

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

2) [ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのラットにおける代謝試験

(資料 No. 代謝-2)

試験実施機関:

[GLP 対応]

報告書作成年: 2013 年

供試標識化合物:

化学名: *tert*-ブチル-(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ヒリゾル)カルバマート

II.	[ <sup>14</sup> C]ピカルブトラゾクス 比放射能: 放射化学的純度: *: <sup>14</sup> C標識位置
-----	--

標識位置の選択の理由:

供試動物:

ラット (Sprague-Dawley CD (SD)、投与時に 6~9 週齢)

体重: 雄 (213~240g)、雌 (197~228g)

実験群:

ピカルブトラゾクスの標識体 ( 標識) を下表に示す各実験群でラットに投与した。経口経路を当該化合物の人への暴露経路と想定されるものとして選択した。投与量は亜急性毒性試験を基に、無毒性量 (NOEL: 1 mg/kg) を低用量として実験を行った。

投与薬液は、標識体ピカルブトラゾクスを同位体希釈せずに使用した。標識体ピカルブトラゾクス溶液を分取し、窒素気流下で溶媒を除去して被験物質を超音波とマグネチックスターラーで 5%アラビアゴム水溶液に懸濁した。

実験群	標識位置 比放射能	供試動物数 (体重範囲)*	投与量 (mg/kg)	投与方法	試験項目
1	標識 雌雄共:	雄 4 匹 (216~229 g) 雌 4 匹 (213~224 g)	低用量 雄: 1.02~1.04 雌: 1.02~1.03	単回経口	96 時間、尿、糞排泄率 96 時間後組織内分布 排泄物定量分析
2	標識 雌雄共:	雄 28 匹 (213~240 g) 雌 28 匹 (197~228 g)	低用量 雄: 0.87~1.08 雌: 1.01~1.09	単回経口	72 時間 血中(全血、血漿)濃度

\*: 投与時の体重範囲

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

a. 排泄バランス (実験群 : 1)

実験方法 :

[  $^{14}\text{C}$ ]ピカルブトラゾクスを 1 mg/kg (1 群) でラット (各性 4 匹) に単回強制経口投与した。尿は投与後 0~6、6~12、12~24 時間、その後 24 時間間隔で 96 時間まで採取した。糞は、24 時間間隔で 96 時間まで採取した。投与後 96 時間にラットを屠殺し、下記の臓器または組織を採取した。

屠殺直前、動物にイソフルランで軽微な麻酔をかけ、血液を心臓穿刺によりヘパリン処理したチューブに採取した。一部を全血中放射能濃度の測定およびパックドセルボリューム (ヘマトクリット) の測定のため分取した。その残りを遠心分離して血漿を採取し、全血および血漿の放射能分析を行った。血球の濃度は、全血中の濃度およびヘマトクリットから算出した。尿は直接、糞は 2 回、 2 回、 1 回で計 5 回抽出し (抽出液 1~5)、残りを抽出残渣として放射能を測定した。組織は一部もしくは全量を溶解または燃焼処理して放射能を測定した。

放射能測定を実施した臓器または組織 :

副腎、骨 (大腿)、骨髓、脳、脂肪 (腹部)、消化管および内容物、心臓、腎臓、肝臓、肺、筋肉 (大腿)、卵巣 (雌)、下垂体、膵臓、前立腺 (雄)、屍体、皮膚 (背部)、脾臓、精巣 (雄)、胸腺、甲状腺および子宮 (雌)

試験結果 :

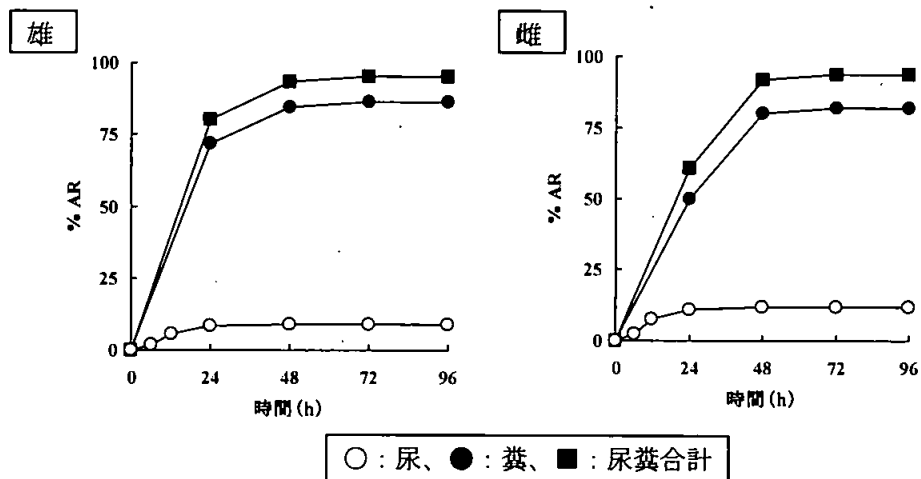
排泄バランスを以下に示す。数値は投与量に対する回収率 (%AR) で表す。

単位 : %AR

投与群		1 群	
投与量		1 mg/kg	
採取時間		雄	雌
尿	0~6	1.7	2.4
	6~12	4.1	5.1
	12~24	2.7	3.2
	24~48	0.4	1.1
	48~72	0.1	0.1
	72~96	0.0	0.1
	小計	9.0	12.0
ケージ洗浄液		0.3	0.8
糞	0~24	72.0	50.0
	24~48	12.8	30.2
	48~72	1.5	1.6
	72~96	0.2	0.2
	小計	86.4	82.0
体内残留		0.2	0.3
呼気		0.1	0.1
総計		96.0	95.1

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

低用量単回経口投与



[  $^{14}\text{C}$ ]ピカルブトラゾクスを1 mg/kgで単回経口投与した(1群)。投与後96時間で、尿中排泄は、雄、雌それぞれ9.0% ARおよび12.0% ARであった。ほとんどの尿中放射能は48時間までに排泄された(雄:8.9% AR、雌:11.8% AR)。糞中排泄は、雄、雌それぞれ86.4% ARおよび82.0% ARであった。ほとんどの糞中放射能も48時間までに排泄された(雄:84.74% AR、雌:80.2% AR)。放射能の総排泄は早く、0~48時間で雄、雌それぞれ93.6% ARおよび92.0% AR排泄された。投与後96時間での屠殺で組織中に放射能は、ほとんど検出されなかった。呼気中の放射能は、ほとんど無かった(雄、雌共に0.1% AR)。放射能の総回収は、雄、雌それぞれ、96.0% ARおよび95.1% ARであった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

投与後 96 時間の屠殺時における各組織中の放射能濃度（親化合物換算濃度： $\mu\text{g eq./g}$ ）および投与量に対する割合(% AR)を以下に示す。

単位： $\mu\text{g eq./g}$ 、(% AR)

組織	雄		雌	
血漿	0.001	(0.01)	0.002	(0.01)
全血	0.002	(0.02)	0.003	(0.03)
血球	0.004	(0.01)	0.006	(0.02)
脳	nd		nc	
心臓	0.002	(0.00)	0.002	(0.00)
腎臓	0.006	(0.01)	0.009	(0.01)
肝臓	0.024	(0.13)	0.035	(0.15)
肺	0.002	(0.00)	0.002	(0.00)
膵臓	nc		0.002	(0.00)
脾臓	0.001	(0.00)	0.002	(0.00)
副腎	nc		0.008	(0.00)
下垂体	nd		nd	
胸腺	nd		0.001	(0.00)
甲状腺	nd		nd	
前立腺/卵巣	nc		nd	
精巣/子宮	nd		0.002	(0.00)
骨(大腿)	nd		nc	
骨髄	nd		nd	
脂肪(腹部)	0.001	(0.01)	0.003	(0.03)
消化管および内容物	0.003	(0.03)	0.004	(0.04)
筋肉(大腿)	nd		nc	
皮膚(背部)	0.002	(0.04)	0.002	(0.03)
屍体	nd		0.001	(0.09)

nd: 不検出

nc: 計算せず (試料の 50%以上が検出限界未満のため)

投与 96 時間後の組織中の放射能濃度は低かった。その内、最も濃度の高い組織は肝臓で、雄、雌それぞれ  $0.024 \mu\text{g eq./g}$  および  $0.035 \mu\text{g eq./g}$  であった。全血中の濃度は、 $0.002 \sim 0.003 \mu\text{g eq./g}$  であり、血漿中濃度は  $0.001 \sim 0.002 \mu\text{g eq./g}$  であった。その他の全ての組織中の放射能濃度は  $0.009 \mu\text{g eq./g}$  未満もしくは不検出であった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

b. 血中動態 (実験群 : 2)

実験方法 :

[  $^{14}\text{C}$ ]ピカルブトラゾクスを 56 匹の動物 (各群 雄 28 匹、雌 28 匹) に 1 mg/kg (2 群) で単回経口投与した。各群の動物は、8 匹 (各性 4 匹) を 7 つのサブグループに分割した。通常の血液試料 (約 1 mL) は尾静脈から採取し、最終血液試料は心臓穿刺によって採取した。血液試料は、各群より以下の時間に、ヘパリン処理したチューブに採取した。

サブグループ 1 :	投与前、9 時間
サブグループ 2 :	0.5、12 時間
サブグループ 3 :	1、15 時間
サブグループ 4 :	2、24 時間
サブグループ 5 :	3、48 時間
サブグループ 6 :	4、72 時間
サブグループ 7 :	6 時間

全体の採取スケジュール : 投与前、0.5、1、2、3、4、6、9、12、15、24、48、72 時間

採取した全血を遠心分離によって血漿と血球に分離した。血漿は直接、全血は燃焼後放射能を測定した。

試験結果 :

被験物質の単回経口投与における血漿中放射能濃度の経時変化を下表に示す。

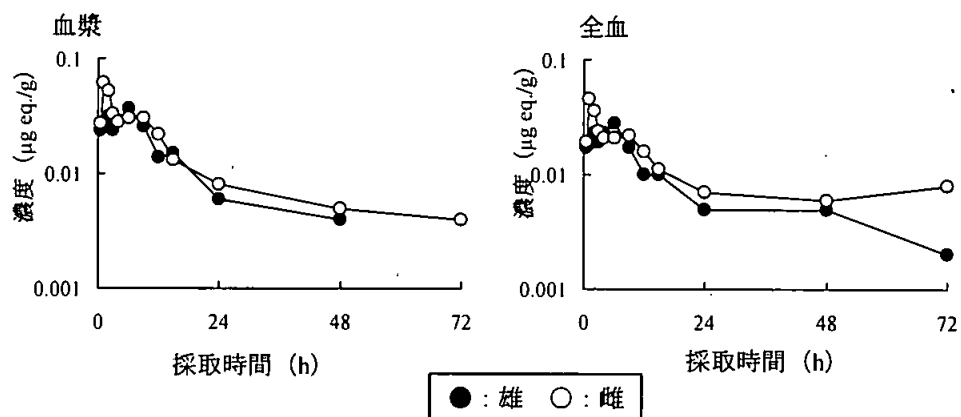
単位 :  $\mu\text{g eq./g}$

採取時間 (h)	低用量 単回経口 (1 mg/kg)			
	血漿		全血	
	雄	雌	雄	雌
投与前	nd	nd	nd	nd
0.5	0.024	0.027	0.017	0.019
1	0.025	0.062	0.018	0.045
2	0.031	0.052	0.023	0.036
3	0.024	0.033	0.019	0.024
4	0.029	0.028	0.023	0.021
6	0.037	0.030	0.028	0.021
9	0.026	0.030	0.017	0.022
12	0.014	0.022	0.010	0.016
15	0.015	0.013	0.010	0.011
24	0.006	0.008	0.005	0.007
48	0.004	0.005	0.005	0.006
72	nc	0.004	0.002	0.008

nd: 不検出

nc: 計算せず (試料の 50%以上が検出限界未満のため)

