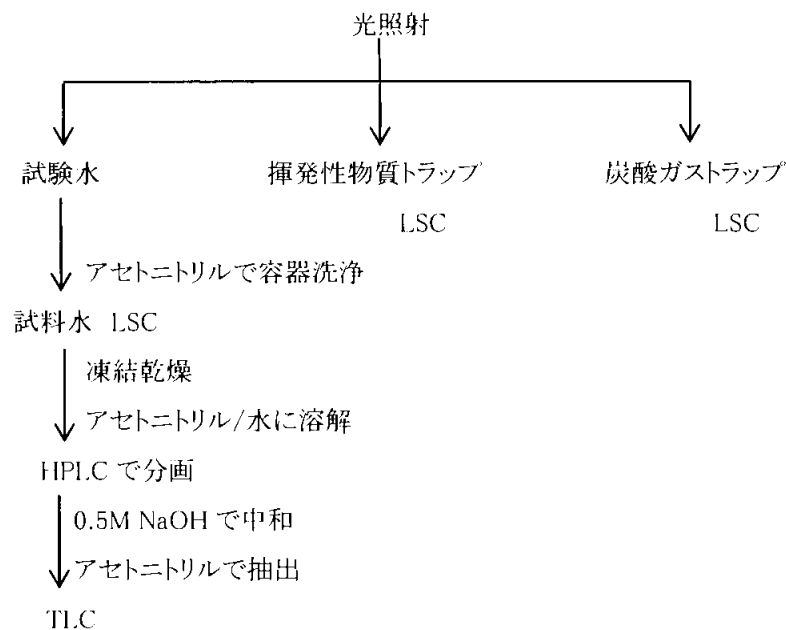
試験容器の材質・形状;

ホウケイ酸ガラス製、内径2.5cm、高さ8.0cmの円柱状。光照射群の容器には上面に石英ガラスの窓がセットされていた。上部に試験液の投入及び回収用の(テフロンで裏打ちされたスクリューキャップで閉められた)ねじ式の側管を装着した。

分析方法;あらかじめ重量測定したガラス容器に採取した試料を移し、各試験容器をアセトニトリルですすいで加えて総重量を測定した。採取した各試料中の放射能の測定は液体シンチレーションカウンター(LSC)で行い、分解物の同定や定量にはHPLC及びTLCを用いた。

半減期の算出方法;各標識化合物の消失割合から指数近似曲線を作成し、半減期及び太陽光換算半減期を算出した。

分析操作のフローチャートは以下の通りである。



分析操作のフローチャート

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結果:各標識化合物及び分解物の蒸留水及び自然河川水中での消長は次の通りであった。

[処理量に対する割合(%)]

[標識]ピリジフェン

採取期間(時間)		0	1	2	4	8	24	48	72	
蒸留水	ピリジフェン	98.4	36.1	10.9	25.4	0.6	0.2	0.4	0.6	
		物質収支								
	自然河川水	ピリジフェン	99.3	48.1	55.1	35.6	0.6	<0.1	<0.1	<0.1
		物質収支								

表中の値は処理量に対する割合(%)。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[標識]ピリジフェン

採取期間(時間)		0	1	2	4	8	24	48	72	
蒸留水	ピリジフェン	99.4	37.8	48.9	2.5	0.2	0.4	<0.1	<0.1	
		物質収支								
	自然河川水	ピリジフェン	99.2	52.2	27.1	35.4	16.2	0.1	<0.1	<0.1

表中の値は親化合物換算濃度(ppm)。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識化合物の蒸留水及び自然河川水における半減期(DT₅₀)及び太陽光換算半減期(DT₅₀)は次の通りであった。

	標識	光照射区		太陽光 ¹⁾ DT ₅₀ (時間)
		DT ₅₀ (時間)	DT ₉₀ (時間)	
蒸留水		1.15	3.82	8.00
		0.86	2.87	5.98
自然河川水		1.13	3.75	7.86
		3.55	11.8	24.7

¹⁾北緯 35° 春(4-6 月)の太陽光での換算値。

ピリジフェンの半減期(DT₅₀)は、蒸留水においては、[標識]で 1.15 時間(東京春季太陽光の 8.00 時間に相当)、[標識]で 0.86 時間(東京春季太陽光の 5.98 時間に相当)であった。また、自然河川水においては、[標識]1.13 時間(東京春季太陽光の 7.86 時間に相当)、[標識]で 3.55 時間(東京春季太陽光の 24.7 時間に相当)であった。

