

2. 植物代謝に関する試験

(1) 水稻における代謝試験

(資料 代 3)

試験機関 : Charles River Laboratories (英國)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2010 年 [GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ- ^{14}C 標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $16.95\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $17.18\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 98.1%

非標識化合物の純度 ; %

標識位置選定理由 ;

供試植物 : ジヤポニカ種イネ (品種 : Gleva)

栽培条件 ; $0.565 \times 0.365 \times 0.406\text{m}$ のプラスチック製鉢箱に砂利を約 2cm 敷き、さらにその上に砂壤土を約 29cm を敷いた。イネ種子を播種し、Charles River Laboratories 敷地内の温室にて生育した。供試化合物の初回処理後 2 日目に水を加え鉢箱の水深が約 3 cm の湛水状態とした。この湛水状態は最終収穫日の 2~3 日前まで維持した。

方 法 :

試験溶液調製 ; 供試標識化合物をアセトンに溶解した原液を作製し、この原液を用いて模擬製剤を調製した。本試験では茎葉散布及び土壤処理の 2 処理方法を設けた。

茎葉散布用には、非標識体で希釈した原液をフロアブル製剤補助成分と混合し、放射能濃度 $5.03\mu\text{Ci}/\text{mg}$ の模擬製剤を作製した。茎葉散布液の CY 標識体及び PC 標識体比は 1:1 (放射化学的純度 : >97.9%、比放射能 : $17.06\mu\text{Ci}/\text{mg}$; $0.63\text{MBq}/\text{mg}$) であった。

土壤処理用には、各標識体を別々に粒剤補助成分と混合し (有効成分 0.4%、不活性成分 99.6%、w/w) 、模擬製剤化した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

処理方法； 各試験区への供試標識化合物処理の概要を以下に示す。茎葉散布及び土壤処理とも、3~4葉期の植物体に行い、処理量は茎葉散布区で3回処理合計で450g ai/ha、土壤処理区で各標識体の単回処理量として300g ai/haを目標とした。

表 1. 処理の概要

処理方法	処理回数	処理量	処理年月日	生育ステージ
茎葉散布 (CY/PC 混合処理)	1	152.4 g ai/ha	2008年11月17日	3葉期
	2	155.5 g ai/ha	2008年11月24日	4葉期
	3	160.8 g ai/ha	2008年12月1日	4葉期
土壤処理(CY 標識体)	1	293.7 g ai/ha	2008年11月18日	3葉期
土壤処理(PC 標識体)	1	271.9 g ai/ha		3葉期

試料採取； 試料採取の概要を以下にまとめる。

表 2. 試料採取の概要

処理方法	試料採取時期	試料採取日	採取部位
茎葉散布 (CY/PC 混合処理)	1回目処理直後	2008年11月17日	茎葉
	1回目処理7日後	2008年11月24日	茎葉及び根
	2回目処理7日後	2008年12月1日	茎葉及び根
	最終処理7日後	2008年12月8日	茎葉及び根
	最終処理14日後	2008年12月15日	茎葉
	最終処理28日後	2008年12月29日	茎葉及び根
	最終処理57日後*	2009年1月27日	茎葉(予備試料)
	成熟期(最終処理140日後)	2009年4月20日	穀粒、稻わら及び根
土壤表面 (CY 標識体 または PC 標識体)	処理3日後	2008年11月21日	茎葉
	処理7日後	2008年11月25日	茎葉及び根
	処理14日後	2008年12月2日	茎葉
	処理28日後*	2008年12月16日	茎葉及び根(予備試料)
	処理56日後	2009年1月13日	茎葉及び根
	成熟期(最終処理175日後)	2009年5月12日	穀粒、稻わら及び根

*試料は予備として、分析をせず保管した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

分析方法； 各試料は粉碎し、燃焼-液体シンチレーションカウンター（LSC）分析により総放射能残留量を測定した。

粉碎試料の一部をアセトニトリル：水（9:1、v/v）、続いてアセトニトリル：水（7:3、v/v）で抽出した。さらに酵素混合液（ β -グルコシダーゼ、セルラーゼ、ドリセラーゼ）による抽出、沈殿物の緩衝液による洗浄、弱酸性加水分解（1M HCl、約 60°C、6 時間）処理、強酸性加水分解（6M HCl、約 90°C、6 時間）処理及び塩基加水分解（6M NaOH、約 90°C、24 時間）処理を実施した。

0.01mg/kg 以上の放射能を含む抽出液は、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）により分析した。

放射性残留成分の同定は、高速液体クロマトグラフィー質量分析器（LC-MS）を用いた標準品との比較により行った。非抽出残渣の放射能は、燃焼 LSC 分析により測定した。

試料の抽出・精製スキームを以下に示す。

結 果 :

放射能分布；各時点で採取した植物試料の放射能濃度及び分布率を下表に示す。

稻わら中の総残留放射能 (TRR) は、茎葉散布で 0.446mg/kg、粒剤土壌処理で 0.278 ~ 0.297mg/kg であった。成熟期の根部には、茎葉散布で 0.447mg/kg、粒剤土壌処理で 0.282~0.367mg/kg の放射能が含まれていた。

玄米中の TRR は、茎葉散布区で 0.024mg/kg、粒剤土壌処理区で 0.012~0.029mg/kg であり、可食部への残留は小さかった。

表 3. 茎葉散布試料における残留放射能(総残留放射能に対する割合%TRR 及び濃度 mg/kg)

試料	試料採取時間	抽出性放射能		非抽出性放射能		合計	
		%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
茎葉	1回目処理後	99.9	2.124	0.1	0.002	100.0	2.126
	1回目処理 7日後	92.1	0.353	7.8	0.030	99.9	0.383
	2回目処理 7日後	99.0	0.990	1.0	0.010	100.0	1.000
	最終処理 7日後	96.6	1.506	3.4	0.053	100.0	1.560
	表面洗浄液*	74.5	1.162	—	—	—	—
	最終処理 14日後	95.3	1.151	4.7	0.057	100.0	1.207
	表面洗浄液*	46.8	0.565	—	—	—	—
わら	最終処理 140日後	83.7	0.374	16.3	0.073	100.0	0.446
玄米	最終処理 140日後	48.7	0.012	51.3	0.012	100.0	0.024
根部	1回目処理 7日後	NA	NA	NA	NA	100.0	0.241
	2回目処理 7日後	NA	NA	NA	NA	100.0	0.301
	最終処理 7日後	NA	NA	NA	NA	100.0	0.676
	最終処理 140日後	NA	NA	NA	NA	100.0	0.447

*アセトニトリル/水 (9:1、v/v) で洗浄

NA : 非該当

表4. 土壤処理試料における残留放射能(総残留放射能に対する割合%TRR 及び濃度 mg/kg)

試料	試料採取時点	標識位置	抽出性放射能		非抽出性放射能		合計	
			%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
茎葉	処理 3日後	CY 標識体	ND*	ND*	ND*	ND*	ND*	ND*
		PC 標識体	100.0	0.153	ND	ND	100.0	0.153
	処理 7日後	CY 標識体	96.1	0.073	3.9	0.003	100.0	0.076
		PC 標識体	94.7	0.064	5.3	0.004	100.0	0.068
	処理 14日後	CY 標識体	90.9	0.136	9.1	0.014	100.0	0.150
		PC 標識体	90.2	0.131	9.8	0.014	100.0	0.145
	処理 56日後	CY 標識体	86.8	0.351	13.2	0.053	100.0	0.404
		PC 標識体	85.5	0.359	14.5	0.061	100.0	0.420
わら	処理 175日後	CY 標識体	79.7	0.222	20.3	0.056	100.0	0.278
		PC 標識体	78.5	0.233	21.5	0.064	100.0	0.297
玄米	処理 175日後	CY 標識体	61.1	0.007	38.9	0.005	100.0	0.012
		PC 標識体	67.0	0.020	32.9	0.010	99.9	0.029
根部	処理 7日後	CY 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	<0.017*
		PC 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	<0.040*
	処理 56日後	CY 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	0.253
		PC 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	0.297
	処理 175日後	CY 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	0.282
		PC 標識体	NS	NS	NS	NS	100.0	0.367

*茎葉試料採取量が少なく、総残留放射能を求めることができなかった。

ND：定量限界未満

NS：試料なし

代謝分解；各時点で採取した植物試料の代謝物分布を下表に示す。

茎葉散布後の未成熟茎葉中の主要放射性成分はシアントラニリプロールであり、最終処理後 14 日目には 81.1%TRR に減少した。この減少に伴って、主要な代謝物である (最大 %TRR) が生成した。これ以外に

等も生成したが、いずれ

も %TRR 以下と微量であった。

茎葉散布後の稻わらにおける主要放射性成分はシアントラニリプロールで、0.109mg/kg (24.4%TRR) を占めた。また稻わらには

なども含まれていたが、いずれも総残留放射能の %未満であった。玄米中の主要な放射能成分はシアントラニリプロール (20.9%TRR、0.005mg/kg) で、その他 mg/kg 以下の微量成分が 種確認された。

土壤処理茎葉試料中の主要な放射性残留成分はシアントラニリプロールであり、処理 56 日後に 0.205~0.232mg/kg (48.7~57.4%TRR) の最大値を示した。主要な代謝物は であり、そのほかに

が微量 (それぞれ %TRR 以下) 含まれていた。

土壤処理稻わら試料中からは、シアントラニリプロールが主要な放射能成分として

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

検出され、その量は 0.125mg/kg (42.1~44.9%TRR) であった。また、稻わら中には主要な代謝物である (%TRR 以下、 mg/kg 以下) のほか、も存在した。土壌処理玄米試料中に存在していたシアントラニリプロール量は 46.2~62.7%TRR (0.007~0.014mg/kg) で、そのほかが含まれていたが、いずれも mg/kg 以下であった。

表 5. 茎葉散布 3 回処理水稻における代謝物(総残留放射能に対する割合%TRR 及び濃度 mg/kg)

残留成分		1回目 処理 当日	1回目 処理 7日後	2回目 処理 7日後	最終 処理 7日後	最終 処理 14日後	成熟試料 (最終処理 140 日後)	
		茎葉				wら	玄米	
シアントラニリプロール [P]	%TRR	100	90.7	95.5	75.6	81.1	24.4	20.9
	mg/kg	2.127	0.347	0.956	1.179	0.980	0.109	0.005
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							
	%TRR							
	mg/kg							

ND : 検出されず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 6. CY 標識体土壌処理水稻における代謝物(総残留放射能に対する割合%TRR 及び濃度 mg/kg)

残留成分		処理後日数(日)、試料					
		3 日	7 日	14 日	56 日	175 日	
		茎葉				わら	玄米
シアントラニリプロール[P]	%TRR	NC	102.0	67.1	57.4	44.9	62.7
	mg/kg	NC	0.077	0.101	0.232	0.125	0.007
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						

ND : 検出されず

<LOD : 検出限界(0.2%TRR 及び 0.001mg/kg)未満

NC : 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デュポン株式会社にある。

表 7. PC 標識体土壌処理水稻における代謝物(総残留放射能に対する割合%TRR 及び濃度 mg/kg)

残留成分		処理後日数(日)、試料					
		3	7	14	56	175	
		茎葉				わら	玄米
シアントラニリプロール[P]	%TRR	107.8	86.2	58.6	48.7	42.1	46.2
	mg/kg	0.165	0.059	0.085	0.205	0.125	0.014
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						
	%TRR						
	mg/kg						