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。



[  $^{14}\text{C}$  ]ピカルブトラゾクス投与におけるラットの血漿および全血中薬物動態学的パラメータ下表に示す。

	低用量 (1 mg/kg)			
	血漿		全血	
	雄	雌	雄	雌
$C_{\max}$ ( $\mu\text{g eq./g}$ )	0.037	0.062	0.028	0.045
$T_{\max}$ (h)	6	1	6	1
$\text{AUC}_{\text{inf}}$ ( $\mu\text{g}\cdot\text{h/g}$ )	0.659	0.904	0.598	1.070
$k$ (1/h)	0.0497	0.0371	0.0323	0.0230
$T_{1/2}$ (h)	13.9	18.7	21.4	30.1
$R^2$	0.827	0.832	0.821	0.614

[  $^{14}\text{C}$  ]ピカルブトラゾクスを 1 mg/kg で単回経口投与後、雄は 6 時間 (0.037  $\mu\text{g eq./g}$ )、雌は 1 時間 (0.062  $\mu\text{g eq./g}$ ) で最大血漿中放射能濃度 ( $C_{\max}$ ) に達した。最大全血中放射能濃度も同様に雄は 6 時間 (0.028  $\mu\text{g eq./g}$ )、雌は 1 時間 (0.045  $\mu\text{g eq./g}$ ) で達した。

最高濃度到達時間 ( $T_{\max}$ ) は雄 (6 時間) が雌 (1 時間) と比較して遅かった。暴露量を示す動態パラメータ分析の  $\text{AUC}_{\text{inf}}$  は血漿で、雄より雌が 1.4 倍高く、全血で雄より雌が 1.8 倍高かった。

$\text{AUC}_{\text{inf}}$  を用いて全血-血漿比を算出した結果、雄、雌それぞれ、0.91 および 1.2 であった。これらの結果は、血球への放射能の分布が血漿へのそれと同等であることを示唆するものであった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

c. 排泄物中の代謝物 (実験群: I)

実験方法:

低用量 (I 群) の尿は、試料容量に応じて合わせて、分析試料 (0~48 時間) を各性毎に調製した。尿試料は遠心分離し、HPLC 分析を行った。

また尿試料は酵素処理を行った。

糞は抽出液 (排泄バランスの抽出液 1~5) を容量比によって、各性 0~48 時間を合わせて、分析試料を調製した。抽出液の一部を で濃縮乾固し、に再溶解し遠心分離後、HPLC 分析を行った。

更に雄では、各採取時間 (0~24 時間および 24~48 時間) の糞抽出液 1~5 を容量比によってまとめた試料を調製した。抽出液の一部を濃縮乾固し、に再溶解し遠心分離後、HPLC 分析を行った。

放射性化合物、逆相 HPLC を使って分析し、通常フラクションコレクターによって分取した画分の放射エネルギーを基に定量した。化合物が非常に近接して溶出され、フラクションコレクターによって正確に分画・定量出来ない時 (放射能が十分に高レベルで含まれる場合) には、HPLC データ処理 (Laura radiotrace) による積算とフラクションコレクターによる分画・定量のデータを合わせて計算した。

試験結果:

尿中代謝物の分析において、放射性化合物のプロファイルに質的性差は見受けられなかった。親化合物は尿中に検出されなかった。複数の放射性代謝物が検出され、最大の代謝物は、 と合致した。さらに 2 つの尿中代謝物が参照物質とのコクロマトグラフィーによって と同定された。その他の検出された尿中代謝物は、最大で であり、主要な未知代謝物はなかった。

尿の 後において代謝物プロファイルに大きな変化が起こらなかったことから、尿中に がほとんど存在しないことが示された。

糞中代謝物の分析において放射性化合物のプロファイルに大きな性差は無かった。親化合物は、2.8~3.9% AR であった。5% AR 以上の主要代謝物が、 と合致した。その他に 2 つの代謝物が と合致し、両者の合計値は、雄、雌の糞でそれぞれ であった。更に、3 つの代謝物が参照物質とのコクロマトグラフで と同定された。その他の検出された糞中代謝物は、各々であった。主要未知代謝物はなかった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

尿中代謝物の分析

単位：%AR

代謝物	雄				雌			
	未処理	対照区	酵素 処理区	阻害区	未処理	対照区	酵素 処理区	阻害区
% AR								
その他								

糞中代謝物の分析

単位：%AR

代謝物	雄			雌
	0-24h	24-48h	0-48h	0-48h
% AR				
Fx10.2 (ピカルブトラソクス)	2.4	0.1	2.8	3.9
その他				



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

排泄物中代謝物の定量

単位：%AR

代謝物	雄			雌		
	尿	糞*	合計	尿	糞	合計
%AR						
ピカルブトラゾクス	nd	2.8	2.8	nd	3.9	3.9
同定された代謝物の合計						
未知代謝物の合計						
未知代謝物の最大値						

\*： 0-48h の分析値

nd： 不検出

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのラットにおける推定代謝経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

## 2. 植物代謝に関する試験

### 1) きゅうりにおける代謝試験

#### ① [ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクスのきゅうりにおける代謝試験

(資料 No. 代謝-3)

試験実施機関：日本曹達(株)

[GLP 対応]

報告書作成年：2014 年

供試標識化合物：

化学名：*tert*-ブチル-(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾール)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ヒリゾール)カルバマート

I.	[ <sup>14</sup> C ]ピカルブトラゾクス 比放射能： 放射化学的純度： *： <sup>14</sup> C標識位置
----	---

標識位置の設定理由：

供試植物：

きゅうり (品種：北進)

栽培土壌：

栽培土壌の特性を下表に示す。

分析成分	結果
土性 (USDA 法)	シルト質壤土
土壌pH (H <sub>2</sub> O)	6.2
土壌pH (CaCl <sub>2</sub> )	6.1
有機炭素含量	62.8 g/kg
陽イオン交換容量	41.3 cmol (+)/kg
最大容水量	123 g/100 g

出典：報告書別添資料

栽培条件：

試験期間中のガラス温室温度は 18.0~28.5℃で、相対湿度は 70.0~100.0%であった。温室内の照度は温室外の照度と比較すると 1/2~1/3 程度であったが、照度不足による症状は認められず、供試植物は正常に生育した。灌水は毎日行った。

試験方法：

処理剤の調製：

被験物質を製剤白試料に対し重量比で 10.65%となるように添加して 10% SC を調製した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

処理の部位および方法：

通常薬量 2 回処理区、通常薬量単回処理区および定性分析のための高薬量 2 回処理区を設定し、それぞれ以下の通り処理した。

通常薬量 2 回処理

開花期および果実着生初期のきゅうりに対して、10% SC の 1000 倍希釈液を単回あたり 200 g a.i./ha 相当茎葉散布した。処理は 8 日間隔で 2 回行った。

通常薬量単回処理

果実着生初期のきゅうりに対して、10% SC の 1000 倍希釈液を 200 g a.i./ha 相当茎葉散布した。

高薬量 2 回処理

開花期および果実着生初期のきゅうりに対して、10% SC の 1000 倍希釈液を単回あたり 800 g a.i./ha 相当茎葉散布した。処理は 8 日間隔で 2 回行った。

試料の採取：

最終処理直後 (0 日後)、7、14 および 29 日後に成熟果実 (生食用の長さ 17 cm 程度の果実)、未成熟果実 (長さ 10 cm 程度の果実) および葉を採取した。

分析：

a) 分析方法：

各試料は 表面洗浄後、ドライアイスと共に粉碎して均質化した。植物体の均質化試料は または で磨砕抽出し、抽出液と抽出残渣を得た。表面洗浄液および抽出液は液体シンチレーションカウンター (LSC) を用いて放射能を測定後、一部は HPLC 分析に供した。夾雑物が多く、沈殿が生じた抽出液については で液々分配を行って に分割した後、それぞれを LSC 測定および HPLC 分析に供した。抽出残渣は燃焼処理し、得られた液体試料を LSC 測定した。総残留放射能 (TRR) は、表面洗浄区、抽出区および抽出残渣区の放射能の合計とした。残留物の定量分析は HPLC を、定性分析は HPLC および LC-MS を用いてそれぞれ行った。

全ての試料について、試料採取から 6 か月以内に分析を終了したため、冷凍保存安定性試験は実施しなかった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

b) 抽出スキーム：

各部位の分析は以下に示す抽出スキーム（A～F）にしたがって実施した。

各部位に対して適用したスキームを下表に示す。

処理	部位	最終処理後日数			
		0日	7日	14日	29日
通常薬量 2回処理	成熟果実	A	A	A	C
	未成熟果実	—	A	A	C
	葉	B	B	B	B
通常薬量 単回処理	成熟果実	A	A	A	C
	未成熟果実	A	A	A	D
	葉	B	B	B	B
高薬量 2回処理	成熟果実	—	A	A	A
	未成熟果実	—	E	A	A
	葉	B	B	B	F

—：該当試料なし

抽出スキーム A：

抽出スキーム B：

抽出スキーム Bは

で抽出。その他は抽出スキーム A と同じ。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

抽出スキーム C :

抽出スキーム D :

抽出スキーム E :

抽出スキーム F :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

a) 吸収・移行・分布：

きゅうりの各部位の経時的な TRR および放射能の分布を下表に示す。成熟果実および未成熟果実において、処理直後（0日）では放射能の大部分が表面洗浄区に分布していた。処理29日後では植物体に多く分布し、その大半が抽出区であった。処理29日後の総残留放射能濃度は処理直後（0日）に比べ減少した。葉においては、処理29日後まで放射能の大部分が表面洗浄区に分布していた。処理29日後の総放射性残留物濃度は処理直後（0日）に比べ減少した。

通常薬量2回処理

部位	画分	最終処理後日数							
		0日		7日		14日		29日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	TRR	100.0	0.198	100.0	0.018	100.0	0.004	100.0	0.001
	表面洗浄区	86.5	0.172	68.6	0.012	49.2	0.002	17.7	<0.001
	抽出区	13.3	0.026	30.1	0.005	47.8	0.002	78.1	0.001
	抽出残渣区	0.3	0.001	1.3	<0.001	3.0	<0.001	4.2	<0.001
未成熟果実	TRR	—	—	100.0	0.068	100.0	0.011	100.0	0.002
	表面洗浄区	—	—	78.1	0.053	61.0	0.007	23.0	<0.001
	抽出区	—	—	19.7	0.013	35.9	0.004	73.3	0.001
	抽出残渣区	—	—	2.2	0.001	3.1	<0.001	3.7	<0.001
葉	TRR	100.0	13.645	100.0	5.203	100.0	6.954	100.0	2.415
	表面洗浄区	80.4	10.969	88.6	4.611	87.0	6.050	84.7	2.044
	抽出区	19.5	2.658	11.2	0.581	12.6	0.879	14.5	0.351
	抽出残渣区	0.1	0.017	0.2	0.011	0.4	0.025	0.8	0.019

通常薬量単回処理

部位	画分	処理後日数							
		0日		7日		14日		29日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	TRR	100.0	0.171	100.0	0.020	100.0	0.003	100.0	0.001
	表面洗浄区	90.6	0.155	72.9	0.015	29.5	0.001	22.4	<0.001
	抽出区	9.3	0.016	25.2	0.005	68.0	0.002	73.9	0.001
	抽出残渣区	0.1	<0.001	1.9	<0.001	2.5	<0.001	3.7	<0.001
未成熟果実	TRR	100.0	0.479	100.0	0.028	100.0	0.007	100.0	0.001
	表面洗浄区	89.0	0.426	75.6	0.021	54.2	0.004	<0.1	<0.001
	抽出区	10.9	0.052	22.3	0.006	41.7	0.003	94.6	0.001
	抽出残渣区	0.1	<0.001	2.1	0.001	4.0	<0.001	5.4	<0.001
葉	TRR	100.0	12.576	100.0	5.459	100.0	5.914	100.0	2.592
	表面洗浄区	80.9	10.169	83.4	4.556	83.9	4.963	90.4	2.344
	抽出区	19.0	2.396	16.3	0.893	15.7	0.930	9.0	0.233
	抽出残渣区	0.1	0.011	0.2	0.011	0.4	0.022	0.6	0.015