蒸留水の場合、光分解物の最大数は[標識]では試験 2 及び 8 時間に、[標識]では試験 8 時間に認められて、それぞれ であり、それぞれ であった。

自然河川水の場合、光分解物の最大数は[標識]では試験 8 時間に、[標識]では試験 24 時間に認められて、それぞれ であった。主要光分解物は と同定されて、それぞれ であった。

その他光分解物の大部分は、MS/MS 試験によってピリジフェンの によって形成されることが示された。

[標識]及び[標識]ピリジフェンを含む非照射群の無菌蒸留水及び自然河川水では、72 時間のインキュベーション期間を通して被験物質の分解は認められなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

水中での想定光分解経路は、次の通りであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

5. 光分解試験

(1) 太陽光における分解 (標識)

(資料 No.代謝8)

試験機関 三共株式会社農薬研究所

報告書作成年 1992年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

試験期間:1991年5月6日~9月13日

方法: 標識ピリミジフェンを となる様に石英ガラス製三角フラスコ (底φ6cm)の内面に塗布し、溶媒を除去して薄膜状とした後、太陽光に3日間暴露した。

は した。

試験終了後、 の放射能を測定した。

結果:光分解による は下表の通りであった。

残存放射能		3日間の積算照度
56.9%		57.27mwh/cm ²

注) 数値は処理量に対する%

ピリミジフェンはガラス板上で太陽光により 速やかに消失した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

(2) 太陽光における分解(標識)

(資料 No.代謝9)

試験機関 三井株式会社農薬研究所

報告書作成年 1992 年

供試標識化合物:

[標識ピリミジフェン]

構造式;

化学名;5-クロロ-N-[2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル]-6-エチルピリミジン-4-アミン

比活性;

放射化学的純度;

試験期間:1991 年5月6日~9月 13 日

方法: 標識ピリミジフェンを DF 化し、その 4000 倍希釈液をガラスシャーレに塗布し溶媒を除去して薄膜状にした後、太陽光に曝した。 標識ピリミジフェンの処理量は として。24 時間及び 72 時間太陽光に曝した後、サンプリングし、放射能を測定した。

中性及び酸性の酢酸エチル可溶性物質と水溶性物質に分けて分析し、分解物の同定を行った。

結果:次表に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

標識ピリミジフェン処理における親化合物及びその分解物の生成比

化合物	処理放射能に対する%	
	暴露 24 時間	暴露 72 時間
中性成分		
ピリミジフェン	12.6	0.9
酸性成分		
水溶性成分		
消失放射能		
積算照度(mwh/cm ²)	19.15	68.83

ピリミジフェンはガラス板上で太陽光により分解を受け、

が生成した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

6. 土壌吸着性試験

(資料 No.環境1)

試験場所 (財) 日本食品分析センター

報告書作成年 1992 年

検体の純度:

供試土壌:

項目	I	II	III	IV
OECD Soil type	3 に近似	2 に近似	5 に近似	7 に近似
土壌群名	-	細粒黄色土	-	-
採取場所	十勝農業試験場	福島農業試験場	岡山農業試験場	植防 宮崎試験農場
土性	埴壤土	埴壤土	砂質埴壤土	砂土
砂%	57.1	53.4	60.5	87.1
シルト%	21.5	22.8	17.5	5.7
粘土%	21.4	23.8	22.0	7.2
有機炭素含有率	2.56	1.08	0.69	1.50
pH (H ₂ O)	6.2	7.6	6.7	7.2
pH (KCl)	5.8	6.7	5.5	6.3
C.E.C. me/100g	11.7	13.5	8.7	7.0
りん酸吸収係数	1330	540	350	660
粘土鉱物の種類	アロフェン パーミキュライト	カオリン鉱物 パーミキュライト	ハロイサイト	ハロイサイト
土壌水分含量	6.6	2.4	2.7	1.7