ND : 検出されず

<LOD : 検出限界(0.2%TRR 及び 0.001mg/kg)未満

推定代謝経路 ;

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

シアントラニリプロールの水稻における推定代謝経路

*[]内は推定代謝物



(2) ワタにおける代謝試験

(資料 代 4)

試験機関 : Charles River Laboratories (英國)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2008 年[GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ- ^{14}C 標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-プロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $16.95\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $15.33\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 99.0%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試植物 : ワタ (品種 : Crema 111)

栽培条件 ; スペイン Lleida の Charles River Laboratories 試験圃場にて、直径 30cm のプラスチックポットに播種し栽培した。供試化合物は塩基性側で易分解性であることが知られているため、市販の酸性培養土を用いて栽培した（スペインでは酸性土壌は稀であるため）。栽培期間中、必要に応じて肥料を施した。

方 法 :

試験溶液の調製 ; アセトンに CY 標識体 ($1.720\text{mg}/\text{mL}$) 及び PC 標識体 ($1.698\text{mg}/\text{mL}$) を溶解した原液を使用した。混合標識物の原液は、CY 標識体原液及び PC 標識体原液を混合して調製した。 $[\text{CY}/\text{PC}]$ シアントラニリプロールの比放射能は $15.833\mu\text{Ci}/\text{mg}$ であった。

CY 標識体原液、PC 標識体原液、混合標識物原液を所定量採取し、ガラスホモジナイザー内で窒素気流下にて濃縮乾固し、用時まで約 -20°C で保存した。

各処理日に、各標識体の入ったガラス製ホモジナイザーに SC 製剤の白試料を加えて約 20~30 分間ホモジナイズし、模擬製剤化した。この模擬製剤に蒸留水を加え希釈した物を処理液とした。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

処理方法； 土壤処理液は、湿った土壤表面に 10mL 容の自動ピペットを用いて均等に処理した。茎葉散布処理は手持ち式噴霧器を用いて処理した。

区画をシート材で囲い処理を行い、処理後に除去した。各処理後、処理容器を処理液量の 10%に相当する蒸留水で灌いで、処理液と同一の方法で処理した。処理の概要を以下に示す。

表 1. 処理の概要

処理方法	処理回数	処理量(g ai/ha)	処理年月日	生育ステージ
茎葉散布 (CY/PC 標識体 混合処理)	1	147.96	2005 年 7 月 21 日	6 葉期
	2	152.45	2005 年 7 月 28 日	8 葉期
	3	137.88	2005 年 8 月 4 日	9 葉期以上
土壤処理 (CY 標識体)	1	143.80	2005 年 7 月 20 日	9 葉期以上
	2	158.37	2005 年 7 月 27 日	9 葉期以上
	3	150.16	2005 年 8 月 3 日	9 葉期以上
土壤処理 (PC 標識体)	1	156.61	2005 年 7 月 20 日	9 葉期以上
	2	164.24	2005 年 7 月 27 日	9 葉期以上
	3	146.65	2005 年 8 月 3 日	9 葉期以上

試料採取；表 2 に記載の日程で試料採取を行った。成熟時には莢(綿実及び繰綿)及び綿繰り機の綿屑（以後、綿繰り機の綿屑と記載）を採取した。試料は採取後凍結し、スペインの圃場から英国 Charles River Laboratories に送付し、残留放射能の分析を行った。莢は英国で綿実と繰綿とに分離した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 2. 試料採取の概要

処理方法	試料採取時期	試料採取日	採取部位
茎葉散布 (CY/PC 混合処理)	1回目処理直後	2005年7月21日	茎葉
	2回目処理前	2005年7月27日	
	2回目処理直後	2005年7月27日	
	最終処理前	2005年8月4日	
	最終処理直後	2005年8月4日	
	最終処理7日後	2005年8月11日	
	最終処理13日後	2005年8月17日	
	成熟期(最終処理124日後)	2005年12月6日	綿実、繰綿及び 綿織り機の綿屑
土壤処理 (CY 標識体)	2回目処理前	2005年7月27日	茎葉
	最終処理前	2005年8月3日	
	最終処理8日後	2005年8月11日	
	最終処理14日後	2005年8月17日	
	成熟期(最終処理125日後)	2005年12月6日	綿実、繰綿及び 綿織り機の綿屑
土壤処理 (PC 標識体)	2回目処理前	2005年7月27日	茎葉
	最終処理前	2005年8月3日	
	最終処理8日後	2005年8月11日	
	最終処理14日後	2005年8月17日	
	成熟期(最終処理125日後)	2005年12月6日	綿実、繰綿及び 綿織り機の綿屑

試料の処理及び分析；茎葉散布区から採取した植物体は採取後直ちにアセトニトリル：水（7:3、v/v）で洗浄し、表面に付着した放射能を落とした。洗浄した植物体は風乾後粉碎し、一部を総残留放射能測定の試料とした。

風乾試料の一部をとり、残留成分の定量及び同定を行った。試料をアセトン：1N ギ酸（9:1、v/v）で3回抽出した。非抽出残渣の放射能は燃焼分析によって測定した。総残留放射能は、抽出性放射能及び非抽出残渣の放射能の合計として算出し、親化合物当量として表した。0.01mg/kg 以上の放射能を含む試料は高速液体クロマトグラフィー（HPLC）で分析し、残留放射性成分は HPLC 及び液体クロマトグラフィー質量分析法（LC-MS）を用いて、標準品とのコクロマトグラフにより同定した。

試料からの抽出・精製スキームを次頁に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



結果：

放射能分布；茎葉散布直後の葉における総残留放射能は 2.709～14.528mg/kg であり、これらは最終処理後 13 日に 0.425mg/kg まで減少した。茎葉散布区の綿繰り機の綿屑、繰綿及び綿実における総残留放射能は、それぞれ 0.131、0.009 mg/kg 及び定量限界 (0.001mg/kg) 未満であった。

綿繰り機の綿屑における主要な放射性残留成分はシアントラニリプロールであり、総残留放射能の 34.4% (0.043mg/kg) であった。そのほか

も検出されたが、いずれも総残留放射能の %未満であった。未成熟葉における主要な残留成分もシアントラニリプロールであり、69.7% (1.889mg/kg) から 1 回目処理後 7 日には 19.7%TRR (1.066mg/kg) に減少した。1 回目処理後 7 日に検出されたその他の代謝物には

が含まれた。

光分解物である _____ は 1 回目処理後 7 日に _____ %TRR (_____ mg/kg) であり、主として表面洗浄液に認められたが、その後減少し、(最終処理後 7 日には _____ %TRR, _____ mg/kg) となった。 _____ は抽出液中に極めて微量 (_____ %TRR, _____ mg/kg) 存在した。最終処理後 13 日までにこれら代謝物の濃度は _____ mg/kg (_____ %TRR) 未満に減少した。

CY 及び PC 標識体土壤処理区から採取した未成熟葉、繰綿及び綿実における総残留放射能は 0.005mg/kg 以下であった。綿繰り機の綿屑における値は 0.023 及び 0.095mg/kg であった。

土壤処理区において、0.01mg/kg 以上の放射能を含む部位は綿繰り機の綿屑のみであった。シアントラニリプロールが綿繰り機の綿屑における主要な放射性残留成分であり、CY 及び PC 標識体処理区において、それぞれ 0.025 及び 0.011mg/kg (25.6 及び 46.8%TRR) 存在した。CY 標識体処理区から採取した綿繰り機の綿屑からは、代謝物として

が検出されたが、いずれも総残留放射能の %未満であった。
PC 標識体処理区の綿繰り機の綿屑からは _____ のみが検出されたが、 _____ mg/kg (_____ %TRR) と微量であった。

これらの結果より、シアントラニリプロール及び代謝物の綿実及び繰綿への移行は少ないと考えられる。土壤処理時、土壤から茎葉への移行は低く、茎葉散布時も茎葉の残留放射能は急速に減少した。

表 3. ワタ試料における総残留放射能の推移(TRR、mg/kg)

試料	処理区			
	土壤処理 (CY 標識体)	土壤処理 (PC 標識体)	茎葉散布 (CY 及び PC 標識体)	
1回目処理後	茎葉	NC	NC	2.709*
2回目処理前	茎葉	<0.001	0.002	5.414*
2回目処理後	茎葉	NC	NC	14.528
最終処理前	茎葉	0.005	0.002	2.654*
最終処理後	茎葉	NC	NC	7.929
最終処理 7 日後(茎葉散布) /最終処理 8 日後(土壤処理)	茎葉	<0.001	<0.001	0.505
最終処理 13 日後(茎葉散布) /最終処理 14 日後(土壤処理)	茎葉	0.002	0.002	0.425
成熟期	綿繰り機 の綿屑	0.095*	0.023*	0.131
	繰綿	<0.001	<0.001	0.009
	綿実	<0.001	<0.001	<0.001

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

NC : 分析せず

表 4. CY 及び PC 標識体土壤処理した綿繰り機の綿屑からの各抽出液中残留放射能

画分	CY 標識体処理		PC 標識体処理	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
抽出性放射能	94.9	0.091	99.9	0.023
抽出液 1(アセトン/1N ギ酸)	42.0	0.040	55.5	0.013
抽出液 2(アセトン/1N ギ酸)	24.8	0.024	23.7	0.005
抽出液 3(アセトン/1N ギ酸)	12.8	0.012	20.7	0.005
抽出液 4(酵素処理)	7.4	0.007	NC	NC
抽出液 5(酸加水分解、60°C)	3.9	0.004	NC	NC
抽出液 6(酸加水分解、90°C)	2.2	0.002	NC	NC
抽出液 7(塩基加水分解)	1.8	0.002	NC	NC
非抽出性残渣	5.1	0.005	<0.1	<0.001
合計*	100.0	0.095	99.9	0.023

茎葉、綿実及び繰綿の放射能残留は微量(<0.010mg/kg)であったため抽出を行わなかった。

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

NC : 分析せず

表 5. ワタ茎葉及び綿繰り機の綿屑における残留放射能(CY/PC 標識体混合、茎葉散布)

画分		茎葉					綿繰り機 の綿屑
		1回目 処理後	2回目 処理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 13日後	
表面洗浄液	%TRR	55.9	66.6	69.9	NC	NC	19.1
	mg/kg	1.514	3.606	1.855	NC	NC	0.025
抽出液 1	%TRR	24.1	17.1	14.7	68.2	54.8	20.4
	mg/kg	0.653	0.926	0.390	0.344	0.233	0.027
抽出液 2	%TRR	5.9	2.8	2.6	13.3	15.6	12.6
	mg/kg	0.160	0.152	0.069	0.067	0.066	0.017
抽出液 3	%TRR	0.9	0.3	<0.1	<0.1	3.4	7.2
	mg/kg	0.024	0.016	<0.001	<0.001	0.014	0.009
抽出液 4	%TRR	NC	4.3	4.4	4.1	7.7	7.4
	mg/kg	NC	0.233	0.117	0.021	0.033	0.010
抽出液 5	%TRR	NC	3.9	3.4	2.9	4.7	5.4
	mg/kg	NC	0.211	0.090	0.015	0.020	0.007
抽出液 6	%TRR	NC	0.8	0.6	4.5	3.7	7.5
	mg/kg	NC	0.043	0.016	0.023	0.016	0.010
抽出液 7	%TRR	NC	4.2	1.1	4.8	8.0	4.2
	mg/kg	NC	0.227	0.029	0.024	0.034	0.006
抽出性放射能	%TRR	86.8	100.0	96.7	97.8	97.9	83.8
	mg/kg	2.351	5.414	2.566	0.494	0.416	0.111
非抽出性残渣	%TRR	13.2	<0.1	3.5	2.2	2.0	16.2
	mg/kg	0.358	<0.001	0.093	0.011	0.009	0.021
合計*	%TRR	100.0	100.2	100.0	100.0	99.9	100.0
	mg/kg	2.709	5.414	2.654	0.505	0.425	0.131