—：該当試料なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

高薬量 2 回処理

部位	画分	最終処理後日数							
		0 日		7 日		14 日		29 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	TRR	—	—	100.0	0.049	100.0	0.008	100.0	0.004
	表面洗浄区	—	—	56.5	0.028	29.3	0.002	36.7	0.002
	抽出区	—	—	40.4	0.020	68.8	0.005	61.7	0.003
	抽出残渣区	—	—	3.1	0.002	2.0	<0.001	1.6	<0.001
未成熟果実	TRR	—	—	100.0	0.121	100.0	0.010	100.0	0.005
	表面洗浄区	—	—	72.7	0.088	40.8	0.004	22.8	0.001
	抽出区	—	—	25.0	0.030	57.2	0.006	74.0	0.004
	抽出残渣区	—	—	2.4	0.003	2.0	<0.001	3.1	<0.001
葉	TRR	100.0	27.003	100.0	27.411	100.0	15.160	100.0	11.124
	表面洗浄区	82.8	22.364	86.8	23.797	87.2	13.226	88.6	9.851
	抽出区	17.1	4.607	12.9	3.544	12.3	1.870	10.7	1.192
	抽出残渣区	0.1	0.032	0.3	0.069	0.4	0.064	0.7	0.080

— : 該当試料なし

b) 残留物の同定または化学的特徴付けおよび定量 :

残留物の分布を次頁からの表に示す。

高薬量 2 回処理区の試料を用いた定性分析により、ピカルブトラゾクス、  
が同定され、  
が化学的に特徴付けされた。通常薬量 (2 回および単回) 処理区の残留物の定量分析結果を以下に示す。

成熟果実、未成熟果実 :

成熟果実および未成熟果実で検出された残留物は同様であった。未変化のピカルブトラゾクスの残留量は処理直後で 97.0~99.6% TRR (最大で 0.477 mg/kg) であり、処理 29 日後までに 20.7% TRR 以下 (0.001 mg/kg 未満) に減少した。全採取時点で 10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物は検出されなかった。

が検出された。なお、  
は表面洗浄区で検出されたことから、  
により生成したことが推定された。  
は検出されたが、  
一部において、  
の分離ができず、その合計は最大で  
(いずれも通常薬量 2 回処理 14 日後の未成熟果実において) であった。未同定代謝物は通常薬量 2 回処理区で  
、通常薬量単回処理区で  
、両区を合わせて  
検出された。

葉 :

葉において、未変化のピカルブトラゾクスの残留量は処理直後で 96.6~100.2% TRR (最大で 13.178 mg/kg) であるのに対し、処理 29 日後で 86.9~90.8% TRR (2.099~2.353 mg/kg) であり、成熟果実および未成熟果実と比較して減少は緩やかであった。10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物は検出されず、

が検出された。未同定代謝物は通常薬量 2 回処理区で  
、通常薬量単回処理区で  
、両区を合わせて  
検出され、その合計は最大で  
であった。



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

通常薬量 2 回処理

部位	残留物	最終処理後日数							
		0 日		7 日		14 日		29 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	ピカブトゾックス	97.0	0.192	82.2	0.014	70.6	0.003	16.2	<0.001
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								
未成熟果実	ピカブトゾックス	—	—	89.8	0.061	57.1	0.006	19.6	<0.001
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								
葉	ピカブトゾックス	96.6	13.178	94.6	4.923	91.8	6.382	86.9	2.099
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								

— : 該当試料なし

nd : 不検出

\*2 : HPLC分析を行わなかった画分（抽出残渣区および一部の抽出区）の残留物の合計値

\*3 :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

通常薬量単回処理

部位	残留物	処理後日数							
		0日		7日		14日		29日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	ピカブトラゾクス	99.2	0.169	86.4	0.018	57.4	0.002	20.7	<0.001
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								
未成熟果実	ピカブトラゾクス	99.6	0.477	88.8	0.025	78.8	0.005	na	na
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								
葉	ピカブトラゾクス	100.2	12.595	94.1	5.140	92.1	5.447	90.8	2.353
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*3</sup>								

na : 分析せず

nd : 不検出

\*2 : HPLC分析を行わなかった画分（抽出残渣区および一部の抽出区）の残留物の合計値

\*3 :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

高葉量 2 回処理

部位	残留物	最終処理後日数							
		0 日		7 日		14 日		29 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
成熟果実	ピカブトラゾクス	—	—	81.5	0.040	39.8	0.003	34.0	0.001
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*4</sup>								
未成熟果実	ピカブトラゾクス	—	—	88.4	0.107	53.4	0.005	39.1	0.002
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*4</sup>								
葉	ピカブトラゾクス	97.3	26.280	93.1	25.509	94.4	14.310	89.4	9.948
	未同定代謝物の合計								
	未分析画分 <sup>*2</sup>								
	合計 <sup>*4</sup>								

— : 該当試料なし

nd : 不検出

\*2 : HPLC分析を行わなかった画分（抽出残渣区および一部の抽出区）の残留物の合計値

\*3 :

\*4 :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

c) 推定代謝経路

以上の結果より、ピカルブトラゾクスの主な代謝経路は

であると推定された。きゅう

りにおける推定代謝経路を以下に示す。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのきゅうりにおける推定代謝経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

② [ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのきゅうりにおける代謝試験

(資料 No. 代謝-4)

試験実施機関：日本曹達(株)

[GLP 対応]

報告書作成年：2011 年

供試標識化合物：

化学名：*tert*-ブチル-(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン}アミノシメチル}-2-ピリジル)カルバマート

II.		[ <sup>14</sup> C]ピカルブトラゾクス 比放射能： 放射化学的純度： *： <sup>14</sup> C標識位置
-----	--	--

標識位置の選択の理由：

供試植物：

きゅうり (品種：北進)

栽培土壌：

栽培土壌の特性を下表に示す。

分析成分	結果
土性 (USDA 法)	シルト質壤土
土壌pH (H <sub>2</sub> O)	6.2
土壌pH (CaCl <sub>2</sub> )	6.1
有機炭素含量	62.8 g/kg
陽イオン交換容量	41.3 cmol (+)/kg
最大容水量	123 g/100 g

出典：報告書別添資料

栽培条件：

試験期間中のガラス温室温度は 21.0~28.0℃で、相対湿度は 74.5~98.0%であった。温室内の照度は温室外の照度と比較すると 1/2~1/3 程度であったが、照度不足による症状は認められず、供試植物は正常に生育した。灌水は毎日行った。

試験方法：

処理剤の調製：

被験物質を製剤白試料に対し重量比で 10.65%となるように添加して 10% SC を調製した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

処理の部位および方法：

通常薬量 2 回処理区、移行性評価のための通常薬量 2 回部分処理区および定性分析のための高薬量 2 回処理区を設定し、それぞれ以下の通り処理した。

通常薬量 2 回処理

開花期および果実着生初期のきゅうりに対して、10% SC の 2000 倍希釈液を単回あたり 150 g a.i./ha 相当茎葉散布した。処理は 7 日間隔で 2 回行った。

通常薬量 2 回部分処理

開花期および果実着生初期のきゅうりに対して、上位葉および果実をビニールシートで被覆した後に、10% SC の 2000 倍希釈液を下位葉のみに単回あたり 150 g a.i./ha 相当茎葉散布した。処理は 7 日間隔で 2 回行った。

高薬量 2 回処理

開花期および果実着生初期のきゅうりに対して、10% SC の 2000 倍希釈液を単回あたり 600 g a.i./ha 相当茎葉散布した。処理は 7 日間隔で 2 回行った。

試料の採取：

通常薬量 2 回処理区および高薬量 2 回処理区は最終処理直後（0 日後）、1、3、7 および 14 日後に果実および葉を採取した。

通常薬量 2 回部分処理区は最終処理直後（0 日後）および 14 日後に処理葉、非処理葉および非処理果実を採取した。

分析：

a) 分析方法：

各試料は で表面洗浄後、ドライアイスと共に粉碎して均質化した。一部の植物体の均質化試料は または 水溶液で磨砕抽出し、抽出液と抽出残渣を得た。表面洗浄液および抽出液は液体シンチレーションカウンター（LSC）を用いて放射能を測定し、表面洗浄液は HPLC 分析に供した。抽出液は で液々分配を行って

に分割した後、それぞれを LSC 測定および HPLC 分析に供した。抽出残渣は燃焼処理し、得られた液体試料を LSC 測定した。磨砕抽出された部位の総残留放射能（TRR）は、表面洗浄区、抽出区および抽出残渣区の放射能の合計とし、磨砕抽出されていない部位の TRR は表面洗浄区および植物体の放射能の合計とした。残留物の定量分析は HPLC を、定性分析は HPLC および LC-MS を用いてそれぞれ行った。

全ての試料について、試料採取から 6 か月以内に分析を終了したため、冷凍保存安定性試験は実施しなかった。

b) 抽出スキーム：

各試料は次頁に示す抽出スキーム（A～C）にしたがって実施した。

各試料に対して適用したスキームを次頁の表に示す。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

処理	部位	最終処理後日数				
		0日	1日	3日	7日	14日
通常薬量 2回処理	果実	A	A	A	A	A
	葉	B	B	B	B	B
通常薬量 2回部分処理	非処理果実	-	-	-	-	A
	非処理葉	C	-	-	-	B
	処理葉	C	-	-	-	C
高薬量処理 2回処理	果実	A	-	-	A	-
	葉	B	B	B	B	B

- : 該当試料なし

抽出スキーム A :

抽出スキーム B :

抽出スキーム C :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

a) 吸収・移行・分布：

きゅうりの各部位の経時的な TRR および放射能分布を下表に示す。果実において、処理直後（0 日）では放射能の大部分が表面洗浄区に分布していた。時間の経過につれ植物体内に移行し、その大半が抽出区であった。処理 14 日後の総放射性残留物濃度は処理直後（0 日）に比べ減少した。葉においては、全時点で放射能の約 80%が表面洗浄区に分布した。総残留放射能濃度の減少は果実と比較すると遅く、減衰傾向が見られなかった。

部分処理区について、葉に処理した放射能の大部分がそのまま残留し、移行性を示さなかった。

通常薬量 2 回処理

部位	画分	最終処理後日数							
		0 日		1 日		3 日		7 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	TRR	100.0	0.193	100.0	0.237	100.0	0.105	100.0	0.022
	表面洗浄区	95.2	0.184	94.6	0.224	89.6	0.094	68.6	0.015
	抽出区	4.5	0.009	5.0	0.012	9.8	0.010	29.1	0.006
	抽出残渣区	0.3	0.001	0.3	0.001	0.6	0.001	2.4	0.001
葉	TRR	100.0	18.691	100.0	14.713	100.0	17.036	100.0	16.740
	表面洗浄区	79.8	14.916	74.4	10.946	77.4	13.190	80.9	13.536
	抽出区	20.0	3.734	25.3	3.724	22.3	3.801	18.9	3.156
	抽出残渣区	0.2	0.040	0.3	0.043	0.3	0.046	0.3	0.048

通常薬量 2 回処理（続き）

部位	画分	最終処理後日数	
		14 日	
		% TRR	mg/kg
果実	TRR	100.0	0.023
	表面洗浄区	74.1	0.017
	抽出区	23.8	0.006
	抽出残渣区	2.1	<0.001
葉	TRR	100.0	16.488
	表面洗浄区	81.3	13.405
	抽出区	18.3	3.012
	抽出残渣区	0.4	0.071



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

通常薬量 2 回部分処理

部位	画分	最終処理後日数			
		0 日		14 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
非処理果実	TRR	-	-	100.0	0.002
	表面洗浄区	-	-	41.3	0.001
	抽出区	-	-	55.0	0.001
	抽出残渣区	-	-	3.7	<0.001
非処理葉	TRR	100.0	0.004	100.0	0.017
	表面洗浄区	55.6	0.002	43.5	0.007
	抽出区	44.4*	0.002*	53.5	0.009
	抽出残渣区			3.0	0.001
処理葉	TRR	100.0	7.546	100.0	12.726
	表面洗浄区	80.2	6.055	86.5	11.004
	植物体	19.8	1.491	13.5	1.722