方 法: 本試験は「OECD 試験方針-106-吸着/脱着」に準拠して行った。

試験溶液の濃度; 0.58200、0.31650、0.14800 及び 0.07445ppm

吸着平衡試験; 各供試土壌を純水を用いて 24 時間平衡化後、0.31650ppm の試験溶液を用いてそれぞれ 4、8、16 時間振とうし、各経過時間における水相の濃度を測定した。

吸着等温試験; 各供試土壌を純水を用いて 24 時間平衡化後、4 濃度の試験溶液を用いて吸着平衡試験により得られる平衡化時間分だけ振とうし、各試験溶液の水相の濃度を測定し、土壌吸着量を算出した。

各供試土壌におけるこれらのデータをフロインドリッヒの吸着等温式に当てはめ、吸着指数 $1/n$ 、吸着平衡定数 K_F^{ads} 、水相濃度と土壌中濃度の相関係数 r 、有機炭素含有率 $oc\%$ 、有機炭素吸着係数 $K_F^{ads,oc}$ を求めた。

物質収支(回収率); 吸着等温試験の、0.31650ppm の試験溶液について吸着平衡後の水相及び固相中の試験物質量を測定し、両者の含量と初期添加量との関係から得られる回収率を物質収支とした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

結 果:

平衡化時間;16 時間

吸着等温試験;

	採取場所	土 性	1/n	K_f^{ads}	r	OC%	$K_f^{ads} \cdot 1)$
I	十勝農試	埴壤土	0.978	115.61	0.99738	2.56	4516
II	福島農試	埴壤土	1.104	224.36	0.99818	1.08	20774
III	岡山農試	砂質埴壤土	0.924	442.63	0.97242	0.69	64149
IV	植防宮崎	砂 土	1.143	601.44	0.99164	1.50	40096

$$1) K_f^{ads_{oc}} = K_f^{ads} \times 100 / \%OC$$

物質収支;89.2 ~ 100.8%

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

7. 加水分解性試験

(資料 No.環境2)

試験場所 (株)UBE 科学分析センター

報告書作成年 1991 年

検体の純度:

方法: JIS 試薬の緩衝液(pH 4.0、7.0、9.0)を用いてピリミジフェン1ppm 溶液を調製し、加速試験(50°C、5 日間)を行った。

試験後の含量は、ベンゾフェノンを用いた内標準物質とする内標準法により HPLC 法で定量し、試験開始時の含量を基準にして分解率を求めた。

結果:

	pH	分解率(%)
I	4.0	1.0
II	7.0	5.4
III	9.0	5.2

いずれの pH においても、ピリミジフェンは水中で安定であり、半減期はいずれの pH においても1年以上(25°C)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三井化学アグロ株式会社にある。

8. 水中光分解試験

(資料 No.環境3)

試験場所 (株)UBE 科学分析センター

報告書作成年 1993 年

検体の純度:

方法:ピリミジフェンを、超純水及び河川水を用いて2ppm の濃度となるよう調製し、これをガラス製のアンプルに封入する。このアンプルに人工光(東芝製ケミカルランプ: λ_{max} 352nm)を照射し、経時的に試験試料を採取、含量を測定した。

さらに、照射時間と残存率から回帰式を作成し、半減期を算出した。

また、それぞれの試験水についてアンプルを遮光した対照区を設けた。

定量は、ベンゾフェノンの内標準物質とする内標準法により、HPLC 法で行った。

結果:

	推 定 半 減 期	
	射光区	対照区
超純水	38.0 時間	分解せず
河川水	41.3 時間	分解せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

9. 魚類における濃縮性

(資料 No.環境4)