綿実及び繊維の放射能残留は微量(<0.010 mg/kg)であったため抽出を行わなかった。

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

NC : 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デュポン株式会社にある。

代謝分解；試料各部位の代謝物分布を表 6～8 に示す。シアントラニリプロールは葉及び綿繰り機の綿屑での主要な残留成分であったが、綿実または縞綿からは検出されなかつた。

表 6. ワタ茎葉及び綿繰り機の綿屑における残留放射性成分(CY/PC 標識体混合、茎葉散布)

ND：検出せず

表 7. CY 及び PC 標識体土壤処理した綿繰り機の綿屑中の残留成分

ND：検出せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

は共溶出することが既存の試験で示された。別の HPLC 分析方法を用いた 2 種類の成分の分離を以下に示す。

この画分の大部分は であり、トマト及びレタス試験での結果と同様に表面洗浄液からの回収が主であった。

表 8. 茎葉処理ワタ葉試料中 及び の分離(改良 HPLC 条件での分析)

残留成分	2 回目処理前				最終処理 7 日後	
	表面洗浄液		抽出液		抽出液	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
シアントラニリプロール	—	—	7.3	0.390	38.2	0.192

* : 複数化合物の合計

推定代謝経路；

推定代謝経路を次図に示す（未同定代謝物は含まれていない）。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

シアントラニリプロールのワタ茎葉における推定代謝経路



(3) トマトにおける代謝試験

(資料 代 5)

試験機関 : Charles River Laboratories (英国)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2008 年 [GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ- ^{14}C 標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $16.95\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $15.33\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 99.0%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試植物 : トマト (品種 : Monsterrat)

栽培条件 ; 市販の培養土を充填した直径 24cm のプラスチックポットにトマト種子を播種し、スペイン Lleida の Charles River Laboratories 敷地内で栽培した。塩基性側で起こるシアントラニリプロールの非生物的分解がないような培土 (pH 6.4、有機炭素含有量 88.5%) を選択した。植物は播種約 4 ヶ月後に、傷害を防ぐため温室に移した。

方 法 :

処理薬剤調製 ; 供試標識化合物をアセトンに溶解し、原液を作製した。模擬製剤化した供試標識化合物を処理した。被験物質の処理は、茎葉散布及び土壤処理の 2 種類を設けた。
被験物質原液を非標識化合物で希釈し、既製のフロアブル製剤補助成分を用いて放射能濃度が $5.03\mu\text{Ci}/\text{mg}$ の処理薬剤を調製した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

処理方法；被験物質の処理は、茎葉散布及び土壌処理の2種類を設けた。第1回目の処理は、発芽後3週目（茎葉散布）あるいは7週目（土壌処理）に行った。土壌処理液は湿った土壌表面に10mL容の自動ピペットを用いて均等に処理し、茎葉散布処理は手持ち式噴霧器を用いて処理した。処理の概要を以下に示す。

表1. 処理の概要

処理方法	処理回数	処理量(g ai/ha)	処理年月日	生育ステージ
茎葉散布 (CY/PC 標識体 混合処理)	1	150.7	2005年7月20日	本葉9葉期
	2	150.5	2005年7月27日	第一花芽出現期
	3	130.3	2005年8月3日	第一花開花期
土壌処理 (CY 標識体)	1	145.4	2005年7月20日	本葉4~5葉期
	2	159.9	2005年7月27日	本葉6葉期
	3	149.3	2005年8月3日	第三花芽出現期
土壌処理 (PC 標識体)	1	154.0	2005年7月20日	本葉4~5葉期
	2	160.7	2005年7月27日	本葉6葉期
	3	144.9	2005年8月3日	第三花芽出現期

試料採取；以下の日程で試料採取を行った。

表2. 試料採取の概要

処理方法	試料区分	試料採取日	採取部位
茎葉散布 (CY/PC 混合処理)	1回目処理直後	2005年7月21日	葉
	2回目処理前	2005年7月28日	
	2回目処理直後		
	最終処理前	2005年8月4日	
	最終処理直後		
	最終処理7日後	2005年8月11日	
	最終処理14日後	2005年8月17日	
	成熟期(最終処理124日後)	2005年12月6日	葉及び果実
土壌処理 (CY 標識体 または PC 標識体)	2回目処理前	2005年7月27日	葉
	最終処理前	2005年8月3日	
	最終処理7日後	2005年8月11日	
	最終処理14日後	2005年8月17日	
	成熟期(最終処理125日後)	2005年12月6日	葉及び果実

試料抽出及び分析；採取した植物試料はアセトニトリル/水混液(7:3、v/v)で洗浄し、表面に付着した放射能を除去した。洗浄後の植物体は凍結磨碎し、一部を燃焼しLSCで放射能を測定した。

0.010 mg/kg以上の残留放射能が確認された植物試料については、アセトン/IN ギ酸(9:1、v/v)での抽出を3回行った。アセトン/IN ギ酸抽出残渣に0.050 mg/kg以上の放射能が残留している場合は、酵素処理(セルラーゼ、β-グルコシダーゼ、ドリセ

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

ラーゼ)、酸加水分解及び塩基加水分解を行い、有機溶媒に不溶性の残留成分を抽出した。

表面洗浄液及び抽出液中の放射能は直接 LSC で測定した。非抽出残渣は風乾後燃焼し、遊離した二酸化炭素をシンチレーターと混合して放射能を測定した。

0.010 mg/kg 以上の放射能を含有する抽出液は高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 分析に供し、標準品及びワタ代謝試験において同定された代謝物との比較を行い、残留放射性成分の同定を行った。

結果：

放射能分布； 総残留放射能は、土壤処理後の試料と比較して茎葉散布後の試料で多かった。CY 標識体土壤処理時、トマト葉試料における総残留放射能濃度は、初回処理 7 日後の 0.005 mg/kg 付近を維持し、最終処理後 7 日目に 0.030 mg/kg の最大値に達した。処理終了後は放射能は経的に減少し、成熟期の葉試料では総残留放射能は 0.008 mg/kg であった。PC 標識体土壤処理時は、初回処理 7 日後の葉の総残留放射能濃度は 0.002 mg/kg であり、その後の未成熟期の葉では 0.014 mg/kg 以下であった。成熟葉試料における総残留放射能は 0.009 mg/kg であった。

茎葉散布試料において、各処理の直後に採取した葉の総残留放射能は 1.849～8.504 mg/kg の範囲にあった。残留放射能は経的に減少し、最終処理 14 日後の葉試料における総残留放射能は 1.298 mg/kg、成熟葉では 0.009 mg/kg であった。

いずれの処理区においても成熟期果実試料中の、総残留放射能は 0.001 mg/kg と微量であったため、果実中の残留放射性成分の同定を行うことができなかった。

表 3. シアントラニリプロール処理トマト試料における総残留放射能の推移(mg/kg)

処理区	試料採取時点								成熟試料
	1回目 処理後	2回目 処理前	2回目 処理後	最終 処理前	最終 処理後	最終処理 7日後	最終処理 14日後		
	茎葉						茎葉	果実	
土壤処理 CY 標識体	NC	0.005	NC	0.023*	NC	0.030*	0.026*	0.008	0.001
土壤処理 PC 標識体	NC	0.002	NC	0.012*	NC	0.014*	0.014*	0.009*	0.001
茎葉散布 CY、PC 標識体	2.546*	1.849*	8.504	4.806*	7.618	2.216*	1.298*	0.009	0.001

* : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

NC : 分析せず

表 4. 土壤処理試料(葉)における残留放射能の抽出量(CY 標識体処理区)

画分	試料採取時点					
	最終処理前		最終処理 7 日後		最終処理 14 日後	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
抽出液 1	67.6	0.016	37.0	0.011	44.9	0.012
抽出液 2	20.3	0.005	28.3	0.008	28.7	0.007
抽出液 3	12.0	0.003	20.7	0.006	4.8	0.001
抽出性放射能	99.9	0.024	86.0	0.025	78.4	0.020
非抽出残渣	<0.1	<0.001	14.0	0.004	21.5	0.006
合計*	100.0	0.023	100.0	0.030	100.0	0.026

* : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

2 回目処理前試料の総残留放射能は 0.005mg/kg と微量であったため、抽出は行わなかった。成熟試料(葉 : 0.008mg/kg、果実 : 0.001mg/kg)の総残留放射能も微量であったため同様。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 5. 土壌処理試料(葉)における残留放射能の抽出量(PC 標識体処理区)

画分	試料採取時点							
	最終処理前		最終処理 7 日後		最終処理 14 日後		成熟期葉	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
抽出液 1	72.4	0.009	52.5	0.007	19.8	0.003	57.1	0.005
抽出液 2	27.6	0.003	19.0	0.003	31.0	0.004	16.1	0.001
抽出液 3	<0.1	<0.001	10.5	0.001	30.5	0.004	<0.1	<0.001
抽出性放射能	100.0	0.012	82.0	0.011	81.3	0.011	73.2	0.006
非抽出残渣	<0.1	<0.001	18.0	0.003	18.7	0.003	26.8	0.002
合計*	100.0	0.012	100.0	0.014	100.0	0.014	100.0	0.009

* : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

2回目処理前試料の総残留放射能は 0.002mg/kg と微量であったため、抽出は行わなかった。成熟試料(葉 : 0.009mg/kg、果実 : 0.001mg/kg)の総残留放射能も微量であったため同様。

[申請者注：成熟期葉の残留放射能濃度 mg/kg は申請者による算出]

表 6 茎葉処理試料(葉)における残留放射能の抽出量(CY 及び PC 標識体混合処理区)

画分	1回目 処理後		2回目 処理前		3回目 処理前		最終処理 7 日後		最終処理 14 日後		成熟期葉	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
表面洗浄液	65.5	1.668	72.3	1.337	85.0	4.085	NC	NC	NC	NC	<0.1	<0.001
抽出液 1	24.2	0.616	18.6	0.344	8.7	0.418	68.5	1.518	47.0	0.610	47.4	0.004
抽出液 2	<0.1	<0.001	3.0	0.055	3.2	0.154	16.2	0.359	29.1	0.378	21.6	0.002
抽出液 3	9.3	0.237	<0.1	<0.001	<0.1	<0.001	2.4	0.053	6.7	0.087	<0.1	<0.001
抽出液 4	NC	NC	1.5	0.028	1.2	0.058	4.8	0.106	5.6	0.073	NC	NC
抽出液 5	NC	NC	1.5	0.028	1.0	0.048	3.4	0.075	3.2	0.042	NC	NC
抽出液 6	NC	NC	1.9	0.035	0.2	0.010	1.0	0.022	3.7	0.048	NC	NC
抽出液 7	NC	NC	1.0	0.018	0.7	0.034	2.9	0.064	2.4	0.031	NC	NC
抽出性 放射能	99.0	2.521	99.8	1.845	100.0	4.807	99.2	2.197	97.7	1.269	69.0	0.006
非抽出残渣	1.0	0.025	0.1	0.002	0.1	0.005	0.8	0.018	2.3	0.030	31.0	0.003
合計*	100.0	2.546	100.0	1.849	100.0	4.806	100.0	2.216	100.0	1.298	100.0	0.009

* : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

NC : 実施せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

代謝物； PC 標識体土壌処理試料からの抽出液は、総残留放射能が微量であったため、
残留成分の同定は行わなかった。CY 標識体土壌処理試料からはシアントラニリプロールが検出されたが、0.010 mg/kg 未満と微量であった。その他未分離の
も検出されたが、これらも極めて少量（mg/kg 以下）であった。CY 標識体土壌処理試料の残留代謝物を次表に示す。

表7. トマト葉における残留成分(土壤処理、CY/標識体処理)

画分	最終処理7日後		最終処理14日後	
	% TRR	mg/kg	% TRR	mg/kg
抽出液1、2及び3*	87.8	0.026	—	—
抽出液1及び2*	—	—	57.7	0.015
抽出液3*	—	—	4.8	0.001
抽出性放射能計	87.8	0.026	62.5	0.016
シアントラニリプロール[P]	22.2	0.006	26.1	0.008
合計**	100.0	0.030	100.0	0.026

* : 最終処理 7 日後試料の残留成分は抽出液 1、2、3 から回収されたものの合計、最終処理 14 日後試料については、抽出液 3 から回収された成分の同定は行わなかったため、記載の残留成分は抽出液 1 及び 2 から回収されたのもの。

** : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

— : 該当なし

[申請者注：最終処理 7 日後及び最終処理 14 日後の未同定画分残留放射能濃度 mg/kg は、いずれも申請者による算出]

各時点で採取した茎葉処理試料の残留代謝物を下表に示す。

茎葉散布区の葉試料における主な残留成分は未変化の親化合物であり、総残留放射能の 95.3～43.4% (4.154～0.562 mg/kg) を占めていた。未成熟葉試料から

が検出されたが、いずれも総残留放射能の %未満であった。また、
が共溶出したため、後述のとおり HPLC 条件を
変更し分離を試みた。

表 8. トマト葉試料における残留成分(茎葉散布処理、CY/PC 標識体混合処理)、mg/kg [%TRR]

残留成分	試料採取時点				
	1回目 処理後	2回目 処理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 14日後
総残留放射能	2.546	1.849	4.806	2.216	1.298
抽出性放射能	2.684 [105.4%]	1.951 [105.5%]	4.878 [101.5%]	2.412 [108.8%]	1.327 [102.3%]
シアントラニリプロール[P] [95.3%]	2.429 [61.1%]	1.132 [86.5%]	4.154 [62.2%]	1.377 [43.4%]	0.562

ND : 検出せず。

[申請者注：最終処理 14 日後の
者による算出]

及び

の残留放射能濃度 mg/kg は、いずれも申請

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

は共溶出することが既存の試験で示された。改良 HPLC 条件
を用いた 分離を次表に示す。
は他試験と同様、大部分が表面洗浄液から回収された。

表 9. 茎葉処理トマト試料(葉)中

の分離(改良 HPLC 条件での分析)

残留成分	2回目処理前				最終処理 7日後	
	表面洗浄液		抽出液		抽出液	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
シアントラニリプロール[P]	53.7	0.994	15.9	0.295	61.8	1.369

* : 複数化合物の合量。

代謝経路 ;

茎葉散布試料から同定された代謝物は土壤処理試料においてもみられており、処理条件によりシアントラニリプロールの代謝経路は左右されないと示唆された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



図. トマト葉における推定代謝分解経路

(4) レタスにおける代謝試験

(資料 代 6)

試験機関 : Charles River Laboratories (英國)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2008 年 [GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ- ^{14}C 標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $16.95\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $15.33\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 99.0%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試植物 : 非結球レタス (品種 : Green Salad Bowl)

英國スコットランドの Charles River Laboratories 敷地内の圃場 (砂壌土) で栽培した。1 処理当たり $1 \times 1\text{m}$ の区画を設け、レタス種子を播種した。

方 法 :

処理溶液調製 ; 各供試標識化合物をそれぞれ所定量アセトンに溶解し、調製原液とした。

本試験では、茎葉散布及び土壤処理の 2 処理方法を採用した。処理当日に、各原液の一定量を 1 mL のガラス製ホモジナイザーに移し入れ、フロアブル製剤白試料と約 10 分間ホモジナイズした。製剤化した試料を、 200 mL の最終容量となるよう蒸留水級の水を用いて希釈した。

処理方法 ; 150 g ai/ha の ^{14}C 標識シアントラニリプロールをレタスに、茎葉散布または土壤灌注で 3 回処理した。初回処理は、出芽約 7 週間後 (土壤処理) または約 3 週間後 (茎葉散布) に実施した。その後は 7 日間隔で処理を行った。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

処理方法	処理回数	処理量(g ai/ha)	処理年月日	作物の生育ステージ
茎葉散布 (CY/PC 標識体 混合処理)	1	151.29	2005年7月8日	本葉4-5葉期
	2	154.77	2005年7月15日	本葉6葉期
	3	158.58	2005年7月22日	本葉8葉期
土壤処理 (CY 標識体)	1	148.39	2005年7月8日	本葉8-9葉期
	2	154.86	2005年7月15日	本葉9葉期
	3	157.83	2005年7月22日	本葉9葉期以上
土壤処理 (PC 標識体)	1	155.63	2005年7月8日	本葉8-9葉期
	2	154.83	2005年7月15日	本葉9葉期
	3	154.69	2005年7月22日	本葉9葉期以上

試料採取；以下の時点での植物体試料を採取した。各回処理直後の試料は、茎葉散布区(CY/PC 標識体混合処理)からのみ行い、土壤処理区(CYあるいはPC 標識体単独処理)からの採取は行わなかった。

処理方法	試料区分	試料採取日	採取部位	
茎葉散布 (土壤処理)	1回目処理直後*	2005年7月8日	植物体 地上部	
	2回目処理前	2005年7月15日		
	2回目処理直後*			
	最終処理前	2005年7月22日		
	最終処理直後*			
	最終処理7日後	2005年7月29日		
	最終処理14日後	2005年8月5日		
	成熟期(最終処理32日後)	2005年8月23日		

*土壤処理の試料は採取しなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

分析方法；試料の抽出・精製スキームを以下に示す。



結 果 :

放射能分布； 土壤処理区では、CY 及び PC 標識体のいずれの処理においても大部分 (90% 以上) の放射能が試料の洗浄液及び抽出液から回収され、植物体に取り込まれた放射能は 0.008ppm 以下と微量であった。

CY 標識体の 1 回目土壤処理 7 日後におけるレタスの総残留放射能（洗浄液及び抽出液を含む）は 0.144 mg/kg で、その後成熟期には 0.012 mg/kg まで減少した。PC 標識体土壤処理試料では、1 回目処理 7 日後におけるレタスの総残留放射能は 0.017 mg/kg で、その後の数値は 0.007 mg/kg から成熟期の 0.057 mg/kg まで変動した。

総残留放射能は、土壤処理試料と比較して茎葉散布試料中で多かった。茎葉散布区では処理後の残留放射能は急速に減少した。

表 1. レタス茎葉における放射能分布(TRR(mg/kg))

処理区	試料採取時点							
	1回目 処理後	2日目 処理前	2日目 処理後	最終 処理前	最終 処理直後	最終処理 7日後	最終処理 14日後	成熟時
CY 標識体 土壤処理	NC	0.144*	NC	0.049*	NC	0.046	0.035	0.012*
PC 標識体 土壤処理	NC	0.017*	NC	0.035*	NC	0.009	0.007	0.057*
CY 及び PC 標識体 茎葉散布	10.844*	1.669*	9.622	2.801*	7.789	1.993	0.983	0.032*

成熟時：最終処理 32 日後

* : 抽出性放射能と非抽出残渣の合計

NC : 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デュポン株式会社にある。

表 2. CY 標識体土壤処理時のレタスにおける抽出性放射能

画分	試料採取時点				
	2回目 処理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 14日後	成熟試料
抽出液 1 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	85.7	87.9	85.4	78.7
	mg/kg	0.123	0.043	0.039	0.028
抽出液 2 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	11.5	8.8	7.5	10.5
	mg/kg	0.017	0.004	0.003	0.004
抽出液 3 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	1.2	<0.1	<0.1	<0.1
	mg/kg	0.002	<0.001	<0.001	<0.001
抽出性放射能合計	% TRR	98.4	96.7	92.9	89.2
非抽出性残渣	% TRR	1.5	3.2	7.0	10.9
	mg/kg	0.002	0.002	0.003	0.004
合計*	% TRR	100.0	100.0	100.0	100.0
	mg/kg	0.144	0.049	0.046	0.035
					0.012

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

表 3. PC 標識体土壤処理時のレタスにおける抽出性放射能

画分	試料採取時点		
	2回目処理前	最終処理前	成熟試料
抽出液 1 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	88.9	88.2
	mg/kg	0.015	0.031
抽出液 2 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	7.5	8.2
	mg/kg	0.001	0.003
抽出液 3 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	<0.1	<0.1
	mg/kg	<0.001	<0.001
抽出性放射能合計	% TRR	96.4	96.4
	mg/kg	—	—
非抽出性残渣	% TRR	3.7	3.5
	mg/kg	0.001	0.001
合計*	% TRR	100.1	99.9
	mg/kg	0.017	0.035
			0.057

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

表 4. CY 及び PC 標識体茎葉散布レタスにおける抽出性放射能

画分		試料採取時点					
		1回目 処理後	2回目処 理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 14日後	成熟試 料
表面洗浄液 (アセトニトリル/水)	% TRR	90.7	82.9	57.3	NC	65.6	12.5
	mg/kg	9.836	1.384	1.605	NC	0.645	0.004
抽出液 1 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	8.2	14.5	36.7	90.7	27.9	71.6
	mg/kg	0.889	0.242	1.028	1.808	0.274	0.023
抽出液 2 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	0.9	1.4	3.3	6.9	3.7	7.6
	mg/kg	0.098	0.023	0.092	0.138	0.036	0.002
抽出液 3 (アセトン/1N ギ酸)	% TRR	0.1	0.2	1.3	0.8	0.5	<0.1
	mg/kg	0.011	0.003	0.036	0.016	0.005	<0.001
抽出性残留合計	% TRR	99.9	99.0	98.6	98.4	97.7	91.7
非抽出残渣	% TRR	<0.1	1.1	1.3	1.5	2.3	8.3
	mg/kg	<0.001	0.018	0.036	0.030	0.023	0.003
合計*	% TRR	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
	mg/kg	10.844	1.669	2.801	1.993	0.983	0.032

* : 抽出性放射能と非抽出性残渣の合計

NC : 分析せず

代謝分解 ; 両処理区試料において主要な残留成分はシアントラニリプロールであり、成熟期では CY 標識体処理試料で 37.1%TRR (0.004mg/kg) 、 PC 標識体処理試料で 69% (0.039mg/kg) を占めていた。