- : 該当試料なし

\* : この試料では抽出を行わなかったため、植物体の放射能を示した

高薬量 2 回処理

部位	画分	最終処理後日数							
		0 日		1 日		3 日		7 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	TRR	100.0	0.371	-	-	-	-	100.0	0.104
	表面洗浄区	95.0	0.352	-	-	-	-	72.2	0.075
	抽出区	4.8	0.018	-	-	-	-	25.6	0.026
	抽出残渣区	0.3	0.001	-	-	-	-	2.2	0.002
葉	TRR	100.0	34.979	100.0	55.350	100.0	51.469	100.0	61.214
	表面洗浄区	78.9	27.591	86.9	48.090	78.7	40.523	82.2	50.347
	抽出区	20.9	7.319	12.9	7.158	21.0	10.832	17.5	10.684
	抽出残渣区	0.2	0.069	0.2	0.102	0.2	0.114	0.3	0.182

高薬量 2 回処理 (続き)

部位	画分	最終処理後日数	
		14 日	
		% TRR	mg/kg
果実	TRR	-	-
	表面洗浄区	-	-
	抽出区	-	-
	抽出残渣区	-	-
葉	TRR	100.0	40.815
	表面洗浄区	82.1	33.502
	抽出区	17.5	7.152
	抽出残渣区	0.4	0.162

- : 該当試料なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

b) 残留物の同定または化学的特徴付けおよび定量：

残留物の分布を次頁の表に示す。通常薬量 2 回処理区および高薬量 2 回処理区の試料を用いた定性分析の結果、ピカルブトラゾクス、  
が同定され、  
が化学的に特徴付けされた。通常薬量 2 回処理区の残留物の定量分析結果を以下に示す。

果実：

全採取時点で果実中の残留物の主体は未変化のピカルブトラゾクス (78.1~95.9% TRR、0.017~0.227 mg/kg) であった。10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物は検出されなかった。

が検出された。なお、

最大 2

種類の未同定代謝物

が検出された。

葉：

全採取時点で葉中の残留物の主体は未変化のピカルブトラゾクス (84.0~93.0% TRR、13.117~17.382 mg/kg) であり、10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物は

であった。その他、  
が検出された。

が検出された。

移行性評価のための通常薬量 2 回部分処理区における非処理果実からはピカルブトラゾクス、  
がそれぞれ 10% TRR 以上の割合で検出されたが、いずれも残留濃度は  
0.001 mg/kg 以下であった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

通常薬量 2 回処理

部位	残留物	最終処理後日数					
		0 日		1 日		3 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	ピカルブトラゾクス	95.9	0.185	95.6	0.227	91.6	0.096
	未同定代謝物の合計						
	未分析画分(抽出残渣区)						
	合計*						
	葉	ピカルブトラゾクス	93.0	17.382	89.1	13.117	86.4
未同定代謝物の合計							
未分析画分(抽出残渣区)							
合計*							

通常薬量 2 回処理 (続き)

部位	残留物	最終処理後日数			
		7 日		14 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	ピカルブトラゾクス	78.1	0.017	83.0	0.019
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分(抽出残渣区)				
	合計*				
葉	ピカルブトラゾクス	84.8	14.201	84.0	13.851
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分(抽出残渣区)				
	合計*				

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

通常薬量 2 回部分処理

部位	残留物	最終処理後日数			
		0 日		14 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
非 処 理 果 実	ピカルブトラゾクス	-	-	29.3	<0.001
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分 <sup>*1</sup>				
	合計 <sup>*2</sup>				
非 処 理 葉	ピカルブトラゾクス	55.6	0.002	54.7	0.009
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分 <sup>*1</sup>				
処 理 葉	ピカルブトラゾクス	72.7	5.487	73.2	9.310
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分(植物体)				
	合計				

- : 該当試料なし

\*1 : HPLC分析を行わなかった画分の残留物の合計値

\*2 :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

高薬量 2 回処理

部位	残留物	最終処理後日数					
		0 日		1 日		3 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	ピカルブトラゾクス	95.1	0.353	-	-	-	-
	未同定代謝物の合計						
	未分析画分(抽出残渣区)						
	合計*						
葉	ピカルブトラゾクス	94.3	32.974	93.1	51.506	85.3	43.914
	未同定代謝物の合計						
	未分析画分(抽出残渣区)						
	合計*						

高薬量 2 回処理 (続き)

部位	残留物	最終処理後日数			
		7 日		14 日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
果実	ピカルブトラゾクス	81.7	0.085	-	-
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分(抽出残渣区)				
	合計*				
葉	ピカルブトラゾクス	85.3	52.210	86.4	35.259
	未同定代謝物の合計				
	未分析画分(抽出残渣区)				
	合計*				

-: 該当試料なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

c) 推定代謝経路

以上の結果より、ピカルブトラゾクスの主な代謝経路は

と推定した。きゅうりにおける推定代謝経路を以下に示す。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのきゅうりにおける推定代謝経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

2) 水稻における代謝試験

① [ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクスの水稻における代謝試験

(資料 No. 代謝-5)

試験実施機関：日本曹達 (株)

[GLP 対応]

報告書作成年：2011年

供試標識化合物：

化学名：*tert*-ブチル(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ピリゾル)カルバマート

1.	[ <sup>14</sup> C ]ピカルブトラゾクス 比放射能： 放射化学的純度： *： <sup>14</sup> C標識位置
----	---

標識位置の選択の理由：

供試植物：

水稻 (品種：日本晴)

栽培土壌：

栽培土壌の特性を下表に示す。

分析成分	結果
土性 (USDA 法)	シルト質壤土
土壌pH (H <sub>2</sub> O)	6.4
土壌pH (CaCl <sub>2</sub> )	5.9
有機炭素含量	16.8 g/kg
陽イオン交換容量	20.0 cmol (+)/kg
最大容水量	72.1 g/100 g

出典：報告書別添資料

栽培条件：

試験期間中のガラス温室温度は 21.5~33.0°C で、相対湿度は 43.0~99.0% であった。温室内の照度は温室外の照度と比較すると 1/2~1/3 程度であったが、照度不足による症状は認められず、供試植物は正常に生育した。灌水は毎日行った。

処理剤の調製および処理：

被験物質を製剤白試料に対し重量比で 0.7% となるように添加して 0.7% 粉剤を調製した。

処理の方法：

育苗箱土壌に対し、11.2 mg a.i./kg 土壌相当の割合で単回、混和处理した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

栽培：

土壌混和处理した直後の育苗箱土壌に播種し栽培を行った。処理 20 日後に水田を模した栽培土壌を入れた試験ポット（1/2000 a ワグネルポット）に 2 植物ずつ移植し、収穫期まで栽培を継続した。

試料の採取：

処理 20 日後（移植時）に茎葉（幼苗）および育苗箱土壌を、処理 104 日後（乳熟期）に茎葉（青刈り）を採取した。処理 143 日後（収穫期）に穀粒および稲わらを採取し、穀粒は白米、ぬかおよび籾殻に分けた。

分析：

a) 分析方法：

各試料はドライアイスと共に粉碎して均質化した。幼苗、青刈り、稲わらおよび籾殻の均質化試料は水溶液で磨砕抽出し、抽出液と抽出残渣を得た。抽出液は液体シンチレーションカウンター（LSC）を用いて放射能を測定した。幼苗の抽出液は HPLC 分析に供した。青刈り、稲わらおよび籾殻の抽出液についてはで液々分配を行ってに分割した後、それぞれの層を LSC 測定し、のみを HPLC 分析に供した。抽出残渣は燃焼処理し、得られた液体試料を LSC 測定した。ぬかおよび白米の均質化試料は燃焼処理後、LSC 測定した。幼苗、青刈り、稲わらおよび籾殻の総残留放射能（TRR）は抽出区および抽出残渣区の放射能の合計とした。ぬかおよび白米については放射能が極めて低かったため（0.01 mg/kg 未満）抽出による分析を行わず、上述の均質化試料の放射能をそれぞれの試料の TRR とした。残留物の定量分析は HPLC を、定性分析は HPLC および LC-MS を用いてそれぞれ行った。

全ての試料について、試料採取から 6 か月以内に分析を終了したため、冷凍保存安定性試験は実施しなかった。

b) 抽出スキーム：

各部位は以下に示す抽出スキームにしたがって実施した。

幼苗の抽出スキーム：



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

青刈り、稲わらおよび籾殻の抽出スキーム：

ぬかおよび白米の分析：

試験結果：

a) 吸収・移行・分布：

水稻の各部位の経時的な TRR および放射能の分布を次頁の表に示す。青刈り、稲わらおよび籾殻の総放射性残留物濃度は幼苗に比べ減少していた。ぬかおよび白米において、放射能はほとんど検出されなかった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

部位	画分	処理後日数					
		20日		104日		143日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
幼苗	TRR	100.0	1.247	-	-	-	-
	抽出区	91.8	1.145				
	抽出残渣区	8.2	0.102				
青刈り	TRR	-	-	100.0	0.003	-	-
	抽出区			78.2	0.003		
	抽出残渣区			21.8	0.001		
稲わら	TRR	-	-	-	-	100.0	0.028
	抽出区					77.7	0.022
	抽出残渣区					22.3	0.006
籾殻	TRR	-	-	-	-	100.0	0.007
	抽出区					85.9	0.006
	抽出残渣区					14.1	0.001
ぬか	TRR	-	-	-	-	100.0	0.002
白米	TRR	-	-	-	-	100.0	<0.001

- : 該当試料なし

b) 残留物の同定または化学的特徴付けおよび定量 :

残留物の分布を次頁の表に示す。定性分析によりピカルブトラゾクスおよび が同定され、他に が検出された。このうち の混合物を で処理した結果、この混合物中には が存在することが推定された。

全部位、全採取時点における未変化のピカルブトラゾクスは最大で 3.0% TRR、0.003 mg/kg であった。10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物は幼苗で検出された のみであった。未同定代謝物のうち は合計で 検出されたが、いずれの代謝物も 10% TRR かつ 0.01 mg/kg を超えなかった。 は合計で最大 検出された。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

部位	残留物	処理後日数					
		20日		104日		143日	
		% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
幼苗	ピカルブトラゾクス	0.3	0.003				
	未分析画分(抽出残渣区)						
	合計						
青刈り	ピカルブトラゾクス			3.0	<0.001		
	未分析画分 <sup>*3</sup>						
	合計 <sup>*4</sup>						
稲わら	ピカルブトラゾクス					1.2	<0.001
	未分析画分 <sup>*3</sup>						
	合計 <sup>*4</sup>						
籾殻	ピカルブトラゾクス					nd	nd
						54.5	0.004
	未分析画分 <sup>*3</sup>						
	合計 <sup>*4</sup>						
ぬか	合計	-		-			
白米	合計	-		-			

- : 該当試料なし

nd : 不検出

<sup>\*3</sup> : HPLC分析を行わなかった画分(抽出残渣区および抽出区の水層)の残留物の合計値

<sup>\*4</sup> :

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

c) 推定代謝経路：

以上の結果より、ピカルブトラゾクスの主な代謝経路は

と推定された。水稻におけ

る推定代謝経路を以下に示す。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの水稻における推定代謝経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

3) しょうがにおける代謝試験

① [ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクスのしょうがにおける代謝試験

(資料 No. 代謝-6)

試験実施機関：日本曹達(株)

[GLP 対応]

報告書作成年：2013年

供試標識化合物：

化学名：*tert*-ブチル(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ピリジル)カルバマート

III.		[ <sup>14</sup> C ]ピカルブトラゾクス 比放射能： 放射化学的純度： *： <sup>14</sup> C標識位置
------	--	---

標識位置の選択の理由：

供試植物：

しょうが (品種：三州)

栽培土壌：

栽培土壌の特性を下表に示す。

分析成分	結果
土性名 (USDA 法)	シルト質壤土
土壌pH (H <sub>2</sub> O)	6.2
土壌pH (CaCl <sub>2</sub> )	6.1
有機炭素含量	62.8 g/kg
陽イオン交換容量	41.3 cmol (+)/kg
最大容水量	123 g/100 g