試験場所 (財) 日本食品分析センター

報告書作成年 1993 年

供試生物	コイ、体長 12~13cm、体重 40~55g、1 群 15 尾			
供試薬剤	標準品			
試験濃度	0、0.05、0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$			
試験期間	8週間			
試験方法	試験方式	流水式		
	流量	38L/時間		
	換水率	18回/日		
	試験魚数/試験水量	15尾/50L		
	照明	16時間/日		
	通気	400mL/分		
	水温	20.0 ~ 23.9 $^{\circ}\text{C}$		
	pH	6.8 ~ 7.5		
	溶存酸素	6.7 ~ 8.4mg/L		
検体の分析法	HPLC 法			
結果	試験区	0.05 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.5 $\mu\text{g}/\text{L}$	
	試験水の 検体濃度	0~2 週	0.049 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.38 $\mu\text{g}/\text{L}$
		0~4 週	0.056 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.40 $\mu\text{g}/\text{L}$
		0~6 週	0.055 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.42 $\mu\text{g}/\text{L}$
		0~8 週	0.055 $\mu\text{g}/\text{L}$	0.45 $\mu\text{g}/\text{L}$
	試験魚の 検体濃度	2 週	17.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	43.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$
		4 週	17.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$	55.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$
		6 週	23.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$	81.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$
		8 週	25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$	64.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	濃縮倍数	2 週	350	110
		4 週	320	140
		6 週	430	190
		8 週	450	140
生物濃縮係数	4~8 週	400	160	
結論	本剤は両濃度区で濃縮性の程度はほぼ同等と考えられ、コイにおける蓄積性は認められなかった(申請者考察)。			

試験方法は、OECD 化学品テストガイドライン 305C 流水式試験(MITI 法)、1981 年に準拠した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

代謝分解のまとめ

ピリミジフェンの哺乳動物、植物及び土壌における代謝、分解、残留等の要約は下記のとおりであり、代謝経路及び結果の概要は次々頁以降に示した。

動物代謝

本剤は、ラットにより急速に吸収され、投与後 4 日以内に総投与量の 90%以上が尿及び糞中に排泄された。雌雄ラットとも尿よりも糞中排泄が多かった。胆汁中には投与後 2 日で雌雄とも総投与量の約 80%以上が排泄され、腸肝循環が優勢であった。なお、本剤の経口投与における吸収率は 90%以上であると考えられる。

各組織中に分布する放射エネルギーは経時的に減少し、投与後 5 日に各組織中に分布する放射エネルギーは総投与量の 5%以下と僅かであり、本剤は蓄積性がないことが認められた。

本剤の主要代謝物は であり、
これらは排泄物、胆汁及び肝中から認められた。また、
も検出された。

植物代謝

本剤を、みかん及びりんごの葉に処理したところ、本剤は処理 6 日以内の速やかな分解(半減期:みかん 4 日、りんご 2~3 日)と、6 日以降の比較的ゆるやかな分解(半減期:みかん 20~25 日、りんご 25~35 日)の 2 相性を示した。また、両作物とも、系外に消失する放射能は処理 30 日後で 50%以上と多く、処理葉から無処理葉及び無処理果実へ移行した放射能濃度は処理濃度の 1/1000 以下であった。

果実処理の場合も、本剤は急速に分解し、可食部への放射能の移行もわずかであった。

みかん及びりんごとも、 が検出されたがこれらはさらに
代謝を受け と推定される。

なお、ガラス表面における光分解試験の結果から、本剤は太陽光によって にまで急速に分解され
ることが認められている。

さらに、本剤の土壌からの大豆への移行性を調べたが、本剤及び代謝物の大豆への移行は極めてわずかであった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

土壌代謝

好気性非滅菌土壌(米国カリフォルニア州柑橘農園土壌)中で、本剤は微生物分解を受け、最終的にCO₂にまで分解される。土壌中半減期は、227～348 日であった。また、主代謝物は であり、 の生成が認められた。

滅菌土壌中では分解されず、土壌中で化学分解を受けないことが判明した。

なお、国内で実施した土壌残留試験の半減期は、圃場試験では 5～9 日、容器内試験では 36～47 H であり、比較的早い速度で分解を受けることが認められている。

環 境

本剤は水中で安定であり、土壌吸着性の指標である $K_{f,ads_{oc}}$ は4516～64149であった。また、水中光分解における半減期は東京春季太陽光に換算して5.96～24.7時間であり、魚類における濃縮係数は450と低い値であった。

このように、本剤は加水分解されにくいが高土壌吸着性が高く、水中で速やかに光分解され、生物濃縮は低いことが認められた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

ピリミジフェンの動植物等における代謝分解経路図

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

代謝分解の概要

[動物:ラット]