その他、様々な代謝物の生成が確認された。処理時期近くに採取した試料ほど代謝が広範であり、レタスの生育とともに数及び濃度が減少した。代謝分解は、特に茎葉散布試料で広範であったが、最大 ppm (%TRR) 生成した を除き、いずれの代謝物も総残留放射能の %未満であった。

土壤処理試料ではシアントラニリプロール[P]のほかに が %TRR (ppm) の割合で生成した。その他数種の代謝物が同定されたが、いずれも総残留放射能の %未満であった。土壤処理試料からは茎葉散布試料と比較して多数の代謝物が確認されたが、これは土壤中分解物の根からの取り込みに起因していると考えられた。

(%TRR, mg/kg) 及び、主のクロマトグラフ系で分離しなかった (%TRR, mg/kg) も検出された。中間時点でのレタス試料からは

が同定されたが、いずれも %TRR 以下であった。また、非分離の が %TRR 未満 (mg/kg) 含まれていた。CY 標識体土壤処理では、成熟期に代謝物は検出されなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 5. CY 標識体土壤処理時のレタスにおける残留成分(総残留放射能、mg/kg [%TRR])

残留成分	試料採取時点				
	2回目 処理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 14日後	成熟試料
総残留放射能(TRR、mg/kg)	0.144	0.049	0.045	0.035	0.012
抽出性放射能	0.143 [99.2%]	0.041 [83.3%]	0.041 [90.6%]	0.027 [75.3%]	0.009 [73.0%]
シアントラニリプロール[P]	0.099 [67.9%]	0.037 [76.8%]	0.033 [72.1%]	0.018 [51.0%]	0.004 [37.1%]

HPLC では を分離できなかった(表 8 参照)

ND : 検出せず

* : 複数化合物の含量。

表 6. PC 標識体土壤処理時のレタスにおける残留成分(総残留放射能、mg/kg [%TRR])

残留成分	試料採取時点		
	2回目処理前	最終処理前	成熟試料
総残留放射能(TRR、mg/kg)	0.017	0.035	0.057
抽出性放射能	0.019 [111.4%]	0.034 [96.0%]	0.049 [86.3%]
シアントラニリプロール[P]	0.014 [75.3%]	0.030 [84.1%]	0.039 [69.0%]

最終処理 7 及び 14 日後の TRR は 0.010 mg/kg 未満であり、抽出を行わなかった。

HPLC では を分離できなかった(表 8 参照)

ND : 検出せず

* : 複数化合物の含量。

- : 報告なし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 7. 基葉散布試料における残留成分(CY、PC 標識体混合処理、総残留放射能 mg/kg [%TRR])

残留成分	試料採取時点					
	1回目 処理後	2回目 処理前	最終 処理前	最終処理 7日後	最終処理 14日後	成熟試料
総残留放射能(mg/kg)	10.844	1.669	2.801	1.993	0.983	0.032
抽出性放射能 [99.5%]	10.790 [94.1%]	1.570 [94.1%]	2.812 [100.4%]	1.774 [89.0%]	0.936 [95.2%]	0.029 [92.2%]
シアントラニリップロ ール[P]	10.618 [97.9%]	1.320 [79.1%]	2.446 [87.3%]	1.564 [78.5%]	0.716 [72.6%]	0.016 [50.3%]

HPLC では を分離できなかった(表 8 参照)

ND : 検出せず

* : 複数化合物の含量。

当初の HPLC 条件では が共溶出し、分離することができなかつた。これら 2 成分の分離のために異なる HPLC 条件で再度分離を試みた。分析結果を表 8 に示す。

は光分解物であり、主として表面洗浄液中に認められた。残留濃度は経時的に減少し、最終処理 7 日後に %TRR (mg/kg) となった。 ははるかに低い濃度で抽出液中に存在した (%TRR, mg/kg) 。

表 8. 茎葉処理レタス試料中 及び の分離(改良 HPLC 条件での分析)

残留成分	2 回目処理前				最終処理 7 日後	
	表面洗浄液		抽出液		抽出液	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
シアントラニリプロール[P]	75.1	1.253	12.2	0.203	87.8	1.749

* : 複数化合物の合量

推定代謝経路 :

茎葉散布試料ではより多くの代謝物が検出されたが、茎葉試料から同定された主要代謝物が土壤処理試料でも検出されていることから、シアントラニリプロールの代謝は処理経路と無関係であると示唆される。

推定代謝経路を以下に示す。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



シアントラニリプロールのレタスにおける推定代謝経路

*[]内は推定代謝物



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

3. 土壤中動態に関する試験

(1) 好気的湛水土壤中動態試験

(資料 土 1)

試験機関: Charles River Laboratories (英国)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2010 年[GLP 対応]

供試標識化合物 : ¹⁴C-シアントラニリプロール

シアノ標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 16.95 μ Ci/mg PC 標識体 17.18 μ Ci/mg

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 98.1%

非標識化合物の純度 ; %

標識位置選定理由 ;

供試土壤 : 埼玉県熊谷で採取した水田土壤を用いた。土性を以下に示す。土壤は使用前に 2mm の櫛を通した。

項目	供試土壤
土性	壤土
砂(%)	32.4
シルト(%)	44.1
粘土(%)	23.5
主要粘土鉱物	クロライト及びイライト
pH (水)	5.9
pH (0.01M KCl ₂)	4.6
有機炭素含量(%)	0.76
有機物含量(%)	1.31
陽イオン交換容量(cmol/kg)	11.2
含水率(%)	19.94
最大容水量(%(m/m))	56.18

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

試験容器： 試験にはガラス製のインキュベーション装置を用いた。インキュベーション容器には空気を連続的に通し、結合はガラスと PVC チューブを用いた。使用した試験容器やチューブ類は、全て使用前に滅菌した。

方 法：

試験溶液の調製； 供試標識化合物を水/アセトニトリル (9:1, v/v) に添加し、原液を調製した。この原液を蒸留水で希釈し、所定濃度の試験溶液を調製した。

処理方法； 乾土 70.2g 相当の非滅菌並びに滅菌供試土壤を試験容器に移し、土/水の高さ比が 5:1 となるように Milli-Q 水を添加し、土壤を湛水状態にした。14 日間のプレインキュベーションを 25°C で行ったのち、対照区を除く各試験容器に試験溶液を 1.0 mL 添加した。各標識体は、0.5 µg ai/g 乾土の薬量で処理した。

インキュベーションは 25±2°C で、180 日行った。非滅菌土壤試料の試験容器にはエタノジオール及び NaOH トランプを接続し、発生した揮発性化合物を捕集した。トランプ溶液は、2、7、15、30、60、90、120 及び 180 日後に新鮮なものと交換した。また、供試土壤の微生物量を、処理開始前及び終了時に測定した。

試料採取； 非滅菌土壤試料からは処理当日（0 日目）、2、7、15、30、60、90、120 及び 180 日目に試料を採取した。滅菌土壤試料からは処理当日（0 日目）、30、60、120 及び 180 日目に試料を採取した。

分析方法； デカントにより表面水を得たのち、土壤はアセトン/1N ギ酸抽出、アセトン抽出、ジクロロメタン/メタノール/1N ギ酸 (6:6:1, v/v/v) 抽出を行い、抽出液を分析試料とした。土壤抽出液及び表面水試料は、非標識のシアントラニリプロール及び分解物の標準品と混合した。また、TLC により標準品とクロマトグラフし、分解物を同定した。極めて少量 (5%AR 未満) の分解物は、HPLC による暫定的な同定のみとした。

試料からの抽出/精製フローを以下に示す。

結果：

試験条件；被験物質処理時及び処理 180 日目に、燐蒸抽出法を用いて土壤中の微生物量を測定したところ、開始時点では有機炭素 617.67 µg /g 乾土及び 180 日後では有機炭素 140.29 µg /g 乾土であった。

また、滅菌試験区における滅菌性を、被験物質の処理前に実施したところ、好気性微生物は検出されなかった（細菌数 0/mL）。

土壤の酸化還元電位、並びに表面水の pH、酸化還元電位及び溶存酸素の分析の結果を以下に示す。

試料	溶存酸素(%)	酸化還元電位(mV)		pH 表面水
		表面水	土壤	
被験物質処理時(対照区)	68.5	76.7	-70.7	5.75
180 日目(対照区)	測定せず	125.5	-343.4	5.05
180 日目(処理区)	23.2	23.6	-183.3	7.24

数値は 2 反復試料の平均値

放射能分布； 物質収支は 91.37～98.30%AR の範囲にあった。

両標識体処理区間で放射能分布の推移に明確な差はみられず、2 種の標識体からは、ほぼ同量の抽出性放射能及び CO₂ 発生量が認められた。非滅菌試料における表面水中の放射能はインキュベーション期間を通じて減少し、0 時間目 39.34～41.45%AR から 180 日後には 0.95～1.54%AR となった。土壤抽出液中の放射能は、0 時間目では 51.46～51.73% AR を占め、15 日後に 68.84～71.23% AR の最大値に増加した後に、180 日後には 57.98～58.68% AR に減少した。非抽出残渣は、0 時間目では 2.51～2.55% AR で

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

あったが、インキュベーション期間を通じて増加し、180日後には最大34.84～35.63%ARとなった。CO₂は15日目から検出され、全インキュベーション期間を通じて徐々に増加して、後半には0.7%AR付近を推移した。また、揮発性有機化合物の発生は認められなかった。滅菌試料では、表面水中の放射能はインキュベーション期間を通じて減少し、0時間目の32.27～34.81%ARから180日後には3.53～4.66%ARとなった。土壤抽出液中に回収された放射能は、0時間目では60.68～60.83%ARを占め、180日後には72.25～72.83%ARを占めて比較的一定に留まっていた。非抽出残渣は非滅菌試料と比較して少なく、180日後時点で18.14～18.59%ARであった。

表1. ¹⁴C-シアントラニリプロール処理した非滅菌土壤における放射能分布(%AR)

画分	試料採取時間(日)								
	0	2	7	15	30	60	120	180	
CY標識体	表面水	41.45	19.95	11.71	7.82	4.83	3.06	1.71	1.54
	土壤抽出物	51.73	68.49	68.30	68.84	66.34	65.01	61.72	58.68
	抽出液1	35.78	51.57	50.31	49.08	49.00	44.91	43.86	41.06
	抽出液2	11.95	12.27	13.07	14.44	12.29	14.81	13.06	12.21
	抽出液3	2.23	2.57	2.76	3.07	2.68	2.82	2.36	3.24
	抽出液4	1.77	2.08	2.16	2.25	2.37	2.47	2.44	2.17
	非抽出残渣	2.51	7.08	12.29	18.16	23.89	26.48	34.09	34.84
	CO ₂	NS	<LOQ	<LOQ	0.21	0.37	0.46	0.78	0.78
	揮発性有機化合物	NS	<LOQ						
PC標識体	合計	95.69	95.52	92.30	95.03	95.43	95.01	98.30	95.84
	表面水	39.34	20.33	13.60	7.42	4.01	3.59	2.18	0.95
	土壤抽出物	51.46	65.72	70.44	71.23	69.10	64.01	61.19	57.98
	抽出液1	35.52	49.17	50.41	51.09	50.94	46.04	42.28	40.65
	抽出液2	11.57	12.14	14.72	14.82	13.30	12.61	13.51	11.94
	抽出液3	2.36	2.57	2.84	3.02	2.62	2.77	2.73	3.26
	抽出液4	2.01	1.84	2.47	2.3	2.24	2.59	2.67	2.13
	非抽出残渣	2.55	7.45	12.18	16.18	22.51	28.26	33.35	35.63
	CO ₂	NS	<LOQ	0.11	0.32	0.59	0.69	0.69	0.69
	揮発性有機化合物	NS	<LOQ						
	合計	93.35	93.50	96.33	95.15	96.21	96.55	97.41	95.25