出典：報告書別添資料

栽培条件：

試験期間中のガラス温室温度は 14~33℃で、相対湿度は 17~98%であった。温室内の照度は温室外の照度と比較すると 1/2 程度であったが、照度不足による症状は認められず、供試植物は正常に生育した。灌水は適宜行った。

処理剤の調製：

被験物質を製剤白試料に対し重量比で 20.0%相当添加して 20% WG (顆粒水和剤) を調製した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

処理の方法：

栽培土壌に対し 20% WG の 1000 倍希釈液を単回あたり 6000 g a.i./ha 相当灌注処理した。処理は 7 日間隔で 3 回行い、3 回目の処理の時点における供試植物の生育ステージは BBCH 45 に該当した。

栽培：

土壌灌注処理後の植物は、温室内で収穫期まで栽培を継続した。

試料の採取：

最終処理直後（0 日後）、7、30 日後および収穫期（79 日後）に可食根（新しょうが）および栽培土壌の一部を採取した。

分析：

a) 分析方法：

可食根は 表面洗淨後、ドライアイスと共に粉碎して均質化した。植物体の均質化試料は 水溶液で磨砕抽出し、抽出液と抽出残渣を得た。表面洗淨液および抽出液は液体シンチレーションカウンター（LSC）を用いて放射能を測定し、表面洗淨液は HPLC 分析に供した。抽出液は 液々分配を行って に分割した後、それぞれを LSC 測定および HPLC 分析に供した。抽出残渣は燃焼処理し、得られた液体試料を LSC 測定した。総残留放射能（TRR）は表面洗淨区、抽出区および抽出残渣区の放射能の合計とした。残留物の定量分析は HPLC を、定性分析は HPLC および LC-MS を用いてそれぞれ行った。

30 日後および 79 日後の可食根の抽出残渣は、

の順で可溶化させた。得られた各可溶画分は LSC 測定し、可溶化後の残渣は燃焼処理して得られた液体試料を LSC 測定した。

栽培土壌は抽出し、抽出液は HPLC 分析に供した。TRR は抽出区および抽出残渣区の合計とした。

全ての試料について、試料採取から 6 か月以内に分析を終了したため、冷凍保存安定性試験は実施しなかった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

b) 抽出スキーム：

可食根は以下に示す抽出スキームにしたがって実施した。

可食根の抽出スキーム：

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

抽出残渣の可溶化スキーム（30日および79日後の可食根）：



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

a) 吸収・移行・分布

しょうがの可食根の経時的な TRR および放射能の分布を下表に示す。可食根の総放射性残留物濃度は経時的に増加した。処理 30 日後および処理 79 日後の抽出残渣は 10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上検出された。可溶化による再分析の結果、10% TRR 未満の複数の画分が得られた。このことから抽出残渣に含まれる残留物は単一成分ではなく複数成分であることが推定された。

画分	最終処理後日数							
	0 日		7 日		30 日		79 日	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
TRR	100.0	0.567	100.0	0.916	100.0	1.312	100.0	1.494
表面洗浄区	79.0	0.448	80.1	0.734	53.3	0.700	36.9	0.551
抽出区	19.2	0.109	17.3	0.158	36.5	0.479	43.6	0.651
抽出残渣区	1.8	0.010	2.6	0.024	10.2	0.133	19.5	0.292
	-	-	-	-	2.1	0.027	3.5	0.052
	-	-	-	-	0.4	0.005	1.0	0.015
	-	-	-	-	0.2	0.003	0.7	0.011
	-	-	-	-	1.8	0.024	3.6	0.054
	-	-	-	-	2.9	0.038	5.5	0.082
可溶化後残渣	-	-	-	-	2.3	0.030	3.8	0.057

-：実施せず

b) 残留物の同定または化学的特徴付けおよび定量

可食根：

しょうが可食根の残留物の分布を次頁の表に示す。定性分析より、ピカルブトラゾクス、  
が同定され、  
が化学的に特徴付けされた。

全採取時点における可食根の残留物の主体は未変化のピカルブトラゾクスであった。10% TRR かつ 0.05 mg/kg 以上の代謝物として  
が検出された。また  
が少量検出された。その他の未同定代謝物が  
検出された

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

残留物	最終処理後日数							
	0日		7日		30日		79日	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
ピカルブトラゾクス	90.8	0.515	88.5	0.811	68.9	0.904	42.8	0.640
未同定代謝物の合計*								
未分析画分(抽出残渣区)								
合計 <sup>*2</sup>								

\* : 8種類の未同定代謝物の合計。個々の代謝物としては最大で

\*2 :

栽培土壌 :

全採取時点における栽培土壌の残留物の主体は未変化のピカルブトラゾクスであった。分解物として、 を同定した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

c) 推定代謝経路

栽培土壌中のピカルブトラゾクスは可食根へ移行して となり、その後、  
へと代謝されると推定した。この経路に加え、  
も可食根へ移行し、速やかに へと代謝されると推定した。しよ  
うがにおける推定代謝経路を以下に示す。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスのしょうがにおける推定代謝経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

4) 作物における代謝経路に関する検討

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

### 3. 土壌中動態に関する試験

#### 1) 好氣的湛水土壌中動態試験

##### ① [ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクスの好氣的湛水土壌中動態試験

(資料 No. 代謝-9)

試験実施機関：日本曹達 (株)

[GLP 対応]

報告書作成年：2014 年

供試標識化合物：

化学名：*tert*-7-チル=(6-{[(Z)-(1-メチル-1H-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン]アミノキシメチル}-2-ピリジリル)カルバマート

I.		[ <sup>14</sup> C ]ピカルブトラゾクス 比放射能： 放射化学的純度： *： <sup>14</sup> C標識位置
----	--	---

標識位置の設定理由：

供試土壌：

水田土壌：(社)日本植物防疫協会(茨城県牛久市)

土性： 埴壤土(USDA 法)

特性項目および測定値		土性分析	
土壌 pH	5.8 (H <sub>2</sub> O)	粘土	33.4%
	5.1 (CaCl <sub>2</sub> )	シルト	43.4%
	4.7 (KCl)	極細砂	7.3%
陽イオン交換容量	26.5 cmol(+)/kg	細砂	11.0%
有機炭素含量	34.4 g/kg	中砂	4.1%
		粗砂	0.6%
主粘土鉱物	アロフェン	極粗砂	0.2%

試験方法：

試験系の準備および標識体の処理

水田圃場から表層土壌を採取し、最小限の風乾後 2 mm の篩に通した。土壌の厚さが約 6 cm 以上、水深が約 2 cm 以上となるように、土壌 100 g (乾土換算 67.2 g) および精製水 100 mL を円筒型ガラス容器に分取した。試験系を遮光条件下、25±2°C (設定温度：25°C) で 14 日間ブレインキュベーションし、土壌層の酸化還元電位が 200 mV 未満であることを確認した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

処理濃度は、最大慣行施用量から 20 g a.i./ha (10 g a.i./ha×2)、つまり 0.02 mg/kg (乾土) となるが、濃度が非常に低く、正確な定量分析を実施できないと考えられた。そのため、処理濃度を最大慣行施用量の 5 倍に相当する 0.1 mg/kg (乾土) に設定した。被験物質を少量の  
に溶解し、目標濃度 100 g a.i./ha で試験系に添加した (実濃度 : 0.094 mg/kg 乾土)。その後、試験系をガスフローシステムに連結し、気体相を捕集した。有機揮発性物質 (VOC) の捕集にはスチレン-ジビニルベンゼン共重合体を固相とする固相抽出カラム (申請者註) である VOC カートリッジを、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) の捕集には  
を用いた。また、微生物の影響を調査するために、121°C、20 分間オートクレーブで滅菌した土壌を用いた試料を準備し、非滅菌の場合と同等の条件で試験を実施した。

#### 試料の採取および分析

非滅菌試料の採取を被験物質処理、0 (直後)、3、7、14、30、92、135 および 185 日後に各 1 連 (計 8 点) で行なった。滅菌試料の採取は処理 30 日後および処理 185 日後に各 1 連 (計 2 点) で行った。

各採取時期において以下のスキームに従って試料を分析し、土壌抽出液および水相の放射能を、液体シンチレーションカウンター (LSC) で測定した。土壌抽出液中の代謝物を高速液体クロマトグラフ (HPLC) により定量した。また、気体相捕集液の放射能は LSC で測定し、VOC カートリッジは  
で溶出し、LSC で測定した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 抽出残渣の分析

有機溶媒で抽出した土壌残渣は、風乾後、一部を燃焼処理し、その放射能を LSC により定量した。その結果、20% AR 以上が検出された抽出残渣については以下に示したスキームに従って による分画を実施し、 画分、 画分および 画分に分離した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 化合物の同定

被験物質および主要代謝物である  $^{14}\text{C}$  の同定を、液体クロマトグラフ-質量分析計 (LC-MS) を使用して分析標品の保持時間およびマススペクトルを比較することで実施した。また、 $\text{CO}_2$  捕集液である  $^{14}\text{C}$  に  $^{14}\text{C}$  を加えることにより、放射能が減少することを確認した。これは溶液中の放射性  $\text{CO}_2$  が  $^{14}\text{C}$  として沈殿したためである。従って、捕集液中の放射能は  $\text{CO}_2$  と同定された。

#### 分解速度

非滅菌土壌におけるピカルブトラゾクスの分解速度定数 ( $k$ ) を Gustafson モデルを用いて計算し、半減期 (DT50) および 90% 消失時間 (DT90) を求めた。主要な代謝物の分解速度定数は時間に対して残存量の対数をプロットし、最小二乗法により作成した直線から求め、これを用いてそれぞれの半減期 (DT50) および 90% 消失時間 (DT90) を求めた。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

非滅菌および滅菌試験系の放射能分布および回収率を以下に示す。非滅菌試験系における総回収率は、97.7~102.9% ARと定量的であった。被験物質は処理直後から直ちに土壤相へ吸着し、水相における残存率は0.5% ARであった。その後、顕著に増加することなく処理 92 日後で試験期間中最大となる 3.2% ARが検出された。一方、土壤抽出区については、処理直後の 99.6% ARから経時的に減少し、処理 185 日後においては 61.5% ARとなった。また、抽出残渣については、処理直後の 2.7% ARから経時的に増加し、185 日後では 32.1% ARとなった。気体相ではCO<sub>2</sub>が試験期間中最大 3.6% AR検出されたが、VOCは試験期間を通じて、検出限界未満であった。

滅菌試験系における総回収率は、99.2~101.4% ARと定量的であった。水相における残存率は処理 30 日後および 185 日後においてそれぞれ 5.0% ARおよび 6.0% ARであった。一方、土壤相抽出区については、処理 30 日後および処理 185 日後においてそれぞれ 81.9% ARおよび 63.5% ARであった。また、抽出残渣については、処理 30 日後および処理 185 日後においてそれぞれ 14.5% ARおよび 27.9% ARであった。気体相ではCO<sub>2</sub>が試験期間中最大 1.8% AR検出されたが、VOCは 0.1% AR未満であった。

単位：%AR

試験系		非滅菌								滅菌		
採取時期 (d)		0	3	7	14	30	92	135	185	30	185	
水相	水相	0.5	0.2	0.4	1.0	2.1	3.2	1.7	2.7	5.0	6.0	
	液々分配	有機層	—	—	—	—	—	2.7	—	—	4.9	6.0
		水層	—	—	—	—	—	0.1	—	—	0.2	0.2
	合計	—	—	—	—	—	2.9	—	—	5.1	6.2	
土壤相	抽出区	画分	91.8	82.9	70.8	72.2	66.5	53.9	51.3	51.0	73.9	55.6
		画分	7.8	11.6	6.0	11.8	10.9	16.9	13.6	10.5	8.0	8.0
		合計	99.6	94.5	76.8	84.0	77.4	70.7	65.0	61.5	81.9	63.5
	液々分配	有機層	97.3	92.5	78.5	83.2	78.1	73.1	66.8	62.8	79.2	63.9
水層		2.6	nd	nd	nd	nd	0.3	0.4	0.3	nd	0.6	
合計		99.9	92.5	78.5	83.2	78.1	73.4	67.2	63.1	79.2	64.5	
抽出残渣		2.7	6.3	22.0	17.1	21.6	25.4	28.1	32.1	14.5	27.9	
気体相	VOC	—	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	<0.1 <sup>1)</sup>	
	CO <sub>2</sub> <sup>2)</sup>	—	nd	nd	nd	nd	0.3	3.6	1.5	nd	1.8	
	合計	—	nd	nd	nd	nd	0.3	3.6	1.5	nd	1.8	
総回収率		102.9	101.1	99.2	102.1	101.1	99.6	98.3	97.7	101.4	99.2	

nd：不検出

—：該当なし

<sup>1)</sup>：<0.1 は、放射能測定値がndを上回り、%AR値が 0.05 未満であることを意味している。Excel 計算結果では表示桁を小数点以下 1 桁としているため、0.05 未満のものは 0.0 と表示される。報告書中には 0.0 とされているが、0.0 と 0 (nd) の違いを示すために<0.1 とした