標識化合物	投与方法	投与量	経過時間	部位	性	回収率 [糞尿 合計]	代謝分解物							
							親化合物							
標識 ピリミンフェン	単回 経口 投与	1 mg/kg	72 時間	尿	雄	36.25	—							
					雌	23.90	—							
				糞	雄	58.66 [94.91]	1.41 (1.49)							
					雌	66.89 [90.79]	2.38 (2.62)							
		尿		雄	38.92	—								
				雌	25.17	—								
	糞	雄		54.55 [93.47]	2.18 (2.33)									
		雌		61.51 [86.68]	1.25 (1.44)									
	反復 経口 投与	1 mg/kg		尿	雄	46.78	—							
					雌	27.49	—							
		糞		雄	43.50 [90.28]	2.04 (2.26)								
				雌	57.77 [85.26]	0.50 (0.59)								

数値は処理放射能に対する割合(%) ()内の数値は総回収放射能に対する割合(%)

— 非検出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[動物:ラット]

標識化合物	投与方法	投与量	経過時間	部位	性	回収率 [糞尿 合計]	代謝分解物							
							親化合物							
標識 ピリミジフェン	単回 経口 投与	1 mg/kg	72 時間	尿	雄	42.94	—							
					雌	24.64	—							
				糞	雄	49.50 [92.44]	1.93 (2.09)							
					雌	63.93 [88.57]	2.40 (2.71)							
		尿		雄	36.14	—								
				雌	17.32	—								
		糞		雄	60.93 [97.07]	1.68 (1.73)								
				雌	66.18 [83.50]	2.56 (3.07)								
		10 mg/kg												

数値は処理放射能に対する割合(%) ()内の数値は総回収放射能に対する割合(%)

— 非検出

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[植物:みかん]

標識化合物	処理	部位	経過 日数	回収率	代 謝 分 解 物 a														
					親化合物														
標識 ピリシフェン	果実 処理	可 食 部	90 日	2.1 [0.002]	<0.1 (<0.2) [<0.001]														
		果 皮		46.2 [0.243]	8.1 (16.7) [0.041]														
	葉 面 処 理	葉		32.4 [4.201]	6.1 (18.8) [0.790]														
標識 ピリシフェン	果実 処理	可 食 部		1.0 [0.001]	0.1 (0.2) [<0.001]														
		果 皮		41.7 [0.184]	7.5 (17.6) [0.034]														
	葉 面 処 理	葉		35.3 [3.427]	6.4 (18.1) [0.621]														

数値は処理放射能に対する割合(%) ()内の数値は総回収放射能に対する割合(TRR%) []内の数値は濃度(ppm) - 非検出

果皮及び葉は、メタノール洗液及びメタノール抽出液中の代謝物の合計

a 抱合体を含む

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[植物:りんご]

標識化合物	処理	部位 a	経過 日数	回収率	代 謝 分 解 物 b														
					親化合物														
標識 ピリミシ'フェン	果実 処理	可 食部	90 日	9.3 [0.009]	<0.1 (<0.3) [<0.001]														
		果 皮		26.4 [0.403]	2.5 (7.0) [0.038]														
	葉面 処理	葉		29.6 [4.527]	4.1 (13.8) [0.628]														
標識 ピリミシ'フェン	果実 処理	可 食部		7.1 [0.005]	<0.1 (<0.4) [<0.001]														
		果 皮		17.4 [0.226]	1.8 (7.2) [0.023]														
	葉面 処理	葉		19.0 [2.829]	4.2 (22.1) [0.625]														

数値は処理放射能に対する割合(%) ()内の数値は総回収放射能に対する割合(TRR%) []内の数値は濃度(ppm) - 非検出

果皮及び葉は、メタノール洗液及びメタノール抽出液中の代謝物の合計

a 可食部は、果皮、へた、花おち、芯を除く果実

b 抱合体を含む

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[土 壤]

土 壤	処 理	経過 月数	回収 率	代 謝 分 解 物															
				親化合物															
畑地 土壌	土壌混和 標識 ピリミシフェン	6か月	106	57.9 (0.546)															
		12か月	101	33.2 (0.329)															
	土壌混和 標識 ピリミシフェン	6か月	103	60.9 (0.591)															
		12か月	96.7	43.9 (0.454)															

数値は処理放射能に対する割合(%) ()内の数値は濃度(ppm)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任は三井化学アグロ株式会社にある。

[付]ピリミジフェンの開発年表