NS：試料なし

<LOQ：定量限界未満

表 2. 減菌土壤における放射能分布(%AR)

画分	試料採取時間(日)					
	0	30	60	120	180	
CY 標識体	表面水	32.27	14.61	10.82	7.22	3.53
	土壤抽出物	60.83	75.53	72.58	72.99	72.83
	抽出液 1	42.96	52.10	49.68	50.85	49.15
	抽出液 2	12.74	17.29	16.76	16.16	16.70
	抽出液 3	2.80	3.42	3.61	3.31	4.23
	抽出液 4	2.33	2.72	2.53	2.67	2.75
	非抽出残渣	1.29	7.53	10.28	17.50	18.59
	合計	94.39	97.67	93.68	97.71	94.95
PC 標識体	表面水	34.81	15.53	9.83	8.06	4.66
	土壤抽出物	60.68	71.37	72.40	71.78	72.25
	抽出液 1	42.72	50.36	49.22	49.86	51.16
	抽出液 2	12.99	15.12	16.80	15.51	14.68
	抽出液 3	2.86	3.72	3.94	3.55	3.71
	抽出液 4	2.11	2.17	2.44	2.86	2.70
	非抽出残渣	1.42	8.84	11.09	16.34	18.14
	合計	96.91	95.74	93.32	96.18	95.05

分 解；シアントラニリプロールの分解物プロファイルにおいて標識体間で顕著な差はみられず、同一の経路により分解されると考えられた。主要分解物は であり、その他に も認められた。

非滅菌試料においてシアントラニリプロールは経時的に減少し、0 時間目の 87.93~90.08% AR (0.463~0.474 µg 当量/g) から 180 日後には 16.96~19.31%AR (0.089~0.102µg 当量/g) に減少した。親化合物の他に

が同定され、このうち が、180 日後には % AR (µg 当量/g) に増加した。その他微量分解物の生成は % AR 未満であった。未同定成分は、全インキュベーション期間を通じて、% AR (µg 当量/g) を下回っていた。

シアントラニリプロールは滅菌条件でも分解され、土壤中において生物的及び非生物的作用による分解を受けることが示された。CY 標識体処理滅菌条件下において親化合物量は、0 時間目の 91.21% AR (0.486 µg 当量/g) から、180 日後には 18.35% AR (0.098 µg 当量/g) まで減少した。親化合物の他に、唯一同定された分解物である が、180 日後には最大 % AR (µg 当量/g) まで増加した。全インキュベーション期間中、未同定の残留放射能はみられなかった。

PC 標識体処理区から検出された親化合物量は、0 時間の 93.55% AR (0.497 µg 当量/g) から、180 日後には 20.56% AR (0.109 µg 当量/g) まで減少した。CY 標識体処理区と

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

同様、が唯一同定され、180日後には最大 % AR (μg 当量/g) まで増加した。全インキュベーション期間中、未同定の残存放射能はみられなかった。

非滅菌系試料でみられたが滅菌区試料からは回収されなかつたことから、これらの分解物はシアントラニリプロールの微生物分解により生成すると推察される。の生成は、一部は非生物的分解によるものであると考えられる。

表 3. 非滅菌土壌における放射性成分(CY 標識体処理、%AR)

残留成分	画分	試料採取時間(日)							
		0	2	7	15	30	60	120	180
シアントラニリプロール[P]	表面水	41.45	18.27	9.84	2.89	2.91	1.91	NS	NS
	土壌	48.63	62.05	54.37	43.09	37.22	29.51	20.86	16.96
	合計	90.08	80.32	64.21	45.98	40.13	31.42	20.86	16.96

NS : 試料中の放射能が 3%AR 未満であったため、試料分析を行わなかった。

ND : 検出せず、- : 算出不可

<LOQ : 定量限界未満

: HPLC 分析に供さなかった表面水試料の放射能も含む。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 4. CY 標識体処理非滅菌好気湛水土壤における放射性成分の濃度推移(μg 親化合物当量/g)

残留成分	画分	試料採取時間(日)							
		0	2	7	15	30	60	120	180
シアントラニ リプロール[P]	表面水	0.218	0.096	0.052	0.015	0.015	0.010	NS	NS
	土壤	0.256	0.327	0.287	0.227	0.196	0.156	0.110	0.089
	合計	0.474	0.423	0.339	0.242	0.211	0.166	0.110	0.089

NS : 試料中の放射能が 3%AR 未満であったため、試料分析を行わなかった。

ND : 検出せず、 - : 算出不可

: HPLC 分析に供さなかつた表面水試料の放射能も含む。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表5. PC標識体処理非滅菌好気湛水土壤における放射性成分の推移(処理放射能に対する割合:%AR)

NS：試料中の放射能が3%AR未満であったため、試料分析を行わなかった。

ND：検出せず、-：算出不可

<LOQ：定量限界未満

#・HPLC 分析に供さなかった表面水試料の放射能も含む。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 6. PC 標識体処理非滅菌好気湛水土壌における放射性成分の濃度推移(μg 親化合物当量/g)

残留成分	画分	試料採取時間(日)							
		0	2	7	15	30	60	120	180
シアントラニ リプロール[P]	表面水	0.203	0.098	0.055	0.021	0.011	0.013	NS	NS
	土壤	0.259	0.312	0.303	0.241	0.212	0.138	0.123	0.102
	合計	0.463	0.410	0.357	0.262	0.222	0.151	0.123	0.102

NS：試料中の放射能が 3%AR 未満であったため、試料分析を行わなかった。

ND：検出せず、 - : 算出不可

: HPLC 分析に供さなかった表面水試料の放射能も含む。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 7. 減菌土壌、CY 標識体処理試料の残留成分(%AR)

残留成分	画分	試料採取時間(日)				
		0	30	60	120	180
シアントラニリ プロール[P]	表面水	32.27	14.05	9.91	6.13	2.62
	土壌	58.94	57.25	33.46	20.51	15.73
	合計	91.21	71.30	43.37	26.64	18.35

ND：検出せず

-：算出不可

表 8. 減菌土壌、CY 標識体処理試料の残留成分(μg 当量/g)

残留成分	画分	試料採取時間(日)				
		0	30	60	120	180
シアントラニリ プロール[P]	表面水	0.172	0.075	0.053	0.033	0.014
	土壌	0.314	0.305	0.178	0.109	0.084
	合計	0.486	0.380	0.231	0.142	0.098

ND：検出せず

-：算出不可

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 9. 減菌土壤、PC 標識体処理試料の残留成分(%AR)

残留成分	画分	試料採取時間(日)				
		0	30	60	120	180
シアントラニリ プロール[P]	表面水	34.81	15.08	8.97	6.95	3.73
	土壤	58.74	48.10	34.53	23.04	16.83
	合計	93.55	63.18	43.50	29.99	20.56

ND : 検出せず

- : 算出不可

表 10. 減菌土壤、PC 標識体処理試料の残留成分(μg 当量/g)

残留成分	画分	試料採取時間(日)				
		0	30	60	120	180
シアントラニリ プロール[P]	表面水	0.185	0.080	0.048	0.037	0.020
	土壤	0.312	0.255	0.183	0.122	0.089
	合計	0.497	0.335	0.231	0.159	0.109

ND : 検出せず

- : 算出不可

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

有機物画分の分離； 180 日目採取試料の抽出後残渣を用いて、土壤有機物中の放射能分布を検討した。風乾、粉碎した土壤を 0.5 N NaOH を用いて約 17 時間振とう抽出し、遠心分離後デカントして抽出液を採取した。ヒューミン画分中の放射能量は、遠心分離後の残渣を燃焼分析に供し測定した。濃塩酸を用いて pH 1 未満に調整し、腐食酸画分を沈殿させた。この抽出液を遠心分離し、フルボ酸画分を含有する上清を取り出し LSC に供した。沈殿物を 0.5 N NaOH に溶解させ、LSC 分析に供して腐食酸画分の放射能を測定した。

結果を下表に示す。この結果から、放射能が無機画分ではなく土壤の有機物画分と結合していることが推測される。

標識部位	有機物と結合した放射能 (%AR)			操作手順の回収率(%)
	ヒューミン	フルボ酸	腐食酸	
CY	22.82	9.84	2.18	100.0

推定半減期； シアントラニリプロールは好気的湛水土壤中において、非滅菌及び滅菌条件のいずれにおいても容易に分解した。消失速度は非滅菌条件下でより速やかであり、これは生物的及び非生物的分解の両方が働いたためであると考えられる。欧洲 FOCUS のガイドラインに基づき、シアントラニリプロールの好気的湛水土壤における推定半減期を算出した。各種モデルによる推定半減期は以下の通りであった。

試験条件	モデル	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)	相関係数 r^2
非滅菌	FOMC*	20.6	939	0.996
非滅菌	SFO	50.1	166.5	0.858
非滅菌(表面水)	SFO	66	218	-
非滅菌(土壤)	FOMC	13.8	1399	-
滅菌	SFO*	67	223	0.981

* : 非滅菌土壤は FOMC、滅菌系は SFO が最もよく適合した。

推定分解経路；

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



好気的湛水土壤におけるシアントラニリプロールの推定分解経路



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

(2)好気的土壤中動態試験

(資料 土 2)

試験機関: DuPont Haskell Laboratory(米国)

報告書番号:

報告書作成年: 2006 年[GLP 対応]

供試標識化合物: ¹⁴C-シアントラニリプロール

シアノ標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)

ピラゾール-5-カルボキサンアミド

比放射能; CY 標識体 44.86 μ Ci/mg

PC 標識体 49.23 μ Ci/mg

放射化学的純度; CY 標識体 99%

PC 標識体 99%

標識位置選定理由;

非標識化合物の純度; %

供試土壤: 2 種類の土壤を採取し、2mm の櫛を通したものを使用した。各土壤の水分含量は、最大容水量の 40~60% に調整した。各土壤の土性を以下に示す。

項目	供試土壤	
採取場所	フランス、Nambseim	米国、Tama
土壤分類 (USDA)	壤土	シルト質埴壤土
砂 (%)	51	5
シルト (%)	38	60
粘土 (%)	10	34
pH (H ₂ O)	7.9	6.2
有機物含量(%)	1.4	3.1
有機炭素含量(%)	1.2	1.6
陽イオン交換容量 (mEq/100 g)	6.7	21.4
含水率 (%)	17.4	31.6
最大容水量(0.1 Bar、%(m/m))	23.8	46.5

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

方 法：

試験容器；ポリプロピレン製の遠沈管（250mL）を用いた。

試験溶液の調製；各土壤に、CY 標識体あるいは PC 標識体を処理した。供試標識化合物をアセトニトリルに溶解し、1000ppm の原液を調製した。この原液の 1mL を脱イオン水で希釈し、30 分間超音波処理を行い、CY 標識体濃度 1.190 $\mu\text{Ci}/\text{mL}$ 及び PC 標識体濃度 11.185 $\mu\text{Ci}/\text{mL}$ の試験溶液を調製した。