<sup>2)</sup>：処理 135 日および 185 日後試料については、揮発性成分捕集液交換時の値を含む

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

非滅菌および滅菌試験系の抽出残渣中放射能の化学的特徴付けを以下に示す。各試料において 20% AR 以上を示した抽出残渣を により 画分、 画分および 画分に分画した結果、非滅菌土壌の抽出残渣中の放射能は 画分に 5.0~13.4% AR、 画分に 0.7~1.1% AR、 画分に 14.7~17.5% AR が分布していた。一方、滅菌土壌の処理 185 日後抽出残渣中の放射能は、 画分に 12.0% AR、 画分に 0.9% AR、 画分に 13.0% AR が分布していた。非滅菌および滅菌試験系共に抽出残渣中の放射性残留物は 画分に最も多く分布することが判明した。

単位：% AR

試験系	非滅菌								滅菌	
採取時期 (d)	0	3	7	14	30	92	135	185	30	185
総抽出残渣放射能	2.7	6.3	22.0	17.1	21.6	25.4	28.1	32.1	14.5	27.9
画分	—	—	5.0	—	6.2	9.5	11.5	13.4	—	12.0
画分	—	—	0.9	—	0.7	0.9	1.1	1.1	—	0.9
画分	—	—	15.7	—	14.7	15.2	15.6	17.5	—	13.0
合計	—	—	21.6	—	21.6	25.6	28.2	32.0	—	25.9

—：該当なし

非滅菌および滅菌試験系の放射性成分組成を次頁に示す。非滅菌試験系では、処理 92 日後の水相中には が検出された。水相および土壌相合わせた全系において 10% AR 以上検出された主代謝物は であった。 は処理 3 日後に初めて検出され、経時的に増加し、処理 14 日後で最大の となった。その後、経時的に減衰し、処理 185 日後において となった。一方、 は処理 3 日後に初めて検出され、経時的に増加し、処理 92 日後において最大の となった。その後、緩やかに減衰し、処理 185 日後において となった。その他、 が最大で 検出された。また、 は全系において最大 とごく少量であった。さらに、 の の未知代謝物が検出されたが、いずれも全系において であった。

一方、滅菌試験系では、水相および土壌相合わせた全系において主代謝物として 検出された。その他 検出された。また、 の の未知代謝物が検出されたが、いずれも全系において であった。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

単位：%AR

化合物	画分	採取時期 (d)									
		非滅菌								滅菌	
		0	3	7	14	30	92	135	185	30	185
ピカルブトラゾクス	水相	—	—	—	—	—	nd	—	—	0.1	0.1
	土壌相 <sup>*1</sup>	97.3	84.5	66.0	45.9	34.0	16.4	12.3	8.6	32.2	4.8
	全系 <sup>*2</sup>	97.3	84.5	66.0	45.9	34.0	16.4	12.3	8.6	32.2	4.9
	水相										
	土壌相										
	全系										
	水相										
	土壌相										
	全系										
	水相										
	土壌相										
	全系										
	水相										
	土壌相										
	全系										
	水相										
	土壌相										
	全系										

nd： 不検出  
—： 該当なし

\*1： 土壌相：抽出区を示す  
\*2： 全系：水相および土壌相の合計を示す



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

非滅菌試験系ではピカルブトラゾクスは処理後、直ちに土壌相に吸着されることにより水相から消失したため、水相における DT50 および DT90 は計算できなかったが、いずれも 1 日未満とした。一方、土壌相においては、ピカルブトラゾクスの DT50 および DT90 はそれぞれ 15 日および 167 日と速やかに減衰した。

と緩やかに減衰した。また、の減衰は非常に緩やかであり、信頼性の高い DT50 および DT90 値を得ることができなかった。は最大で生成したため、減衰速度を評価した。と速やかに減衰した。なお、水相における放射能のほとんどがであり、代謝物の特徴付けを実施していないため、全系におけるピカルブトラゾクスおよび代謝物の DT50 および DT90 については、計算できなかった。

滅菌試験系では処理 30 日後および 185 日後の 2 点についてのみの分析であったため、ピカルブトラゾクスの分解速度を計算していないが、非滅菌試験系同様にピカルブトラゾクスは顕著に減衰したため、ピカルブトラゾクスは湛水土壌中において非生物的に減衰することが示唆された。

化合物	画分	適用式	相関係数の二乗 R <sup>2</sup>	速度定数 k (d <sup>-1</sup> )	DT50 (d)	DT90 (d)
ピカルブトラゾクス	水相 <sup>*1</sup>	—	—	—	<1 <sup>*2</sup>	<1 <sup>*2</sup>
	土壌相	Gustafson	0.9953	—	15	167
	全系 <sup>*1</sup>	—	—	—	—	—
	水相					
	土壌相					
	全系					
	水相					
	土壌相					
	全系					

—：該当なし

<sup>\*1</sup>：水相中の放射性残留物濃度は低く、特徴付けを実施していないので、分解速度を計算できなかった。また、水相中の化合物の量を評価していないので、全系の分解速度を計算できなかった。

<sup>\*2</sup>：ピカルブトラゾクスは処理後、速やかに水相から消失したため、その DT50 および DT90 をいずれも 1 日未満とした。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

好氣的湛水土壤中における[  $^{14}\text{C}$ ]ピカルブトラゾクスの推定分解経路を以下に示す。ピカルブトラゾクスは処理後、直ちに土壤相に吸着することにより水相から消失した。土壤相に移行したピカルブトラゾクスからは、  
が生成した。  
が生成した。少量の $\text{CO}_2$ が検出されたことから  
は最終的に無機化されると推定された。

[  $^{14}\text{C}$ ]ピカルブトラゾクスの好氣的湛水土壤中における推定分解経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

② [ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの好氣的湛水土壤中動態試験

(資料 No. 代謝-10)

試験実施機関: Huntingdon Life Sciences (英国)

[GLP 対応]

報告書作成年: 2014 年

供試標識化合物:

化学名: *tert*-7<sup>チル</sup>-(6-<sup>チル</sup>-(*Z*)-(1-*チル*-1*H*-5-*テトラゾ*リル)(フェニル)メチレン]アミノキシメチル}-2-ピリジル)カルバマート

II.		<sup>14</sup> C]ピカルブトラゾクス 比放射能: 放射化学的純度: *: <sup>14</sup> C標識位置
-----	--	--

標識位置の設定理由:

供試土壌:

水田土壌: (社) 日本植物防疫協会 (茨城県牛久市)

土性: 壤土 (USDA 法)

特性項目および測定値		土性分析	
土壌 pH	6.3 (H <sub>2</sub> O)	粘土	25.7%
	5.1 (CaCl <sub>2</sub> )	シルト	30.3%
	5.2 (KCl)	極細粒砂	10.7%
陽イオン交換容量	26.4 cmol(+)/kg	細粒砂	28.2%
有機炭素含量	36.0 g/kg	中粒砂	4.0%
リン酸吸収係数	12.7 g/kg	粗粒砂	0.8%
粘土鉱物の種類	アロフェン	極粗粒砂	0.3%

試験方法:

試験系の準備および標識体の処理

水田圃場から表層土壌を採取し、最小限の風乾後 2 mm の篩に通した。土壌の厚さが約 5 cm、水深が約 2 cm となるように、土壌 (乾土換算 127 g) および精製水をガラス容器に分取した。試験系を遮光条件下、25±2°C (設定温度: 25°C) で 35 日間プレインキュベーションし、土壌層の酸化還元電位が 200 mV 以下であることを確認した。

処理濃度は、最大慣行施用量から 20 g a.i./ha (10 g a.i./ha×2)、つまり 0.02 mg/kg (乾土) となるが、濃度が非常に低く、正確な定量分析を実施できないと考えられた。そのため、処理濃度を最大慣行施用量の 5 倍に相当する 0.1 mg/kg (乾土) に設定した。

被験物質を少量の \_\_\_\_\_ に溶解し、目標濃度 100 g a.i./ha で試験系に添加した (実濃度: 0.108 mg/kg 乾土)。その後、試験系をガスフローシステムに連結し、気体相を捕集した。

有機揮発性物質 (VOC) 捕集用として \_\_\_\_\_、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) 捕集用として \_\_\_\_\_ を用いた。また、微生物の影響を見るために、3 日間連続で 0.75

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

時間、115°Cのオートクレーブにより滅菌した土壌を用いた試料を準備し、非滅菌の場合と同等の条件で試験を実施した。

#### 試料の採取および分析

非滅菌試料の採取を被験物質処理0（直後）、7、14、29、60、90、119および181日後に各2連（計8時点）で行なった。滅菌試料の採取は処理0（直後）、29、90および181日後に各2連（計4時点）行なった。

各採取時期において以下に示したスキームに従って試料を分析し、土壌抽出液および水相の放射能を液体シンチレーションカウンター（LSC）で測定した。土壌抽出液中の代謝物は高速液体クロマトグラフ（HPLC）により定量した。また、気体相捕集液の放射能はLSCにより定量した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 抽出残渣の分析

抽出残渣は、風乾後、一部を試料燃焼装置により燃焼し、その放射能を LSC により定量した。その結果、20% AR 以上が検出された抽出残渣については以下に示したスキームに従って  
により 画分、 画分および 画分に分画した。

#### 化合物の同定

被験物質および代謝物の については逆相HPLCおよび順相TLCの2条件で分析し、該当する分析標品の保持時間およびR<sub>f</sub>値との一致を確認することにより、同定を行った。また、CO<sub>2</sub>捕集液である に を加えることにより、放射能が減少することを確認した。これは溶液中の放射性CO<sub>2</sub>が として沈殿したためである。従って、捕集液中の放射能はCO<sub>2</sub>と同定された。

#### 分解速度

ピカルブトラゾクスの非滅菌土壌における分解速度定数 ( $k$ ) を FOMC (First Order Multi Compartment) モデルを用いて計算し、半減期 (DT50) および 90% 消失時間 (DT90) を求めた。また、微生物による影響を見るために、時間に対して滅菌土壌の残存量の対数をプロットし、最小二乗法により作成した直線から分解速度定数を算出し、DT50、DT90 を求めた。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

非滅菌試験系の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。この試験系における処理量に対する総回収率（%AR）は、91.2～102.7%ARであった。水相は処理直後の最大2.2%ARから、処理181日後の0.4%ARまで経時的に減衰した。土壌抽出区からの回収率が経時的に減少するのに従い、抽出残渣および気体相の割合が増加した。抽出区は91.0%AR（処理直後）から17.7%AR（処理181日後）まで減少した。抽出残渣は9.5%AR（処理直後）から処理60日後の51.6%ARまで増加し、その後緩やかに減少した。CO<sub>2</sub>は経時的に増加し、処理181日後において25.9%ARに達した。VOCは試験期間を通じて1.7%AR以下であった。

単位：%AR

採取時期 (d)			0	7	14	29
水相			2.2	0.7	1.2	1.2
抽出区		抽出1	52.0	30.5	6.4	22.0
		抽出2	21.2	22.5	5.9	13.5
		抽出3	10.6	12.8	—	6.9
		抽出4	2.4	6.2	13.3	4.6
		抽出5	5.0	3.3	13.8	2.4
		抽出6	—	—	8.8	—
		抽出7	—	—	3.3	—
	合計		91.0	75.1	51.3	49.3
抽出残渣			9.5	20.7	42.1	47.0
気体相	VOC	—	nd	nd	nd	
	CO <sub>2</sub>	—	nd	0.2	0.4	
	合計	—	nd	0.2	0.4	
総回収率			102.7	96.5	94.7	97.8
採取時期 (d)			60	90	119	181
水相			1.1	0.7	0.6	0.4
抽出区		抽出1	14.6	10.0	7.7	5.9
		抽出2	9.3	7.8	7.0	4.9
		抽出3	5.5	4.8	4.2	3.3
		抽出4	3.9	3.1	3.0	2.3
		抽出5	2.3	1.9	1.7	1.4
	合計		36.6	27.4	23.5	17.7
抽出残渣			51.6	46.1	40.4	47.3
気体相	VOC	nd	nd	1.7	nd	
	CO <sub>2</sub>	6.7	17.6	26.5	25.9	
	合計	6.7	17.6	28.1	25.9	
総回収率			94.8	91.7	92.5	91.2

nd：不検出

—：該当なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌試験系の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。処理量に対する総回収率（% AR）は、90.6～102.2% ARであった。水相は処理直後の2.1% ARから181日後の0.9% ARまで減衰し、抽出区は処理直後の90.3% ARから181日後の31.9% ARまで減衰した。抽出残渣は処理直後の9.9% ARから181日後57.8% ARまで増加した。揮発性物質は181日後で0.2% ARであった。

単位：% AR

採取時期 (d)			0	29	90	181
水相			2.1	2.1	1.6	0.9
抽出区		抽出1	52.6	29.8	16.6	12.6
		抽出2	20.2	16.6	11.2	9.6
		抽出3	10.2	8.8	6.1	4.8
		抽出4	—	4.7	—	—
		抽出5	3.4	5.8	4.2	3.0
		抽出6	3.9	—	2.6	2.0
合計			90.3	65.5	40.6	31.9
抽出残渣			9.9	32.2	54.8	57.8
気体相	VOC		—	nd	nd	nd
	CO <sub>2</sub>		—	nd	nd	0.2
	合計		—	nd	nd	0.2
総回収率			102.2	99.8	96.9	90.6

nd：不検出

—：該当なし

非滅菌および滅菌試験系の抽出残渣放射能の化学的特徴付けを以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。両試験系共に20% AR以上を示す抽出残渣を

し、画分、画分および画分に分離した。その結果、非滅菌および滅菌試験系ともに、抽出残渣中の放射性残留物は画分および画分に分布していることが明らかになった。

単位：% AR

試験系	非滅菌							滅菌		
	7	14	29	60	90	119	181	29	90	181
採取時期 (d)	7	14	29	60	90	119	181	29	90	181
総抽出残渣放射能	20.7	42.1	47.0	51.6	46.1	40.4	47.3	32.2	54.8	57.8
画分	7.2	18.9	22.3	28.1	19.0	13.6	17.0	18.1	30.8	28.6
画分	1.9	3.5	4.0	5.4	4.4	3.5	6.6	3.7	4.8	6.4
画分	11.7	19.7	20.8	18.2	22.8	23.3	23.8	10.5	19.3	22.8

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

非滅菌試験系の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。水相については処理直後のみ分析し、全てピカルブトラゾクスであった。土壌相において、ピカルブトラゾクスが181日間を通して主要な放射性成分であり、この間、88.3%ARから8.7%ARまで減衰した。分解物として がそれぞれ最大  
検出された。その他、複数の未知代謝物は合計で最大 であった。

単位：%AR

化合物	採取時期 (d)								
	0		7	14	29	60	90	119	181
	水相	土壌相	土壌相						
ピカルブトラゾクス	2.2	88.3	66.5	40.6	35.3	21.6	16.1	12.5	8.7
未知代謝物 その他*									

nd：不検出

\*：HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌試験系の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。水相については処理直後のみ分析し、全てピカルブトラゾクスであった。土壌相において、ピカルブトラゾクスは処理181日後では20.7% ARを示し、分解物が認められた。主要な代謝物として 検出された。

単位：% AR

採取時期 (d)	0		29	90	181
試料	水相	土壌相	土壌相		
ピカルブトラゾクス	2.1	90.0	50.0	26.6	20.7
未知代謝物 その他*					

nd：不検出

\*：HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計

好氣的湛水土壌中におけるピカルブトラゾクスのDT50およびDT90を以下に示す。非滅菌および滅菌土壌中におけるピカルブトラゾクスのDT50はそれぞれ12.9日および50.2日、DT90はそれぞれ176日および167日であった。これは、非滅菌土壌中においてピカルブトラゾクスの減衰には生物的作用および非生物的作用の両方が関係することを示している。

非滅菌 (FOMCモデル)

パラメータ	値
アルファ	0.744 d <sup>-1</sup>
ベータ	8.38
DT50	12.9 d
DT90	176 d

滅菌 (対数)

パラメータ	値
分解速度定数 (k)	0.0138 d <sup>-1</sup>
DT50	50.2 d
DT90	167 d

好氣的湛水土壌中における[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの推定分解経路を次頁に示す。ピカルブトラゾクスは の結果、分解物である を生成した。ピカルブトラゾクスおよび は、 にそれぞれ分解した。CO<sub>2</sub>への無機化および抽出残渣への放射能の取り込みが示すように、により分解は進んだ。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの好氣的湛水土壌中<sup>\*</sup>における推定分解経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

2) 好氣的土壤中動態試験

① [ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクスの好氣的土壤中動態試験

(資料 No. 代謝-11)

試験実施機関: Huntingdon Life Sciences (英国)

[GLP 対応]

報告書作成年: 2013 年

供試標識化合物:

化学名: *tert*-ブチル(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾリル)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ピリジル)カルバマート

1.		<p>[ <sup>14</sup>C ]ピカルブトラゾクス</p> <p>比放射能:</p> <p>放射化学的純度:</p> <p>*: <sup>14</sup>C標識位置</p>
----	--	--

標識位置の選択の理由:

供試土壌:

畑地土壌: (社) 日本植物防疫協会 (茨城県牛久市)

土性: 壤土 (USDA 法)

特性項目および測定値		土性分析	
土壌 pH	6.3 (H <sub>2</sub> O)	粘土	19.5%
	5.8 (CaCl <sub>2</sub> )	シルト	47.0%
	6.3 (KCl)	極細粒砂	12.4%
陽イオン交換容量	31.5 cmol(+)/kg	細粒砂	16.0%
有機炭素含量	52.8 g/kg	中粒砂	4.6%
リン酸吸収係数	20.4 g/kg	粗粒砂	0.5%
粘土鉱物の種類	アロフェン	極粗粒砂	<0.1%

試験方法:

試験系の準備および標識体の処理

圃場から土壌を採取し、最小限の風乾後 2 mm の篩に通した。土壌 16.1 g (乾土換算) を土壌層の厚さが約 1.8 cm となるように容器に分取し、蒸留水を加えて最大容水量の 60% に調整した。これをガスフローシステム (流速 60 mL/min) に連結し、遮光条件下、25 ± 2°C で 29 日間ブレインキュベーションした。

被験物質の処理は最大慣行施用量 6000 g a.i./ha となるように、目標濃度を 6 mg/kg に設定した。被験物質を少量の \_\_\_\_\_ に溶解し、その内、0.07 mL を試験系に添加した (実濃度: 6.1 mg/kg 乾土)。その後、溶媒は気化させ、試験系を再びガスフローシステムに連結し、気体相を捕集した。有機揮発性物質 (VOC) 捕集用として \_\_\_\_\_、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) 捕集用として \_\_\_\_\_ を用いた。また、微生物の影響を見るために、3 日

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

間、毎日 0.75 時間、115°Cでオートクレーブにより滅菌した土壌を用いた試験も同様の条件で行った。

#### 試料の採取および分析

非滅菌試料の採取を被験物質処理 0 (直後)、7、14、30、61、90、120 および 180 日後に各 2 連 (計 8 時点) で行なった。滅菌試料の採取は処理 0 (直後)、30、90 および 180 日後に各 2 連 (計 4 時点) で行なった。

各採取時期において以下に示したスキームに従って試料を分析し、土壌抽出液の放射能を液体シンチレーションカウンター (LSC) で測定した。土壌抽出液中の代謝物は高速液体クロマトグラフ (HPLC) により定量した。また、気体相捕集液中の放射能を LSC により定量した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 抽出残渣の分析

抽出残渣は風乾後、一部を燃焼処理し、その放射能を LSC により定量した。その結果、20% AR 以上が検出された抽出残渣については以下に示したスキームに従って により 画分、 画分および 画分に分画した。

#### 化合物の同定：

被験物質および主要な代謝物については逆相HPLCおよび順相TLCの2条件で分析し、該当する分析標品の保持時間およびR<sub>f</sub>値との一致を確認することにより、同定を行った。また、CO<sub>2</sub>捕集液である に を加えることにより、放射能が減少することを確認した。これは溶液中の放射性CO<sub>2</sub>が として沈殿したためである。従って、捕集液中の放射能はCO<sub>2</sub>と同定された。

#### 分解速度：

非滅菌土壌におけるピカルブトラゾクスの分解速度定数 ( $k$ ) を時間に対して残存量の対数をプロットし、最小二乗法により作成した直線から求め、これを用いてそれぞれの半減期 (DT50) および90%消失時間 (DT90) を求めた。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

非滅菌試験土壌の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。非滅菌試験土壌における処理量に対する総回収率（% AR）は 97.1～103.2% ARと定量的であった。抽出残渣の放射能は経時的に増加し、180日後では37.9% ARとなった。CO<sub>2</sub>は180日後において4.9% ARが検出された。VOCは試験期間を通じて検出限界未満であった。

単位：% AR

採取時期 (d)		0	7	14	30	61	90	120	180
抽出区	抽出1	76.3	73.2	67.0	66.3	54.6	48.8	42.2	31.6
	抽出2	20.3	17.5	19.3	15.7	14.8	13.9	15.4	13.9
	抽出3	4.9	4.6	5.5	4.7	5.3	4.7	5.5	5.6
	抽出4	—	1.8	2.5	2.5	3.4	3.5	3.8	4.4
合計		101.4	97.0	94.3	89.1	78.0	70.8	66.8	55.5
抽出残渣		1.8	4.2	6.4	10.9	19.9	24.8	30.1	37.9
気体相	VOC	—	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	CO <sub>2</sub>	—	0.2	0.3	0.7	1.1	1.6	2.7	4.9
	合計	—	0.2	0.3	0.7	1.1	1.6	2.7	4.9
総回収率		103.2	101.4	100.9	100.6	99.0	97.1	99.6	98.3

nd：不検出

—：該当なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌試験土壌の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。滅菌試験系における処理量に対する総回収率(%AR)は100.1~103.2%ARと定量的であった。抽出残渣の放射能は経時的に増加し、180日後では21.7%ARとなった。CO<sub>2</sub>は180日後において最大0.1%ARが検出された。

単位：%AR

採取時期 (d)		0	30	90	180
抽出区	抽出1	71.5	73.7	66.2	53.0
	抽出2	21.2	18.0	17.3	17.8
	抽出3	5.5	5.0	5.2	7.3
	抽出4	—	1.8	2.5	3.4
	合計	98.2	98.4	91.0	81.4
抽出残渣		1.9	4.5	11.5	21.7
気体相	VOC	—	nd	nd	nd
	CO <sub>2</sub>	—	nd	nd	0.1
	合計	—	nd	nd	0.1
総回収率		100.1	102.8	102.5	103.2

nd：不検出  
—：該当なし

非滅菌試験土壌および滅菌試験土壌の抽出残渣中放射能の化学的特徴付けを以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。各試料において20%AR以上が検出された抽出残渣中の放射能を 〃、〃、〃画分、〃画分および〃画分に画分した。その結果、非滅菌、滅菌試験系共に抽出残渣中の放射性残留物は 〃画分に最も多く分布することが明らかになった。