処理方法；各反復には乾土 50g 相当の土壤を用いた。プレインキュベーションは 9 日間行い、その後被験物質処理を行った。処理量は 0.4 $\mu\text{g ai/g}$ 乾土とし、試験容器には連続的に空気を通し、22±3°C の好気的暗条件下でインキュベーションした。試料採取にあたり容器内の空気を捕集し、エチレングリコール及び水酸化カリウムトラップを通した。接続部には Tygon チューブを使用した。

インキュベーション期間中、2 週間おきに試料重量を測定し、減少量は水を添加することで初期重量に戻した。

試料採取；処理 0、3、7、16、22、41、63、91、121、183、238、300 及び 358 日目に試料の一部を採取し、放射能の測定及び残留化合物の同定、定量を行った。0 日目試料は速やかに抽出、分析を行った。それ以外の試料は要時まで-20°C で保存した。

Nambsheim 土壤試料は 91 日目試料からの抽出誤操作のため、100 日目に再度の試料採取を行い、この分析結果を採用した。

トラップ溶液は 3、7、16、22、41、63、91、121、183、238 及び 300 日目に交換し、分析試料とした。

分 析；各採取時期に、各培養群から 1 試料を取り外し、0.01M CaCl_2 溶液、アセトン/ギ酸、次いでアセトン抽出を行い、都度遠心分離し上清を採取した。Nambsheim 土壤からの CaCl_2 抽出液は pH 約 4~5 に調整し、親化合物の加水分解を最小限にした。抽出液をシンチレーターと混合し、LSC で放射能を測定した。

抽出後の土壤残渣は、風乾後粉碎した。約 0.5 g を燃焼し、LSC で分析し放射能を測定した。

抽出液中の残留成分の同定及び定量は、高速液体クロマトグラフィー質量分析計 (LC-MS) 及び高速液体クロマトグラフィー (HPLC) での標準品とのコクロマトにより行った。

358 日目土壤試料を用いて、土壤有機物中の放射能分布を測定した。風乾土壤を粉碎し 0.5 M NaOH で振とう抽出した。遠心分離により抽出液と土壤を分画し、土壤中 (ヒューミン画分) の放射能を燃焼分析で測定した。濃塩酸を用いて、抽出液の pH を約 1 に調整し、腐食酸画分を沈殿させた。抽出液を遠心分離し、フルボ酸画分を含む上澄みを採取して、一定量を LSC に供した。腐食酸画分の残留放射能は、NaOH に溶解し、LSC に供し測定した。

各試料からの抽出、精製フローを以下に示す。

○

結果：

試験系の維持；供試土壌の微生物量を薰蒸抽出法により測定した。微生物量は25～42mg炭素/100g 土壌の範囲であり、栄養源の自然減によると推察される経時的な減少傾向がみられたが、土壌有機炭素量の1%を上回っていたことから、期間中、土壌において微生物の生存が可能であったといえる。

放射能分布；物質収支は91.1～110.89%ARの範囲にあった。

○

Nambsheim 土壌からの塩化カルシウム抽出液中の放射能は、0日に51.86～53.22%ARを占めたが、インキュベーション終了時（358日目）には10.55～12.56%まで減少した。有機抽出液中の放射能は、0日に52.35～53.93%ARを占め、途中増加したが、インキュベーション終了時には57.51～60.25%まで減少した。非抽出残渣は培養期間を通して増加し、インキュベーション期間後半は % ARの水準を維持した。
CO₂は358日までに % 発生した。揮発性有機物は、インキュベーション期間中いずれの時点においても検出されなかった。

Tama 土壌からの塩化カルシウム抽出液中の放射能は、0日の32.36～32.43%ARからインキュベーション終了時（358日目）には10.54～11.80%まで減少した。有機抽出液中の放射能は、0日に73.77% AR、7日目には86.41%を占めたが、インキュベーション終了時（358日目）には67.82～74.37%まで減少した。非抽出残渣はインキュベーション期間を通して増加し、358日後には % ARとなった。発生したCO₂は時間の経過とともに増加し、インキュベーション終了時までに最大1.16%まで増加した。揮発性有機物はいずれの時点においても定量限界未満であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 1. CY 標識シアントラニリプロール処理土壤(Nambsheim)から回収された放射能(%AR)

画分	試料採取時間(日)								
	0	3	7	22	63	121	183	300	358
揮発性化合物	-	0.04	0.07	0.59	3.11	4.81	6.66	10.27	11.84
CO ₂	NS	0.04	0.07	0.59	3.11	4.81	6.66	10.27	11.84
揮発性有機化合物	NS	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
抽出性放射能	105.79	104.22	104.56	100.93	92.37	81.26	76.21	72.48	68.06
CaCl ₂ 抽出液	51.86	37.83	34.39	32.35	27.48	19.80	16.32	12.37	10.55
抽出液 1*	40.85	52.31	55.14	55.17	51.58	51.14	48.98	49.59	47.01
抽出液 2**	6.92	9.66	9.21	9.52	10.29	10.28	10.89	10.38	10.08
抽出液 3**	1.04	1.30	1.26	1.29	1.32	1.44	1.29	1.41	1.32
有機物画分	53.93	66.39	70.17	68.58	64.89	61.46	59.89	60.11	57.51
非抽出残渣	0.47	1.99	2.74	4.61	8.16	17.92	15.58	15.56	15.64
合計	106.26	106.25	107.37	106.12	103.64	104.00	98.45	98.32	95.53

NS : 試料なし

- : 算出せず

* : アセトン/IN ギ酸、 ** : アセトン

表 2. PC 標識シアントラニリプロール処理土壤(Nambsheim)から回収された放射能(%AR)

画分	試料採取時間(日)								
	0	3	7	22	63	121	183	300	358
揮発性化合物	-	0.00	0.02	0.24	1.01	1.76	2.32	3.37	4.07
CO ₂	NS	0.00	0.02	0.24	1.01	1.75	2.31	3.36	4.06
揮発性有機化合物	NS	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01
抽出性放射能	105.57	106.24	104.4	100.15	93.39	84.4	81.43	77.41	72.81
CaCl ₂ 抽出液	53.22	38.32	35.02	33.49	29.14	21.74	17.75	13.88	12.56
抽出液 1*	41.40	52.66	55.48	55.87	52.74	51.07	49.65	45.23	49.41
抽出液 2**	6.88	9.64	9.69	9.67	10.03	9.88	10.78	10.24	9.73
抽出液 3**	0.97	1.40	1.40	1.29	1.22	1.39	1.22	1.37	1.43
有機物画分	52.35	67.92	69.38	66.66	64.25	62.66	63.68	63.53	60.25
非抽出残渣	0.44	2.14	2.76	5.08	9.00	13.45	18.16	18.32	14.26
合計	106.02	108.39	107.18	105.47	103.41	99.60	101.90	99.10	91.13

NS : 試料なし

- : 算出せず

* : アセトン/IN ギ酸、 ** : アセトン

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 3. CY 標識シアントラニリプロール処理土壌(Tama)から回収された放射能(%AR)

画分	試料採取時間(日)								
	0	3	7	22	63	121	183	300	358
揮発性化合物	-	0.00	0.00	0.05	0.23	0.43	0.56	0.94	1.16
CO ₂	NS	0.00	0.00	0.05	0.23	0.43	0.56	0.94	1.16
揮発性有機化合物	NS	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
抽出性放射能	106.13	102.79	107.74	99.32	97.6	87.13	76.41	76.14	84.91
CaCl ₂ 抽出液	32.36	26.18	21.33	17.27	14.65	12.75	12.56	11.08	10.54
抽出液 1*	59.77	61.95	65.16	68.30	65.89	56.85	51.44	53.38	50.87
抽出液 2*	10.20	11.33	12.08	13.20	12.99	12.42	12.05	11.62	11.89
抽出液 3**	1.49	1.72	1.77	1.73	1.98	1.69	1.45	1.78	1.51
有機物画分	73.77	76.61	86.41	82.05	82.95	74.38	63.85	65.06	74.37
非抽出残渣	0.75	2.08	3.14	5.46	10.66	14.71	21.72	19.96	21.47
合計	106.88	104.87	110.89	104.84	108.48	102.27	98.68	97.04	107.54

NS : 試料なし

- : 算出せず

* : アセトン/1N ギ酸、 ** : アセトン

表 4. PC 標識シアントラニリプロール処理土壌(Tama)から回収された放射能(%AR)

画分	試料採取時間(日)								
	0	3	7	22	63	121	183	300	358
揮発性化合物	-	0.00	0.00	0.03	0.05	0.09	0.12	0.25	0.42
CO ₂	NS	0.00	0.00	0.03	0.05	0.09	0.12	0.25	0.42
揮発性有機化合物	NS	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
抽出性放射能	109.11	106.41	103.91	100.76	96.73	85.16	77.49	78.67	79.62
CaCl ₂ 抽出液	32.43	23.04	21.24	17.35	15.73	13.38	13.32	12.18	11.80
抽出液 1*	58.24	66.18	66.70	68.07	62.59	59.25	52.68	55.37	54.24
抽出液 2*	11.70	12.41	12.01	12.91	13.00	12.33	12.58	11.77	11.90
抽出液 3**	1.60	1.87	1.91	2.00	1.95	1.82	1.58	1.81	1.57
有機物画分	76.68	83.37	82.67	83.41	81.00	71.78	64.17	66.49	67.82
非抽出残渣	0.77	2.19	3.27	5.52	11.60	15.48	22.14	18.21	22.44
合計	109.88	108.61	107.19	106.31	108.37	100.73	99.77	97.12	102.49

NS : 試料なし

- : 算出せず

* : アセトン/1N ギ酸、 ** : アセトン

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

有機物の分画；358日目のNambshiem及びTama両土壤試料から、有機物をヒューミン、フルボ酸及び腐食酸に分画し、各画分の放射能を定量した。

CY標識体処理Nambshiem土壤において、ヒューミン、フルボ酸及び腐食酸と関連する非抽出残渣の放射能は、それぞれ9.43、0.85及び0.35%ARであった。PC標識体処理Nambshiem土壤において、ヒューミン、フルボ酸及び腐食酸と関連する非抽出残渣の放射能は、それぞれ11.91、1.19及び0.31%ARであった。CY標識体処理Tama土壤において、ヒューミン、フルボ酸及び腐食酸と関連する非抽出残渣の放射能は、それぞれ10.93、2.02及び0.021%ARであった。PC標識体処理Tama土壤において、ヒューミン、フルボ酸及び腐食酸と関連する非抽出残渣の放射能は、それぞれ9.98、2.10及び0.032%ARであった。

表5. 有機物の放射能分布

土壤	標識位置	回収された放射能(%AR)		
		ヒューミン	フルボ酸	腐食酸
Nambshiem	CY	9.43	0.85	0.35
	PC	11.91	1.19	0.31
Tama	CY	10.93	2.02	0.021
	PC	9.98	2.10	0.032