単位：%AR

土壌	非滅菌			滅菌
	90	120	180	180
採取時期 (d)	90	120	180	180
総抽出残渣放射能	24.8	30.1	37.9	21.7
〃画分	4.4	4.8	5.7	3.0
〃画分	1.8	1.8	2.6	1.0
〃画分	18.8	23.4	29.6	17.7

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

非滅菌土壌中の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。非滅菌土壌中において、ピカルブトラゾクスは処理直後の101.4% AR から処理180日後の24.5% AR まで減衰した。ピカルブトラゾクス以外に数種類の成分が検出され、その内の1つは、HPLC および TLC による分析標品とのクロマトグラフィーにより と同定された。これは処理180日後において最大となる が検出され、減衰は認められなかった。試験期間中に検出された未知代謝物は であった。

単位：% AR

化合物	採取時期 (d)							
	0	7	14	30	61	90	120	180
ピカルブトラゾクス	101.4	92.8	86.3	73.6	55.7	43.5	36.9	24.5
その他 <sup>*1</sup>								

\*1: HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌土壌中の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。滅菌土壌中において、ピカルブトラゾクスは、処理直後の98.1% AR から処理180日後の62.9% AR まで減衰した。ピカルブトラゾクス以外に数種の成分が検出され、その内の1種はHPLCおよびTLCによる分析標品とのクロマトグラフィーにより と同定された。 が検出された。試験期間中に検出された未知代謝物は であつた。

単位：% AR

化合物	採取時期 (d)			
	0	30	90	180
ピカルブトラゾクス	98.1	91.3	79.7	62.9
その他*				

nd：不検出

\*： HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計

非滅菌土壌中におけるピカルブトラゾクスのDT50およびDT90を以下に示す。ピカルブトラゾクスのDT50およびDT90はそれぞれ81日および270日であつた。なお、主代謝物である は、試験期間中に減衰が認められなかったため、DT50およびDT90を計算することができなかった。

化合物	適用式	分解速度定数 $k$ ( $d^{-1}$ )	DT50 (d)	DT90 (d)
ピカルブトラゾクス	対数	0.00853	81	270

好氣的土壌中における[  $^{14}C$ ]ピカルブトラゾクスの推定分解経路を次頁に示す。ピカルブトラゾクスは好氣的土壌中において、 により を生成した。その後、分解が進み、

が示唆された。また、滅菌土壌において、試験期間を通してピカルブトラゾクスの減衰が確認されたが、非滅菌土壌の方がピカルブトラゾクスの減衰は速やかであつた。従つて、ピカルブトラゾクスの減衰には が関与することが示唆された。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの好氣的土壤中における推定分解経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

② [ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの好氣的土壤中動態試験

(資料 No. 代謝-12)

試験実施機関: Huntingdon Life Sciences (英国)

[GLP 対応]

報告書作成年: 2012 年

供試標識化合物:

化学名: *tert*-ブチル(6-{{(Z)-(1-メチル-1*H*-5-テトラゾール)(フェニル)メチレン}アミノキシメチル}-2-ピリゾール)カルバマート

II.		<p>[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクス</p> <p>比放射能:</p> <p>放射化学的純度:</p> <p>*: <sup>14</sup>C標識位置</p>
-----	--	---

標識位置の設定理由:

供試土壌:

畑地土壌: (社) 日本植物防疫協会 (茨城県牛久市)

土性: 壤土 (USDA 法)

特性項目および測定値		土性分析	
土壌 pH	6.3 (H <sub>2</sub> O)	粘土	19.5%
	5.8 (CaCl <sub>2</sub> )	シルト	47.0%
	5.7 (KCl)	極細粒砂	12.4%
陽イオン交換容量	31.5 cmol(+)/kg	細粒砂	16.0%
有機炭素含量	52.8 g/kg	中粒砂	4.6%
リン酸吸収係数	20.4 g/kg	粗粒砂	0.5%
粘土鉱物の種類	アロフェン	極粗粒砂	<0.1%

試験方法:

試験系および標識体の処理

圃場から土壌を採取し、最小限の風乾後 2 mm の篩に通した。土壌 16.5 g (乾土換算) を、土壌層の厚さが約 1.8 cm となるように 250 mL 容ガラス容器に分取し、蒸留水を加え、最大容水量の 60% に調整した。これをガスフローシステム (流速 60 mL/min) に連結し、遮光条件下、25±2°C で 23 日間プレインキュベーションした。

被験物質の処理は最大慣行施用量 6000 g a.i./ha となるように、目標濃度を 6 mg/kg に設定した。被験物質を少量の \_\_\_\_\_ に溶解し、その内、0.07 mL を試験系に添加した (実濃度: 6.26 mg/kg 乾土)。その後、試験系を再びガスフローシステムに連結し、気体相を捕集した。有機揮発性物質 (VOC) 捕集用として \_\_\_\_\_、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) 捕集用として \_\_\_\_\_ を用いた。また、微生物の影響を見るために、3 日間連続で 0.75 時間、115°C のオートクレーブにより滅菌した土壌を用いた試料を準備し、非滅菌試料と同様の条件で試験を実施した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 試料採取および分析

非滅菌試料の採取を被験物質処理 0 (直後)、7、14、30、62、91、120 および 180 日後に各 2 連 (計 8 時点) で行なった。滅菌試料の採取は処理 0 (直後)、30、91 および 180 日後に各 2 連 (計 4 時点) で行なった。

各採取時期において以下に示したスキームに従って試料を分析し、土壌抽出液の放射能を液体シンチレーションカウンター (LSC) で測定した。土壌抽出液中の代謝物を高速液体クロマトグラフ (HPLC) により定量した。また、気体相捕集液中の放射能を LSC により定量した。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

#### 抽出残渣の分析

抽出残渣は、風乾後、一部を燃焼処理し、その放射能を LSC により定量した。その結果、20% AR 以上が検出された抽出残渣については以下に示したスキームに従って  
り 画分、 画分および 画分に分画した。

#### 化合物の同定：

被験物質および主要な代謝物である については逆相HPLCおよび順相TLCの2条件で分析し、該当する分析標品の保持時間およびRf値との一致を確認することにより、同定を行った。また、揮発性成分捕集液である に を加えることにより、放射能が減少することを確認した。これは溶液中の放射性CO<sub>2</sub>が として沈殿したためである。従って、捕集液中の放射能はCO<sub>2</sub>と同定された。

#### 分解速度：

非滅菌土壌におけるピカルブトラゾクスおよびその主代謝物の分解速度定数 ( $k$ ) を時間に対して残存量の対数をプロットし、最小二乗法により作成した直線から求め、これを用いてそれぞれの半減期 (DT50) および 90%消失時間 (DT90) を求めた。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

試験結果：

非滅菌試験土壌の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。非滅菌試験土壌における処理量に対する総回収率(%AR)は90.4~96.8%ARと定量的であった。抽出残渣の放射能は処理直後の0.8%ARから増加し、180日後では49.4%ARとなった。CO<sub>2</sub>は経時的に増加し、処理180日後において4.6%ARに達した。VOCは試験期間中を通じて検出限界未満であった。

単位:%AR

採取時期 (d)		0	7	14	30	62	91	120	180
抽出区	抽出1	73.6	61.4	58.2	62.3	41.8	33.5	29.5	19.9
	抽出2	17.0	17.1	15.9	12.4	13.5	12.1	10.6	7.7
	抽出3	4.3	5.7	5.5	2.7	4.9	5.5	3.7	3.0
	抽出4	1.3	2.0	2.5	3.5	4.9	3.9	6.1	5.9
	合計	96.0	86.1	82.0	80.9	65.1	55.0	49.8	36.4
抽出残渣		0.8	5.2	7.9	10.1	24.5	36.2	38.9	49.4
気体相	VOC	—	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	CO <sub>2</sub>	—	0.5	0.7	1.0	2.2	3.2	3.8	4.6
	合計	—	0.5	0.7	1.0	2.2	3.2	3.8	4.6
総回収率		96.8	91.8	90.5	91.9	91.7	94.3	92.4	90.4

nd：不検出

—：該当なし

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌試験土壌の放射能分布および回収率を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。滅菌試験系における処理量に対する総回収率（%AR）は93.6～95.1%ARと定量的であった。抽出残渣の放射能は処理直後の0.8%ARから180日後の27.3%ARまで増加した。CO<sub>2</sub>が試験期間中最大0.1%AR検出された。VOCは試験期間を通じて検出限界未満であった。

単位：%AR

採取時期 (d)		0	30	91	180
抽出区	抽出1	67.3	70.5	51.7	44.2
	抽出2	20.2	13.0	17.0	14.4
	抽出3	4.9	2.7	6.3	4.9
	抽出4	1.4	2.3	3.0	2.9
	合計	93.7	88.4	77.9	66.3
抽出残渣		0.8	6.6	16.0	27.3
気体相	VOC	—	nd	nd	nd
	CO <sub>2</sub>	—	0.1	0.1	0.1
	合計	—	0.1	0.1	0.1
総回収率		94.5	95.1	94.0	93.6

nd：不検出

—：該当なし

非滅菌試験土壌および滅菌試験土壌の抽出残渣中放射能の化学的特徴付けを以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。抽出残渣中の放射能を  
画分、画分および画分に分離した。その結果、非滅菌、滅菌試験系共に抽出残渣中の放射性残留物は画分に最も多く分布することが明らかとなった。

単位：%AR

土壌	非滅菌				滅菌
	62	91	120	180	180
採取時期 (d)	62	91	120	180	180
総抽出残渣放射能	24.5	36.2	38.9	49.4	27.3
画分	2.3	4.3	8.5	13.3	3.0
画分	2.0	2.9	3.8	5.5	2.0
画分	20.3	29.0	26.6	30.7	22.3

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

非滅菌土壌中の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。非滅菌土壌中において、ピカルブトラゾクスは180日間を通して主要な放射性成分であり、この間、93.5% AR から 17.3% AR まで減衰した。主要な代謝物である  が処理91日後において最大  が検出され、その後減衰し、処理180日後においては  となった。その他、複数の未知代謝物が生成したが、いずれも  であった。

単位：%AR

化合物	採取時期 (d)							
	0	7	14	30	62	91	120	180
ピカルブトラゾクス	93.5	82.5	76.9	69.4	43.2	32.3	27.7	17.3
その他*								

\*: HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

滅菌土壌中の放射性成分組成を以下に示す（得られた2連の数値から申請者が平均値を算出した）。滅菌土壌中において、ピカルブトラゾクスは経時的に分解し、処理180日後では48.9% ARまで減衰した。主要な代謝物である が処理180日後において最大 が検出された。その他、複数の未知代謝物が生成したが、いずれも であった。

単位：% AR

化合物	採取時期 (d)			
	0	30	91	180
ピカルブトラゾクス	91.2	81.7	66.2	48.9
その他*				

\*： HPLCでピークとして検出されなかった画分の合計

非滅菌土壌中におけるピカルブトラゾクスのおよび主代謝物 のDT50およびDT90を以下に示す。ピカルブトラゾクスのDT50およびDT90はそれぞれ64日および211日と速やかであった。また、 のDT50およびDT90はそれぞれ と緩やかであった。

化合物	適用式	分解速度定数 $k$ ( $d^{-1}$ )	DT50 (d)	DT90 (d)
ピカルブトラゾクス	対数 対数	0.0109	64	211

好氣的土壌中における[  $^{14}C$ ]ピカルブトラゾクスの推定分解経路を次頁に示す。ピカルブトラゾクスは好氣的土壌中において、 を生成した。その後、分解が進み、

が示唆された。また、滅菌土壌において、試験期間を通してピカルブトラゾクスの減衰が確認されたが、非滅菌土壌の方がピカルブトラゾクスの減衰は速やかであった。従って、ピカルブトラゾクスの減衰には、 が関与することが示唆された。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

[ <sup>14</sup>C]ピカルブトラゾクスの好氣的土壤中における推定分解経路

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

3) 代謝物の土壌中動態に関する試験

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。



本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。

本資料に掲載された情報に係る権利及び内容の責任は日本曹達株式会社にある。