分 解； Nambshiem土壤から10%AR以上の生成が確認された放射性成分は、
であった。最も多く生成した分解物は
であり、41日目に %AR (μg当量/g) % AR (μg当量
/g) の最大値を示した。その後徐々に減少し、インキュベーション終了時までに %
AR (μg当量/g) 未満となつた。
は処理直後に % AR (μg当量/g) % AR (μg当量/g) を
占め、CY標識体処理区では16日後(% AR、 μg当量/g) 、PC標識体処理
区では100日後(% AR、 μg当量/g) に最大値を示したが、その後減少し、
終了時には % AR (μg当量/g) 未満となつた。

はCY標識体処理試料では7日目(% AR、 μg当量/g) 、PC標識
体処理試料では22日目(% AR、 μg当量/g) に最大値となつた。
はインキュベーション終了時に最大となり、CY標識体処理試料では % AR
(μg当量/g) 、PC標識体試料では % AR (μg当量/g) となつた。

も同様に増加を示し、インキュベーション終了時に CY標識体処理区で
% AR (μg当量/g) 及びPC標識体処理区で % AR (μg当量/g)
の最大値となつた。

及び も同定されたが、いずれの試料においても処理期間を通じて
処理放射能の % AR 未満であった。その他の微量分解物も検出されたが、单一化合物で % AR (μg当量/g) を上回るものはなく、いずれの標識対処理区でもインキュベーション終了時には存在しなかつた。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 6. CY 標識体処理土壌(Nambsheim)における残留放射性成分(%AR)

残留成分	試料採取時間(日)								
	0	3	7	22	63	121	183	300	358
シアントラニリ プロール[P]	100.05	77.26	57.13	31.47	8.85	3.45	2.15	2.26	0.00

NS : 試料なし

<LOQ : 定量限界未満

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 7. CY 標識体処理土壤(Nambsheim)における残留放射性成分(μg 親化合物当量/g)

表 8. PC 標識体処理土壤(Nambssheim)における残留放射性成分(%AR)

NS：試料なし

<LOQ：定量限界未満

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 9. PC 標識体処理土壤(Nambsheim)における残留放射性成分(μg 親化合物当量/g)

Tama 土壤において 10%AR 以上生成した残留成分は、
 であった。Nambsheim 土壤と同様に最大の残留成分は であり、358
 日目に CY 標識体処理試料で % AR (μg 当量/g) 、 PC 標識体処理試料で
 % AR (μg 当量/g) の最大値となった。

は、CY 標識体処理試料で 22 日目（ % AR、 μg 当量/g）、PC 標識体処理試料では 16 日目（ % AR、 μg 当量/g）に最大値を示した。

は CY 標識体処理試料では 300 日目に % AR (μg 当量/g) の最大値まで増加し、PC 標識体処理試料でも 300 日目に % AR (μg 当量/g) の最大値まで増加した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 10. CY 標識体処理土壌(Tama)における残留放射性成分(%AR)

NS：試料なし

表 11. CY 標識体処理土壌(Tama)における残留放射性成分(μg 親化合物当量/g)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 12. PC 標識体処理土壌(Tama)における残留放射性成分(%AR)

表 13. PC 標識体処理土壤(Tama)における残留放射性成分(μg 親化合物当量/g)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

推定半減期； 欧州 FOCUS のガイドラインに基づき、シアントラニリプロールの推定半減期を算出した。

Nambsheim 土壌でのシアントラニリプロールの分解は、FOMC が最もよく近似していた。Tama 土壌では、FOMC 及び DFOP で同等の近似であったため、より単純なモデルである FOMC モデルを採用した。各土壌におけるシアントラニリプロールの推定半減期を下表に示す。

土壌	モデル	DT ₅₀	DT ₉₀	相関係数(r ²)
Nambsheim	FOMC	9.22	64.1	0.998
Tama	FOMC	39.0	488	0.997

推定分解経路；

-
-

•

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



シアントラニリプロールの好気的土壤における推定分解経路図

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

(3)嫌気的土壤中動態試験

(資料 土3)

試験機関: Charles River Laboratories (英国)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2006 年[GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $44.86\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $49.23\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 >95% PC 標識体 >95%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試土壤：フランス Nambsheim で 2005 年に採取した畑地土壤を用いた。土壤は使用前に 2mm の櫛に通した。供試土壤の特性を以下に示す。

項目	供試土壤
採取地	フランス Nambsheim
土性	砂壤土
砂(%)	61
シルト(%)	34
粘土(%)	5
pH(CaCl ₂)	7.51
有機物含量(%)	1.5
有機炭素含有率(%)	0.87
陽イオン交換容量 (mEq/100g)	6.8
含水率 (%)	16.5
最大圃場容水量(0.1 Bar、%(m/m))	24.5

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

方 法 :

試験溶液の調製；アセトニトリルに溶解した供試標識化合物を、それぞれアセトニトリル/水混液に溶解し、CY 標識体濃度 20.95 μ g/mL、PC 標識体濃度 20.6 μ g/mL の試験溶液とした。

試験容器；ガラス製のフラスコ及びすりガラスジョイントつきのチューブ。フロースルーワンダーメタボルト装置を用いた。試験容器は、揮発性化合物採取用のトラップ溶液に連結して、20±2°Cの暗所でインキュベーションした。

処理方法；乾土 50g 相当の土壤をフラスコにはかりとり、約 2g の水を添加した。供試標識化合物の処理に先立ち、11 日間のプレインキュベーションを行った。

各試験容器に、上述のとおり調製した試験溶液を、0.4 μ g ai/g 乾土となるよう、マイクロピペットを用いて 1mL を土壤表面に滴下した。この処理量は、本剤の実使用量である 300g ai/ha に相当する。試験容器には CY 標識体あるいは PC 標識体を処理し、両標識体の混合処理は行わなかった。

好気的条件下で 10 日間のインキュベーションを行った後、脱気した Milli-Q 水を水深 1~3cm となるよう添加し湛水条件にしたうえで試験系に窒素を流し、嫌気条件でのインキュベーションを行った。また、湛水土壤及び表面水の pH 及び酸化還元電位、表面水の溶存酸素濃度を測定した。

試料採取；好気的条件期間では、処理 0 及び 10 日目に土壤を採取した。引き続き行われた嫌気条件でのインキュベーション試料からは、嫌気的インキュベーションの 7、14、30、60、90 及び 120 日後に試料を採取した。試料採取は、いずれの標識体処理試料についても行った。

トラップ溶液は、処理 10 日目及び嫌気的インキュベーションの 7、14、30、60、90 及び 120 日後に新鮮なものに取り替えた。

分析；採取した土壤試料はアセトン/1N ギ酸抽出、アセトン抽出を行った。これらの抽出で 95%AR 以上が回収されない場合、さらに抽出を行った。抽出液中の回収放射能は LSC を用いて測定し、土壤残渣は燃焼し遊離した二酸化炭素を LSC で測定した。抽出液中の残留成分の同定及び定量は、高速液体クロマトグラフィー質量分析計 (LC-MS) 及び逆相液体クロマトグラフィー (RPLC) での標準品とのコクロマトにより行った。

また、試験容器は 1 晩以上アセトンに浸漬し、付着した放射能を回収した。

試料からの抽出・精製フローを以下に示す。

○

結果：

○

試験系の維持；被験物質処理時及び最終試料採取時に土壤の微生物量をくん蒸抽出法により測定した。微生物量はインキュベーション期間中順調に増殖していた。
また、シアントラニリプロールの試験容器への吸着は認められなかった。

開始時微微生物量($\mu\text{g/g}$ 乾土)	122.40
インキュベーション終了時微微生物量($\mu\text{g/g}$ 乾土)	846.33

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

分 布； 全ての試験区で、物質収支は 95.08~101.24%AR の範囲内であった。非抽出性残渣から回収された放射能は、CY 標識体処理区 14 日目の 5.83%AR 及び同処理区 120 日目の 5.52%AR を除き、5%AR 未満であった。いずれの標識体処理区においても揮発性有機化合物及び二酸化炭素の発生は認められなかった。

表 1. CY 標識シアントラニリプロール処理土壤の放射能分布

画分	試料採取時間(日)							
	0 (好気)	10 (好気)	7	14	30	60	90	120
抽出液 1	79.15	73.23	81.91	79.90	75.64	74.23	74.68	76.45
抽出液 2	16.41	15.83	12.31	12.98	12.31	12.59	13.10	13.05
抽出液 3	2.38	2.69	2.09	2.23	2.14	2.06	2.23	2.26
抽出液 4	NS	1.30	NS	NS	1.43	1.36	1.44	1.45
抽出液 5	NS	<LOQ	NS	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
抽出液 6	NS	NS	NS	NS	1.80	1.44	1.44	1.27
抽出液 7	NS	NS	NS	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
抽出液合計	97.94	93.05	96.31	95.11	93.32	91.68	92.89	94.48
装置洗浄液	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
CO ₂	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
揮発性有機化合物	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
非抽出残渣	1.09	2.03	3.72	5.83	3.90	4.95	4.45	5.52
合計	99.03	95.08	100.03	100.94	97.22	96.63	97.34	100.00

NS：試料なし

<LOQ：定量限界未満(0.17%AR 未満)

表 2. PC 標識シアントラニリプロール処理土壤の放射能分布

画分	試料採取時間(日)							
	0 (好気)	10 (好気)	7	14	30	60	90	120
抽出液 1	78.14	75.97	84.19	80.77	77.89	75.16	74.38	74.53
抽出液 2	17.18	15.74	11.81	13.35	11.55	12.02	13.32	13.34
抽出液 3	2.61	2.83	0.97	2.19	1.95	2.01	2.28	2.36
抽出液 4	NS	1.28	NS	NS	1.41	1.25	1.46	1.50
抽出液 5	NS	<LOQ	NS	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
抽出液 6	NS	NS	NS	NS	1.70	1.11	1.46	1.36
抽出液 7	NS	NS	NS	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.42
抽出液合計	97.93	95.82	96.97	96.31	94.50	91.55	92.90	93.51
CO ₂	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
揮発性有機化合物	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
装置洗浄液	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
非抽出残渣	1.20	2.14	2.63	4.93	3.21	4.98	4.09	6.15
合計	99.13	97.96	99.60	101.24	97.71	96.53	96.99	99.66

NS : 試料なし

<LOQ : 定量限界未満(0.17%AR 未満)

分 解 ; シアントラニリプロールは好気的・嫌気的のいずれの条件下においても経時的に減少し、好気的インキュベーションの 10 日目には CY 標識体処理区で 48.40%AR、PC 標識体処理区で 51.43%AR となり、嫌気的インキュベーションの 90 日目には CY 標識体処理区で 1.68%AR、PC 標識体処理区で 1.08%AR となった。

CY 標識体処理試料より同定された分解物は

であった。最も多く生成したのは であり、好気的及び嫌気的期間中のいずれにおいても増加傾向を示し、処理 30 日目に %AR (μg 当量/g) の最大値となった。その他の同定成分はいずれも %AR 未満であったが、

は嫌気性試験の 120 日目に

%AR (μg 当量/g) となった。未同定成分は、いずれの時点においても %AR (μg 当量/g) 以下と微量であった。

PC 標識体処理試料より同定された分解物も、CY 標識体処理試料と同様に

の 成分であった。主要分解物も

であり、最大で %AR (μg 当量/g) となった。また、が 120 日目に %AR (μg 当量/g) となった。その他同定成分はいずれも %AR 未満であったが は嫌気性処理 60 日目に %AR (μg 当量/g) となり比較的多く生成した。未同定成分は、いずれの時点においても %AR (μg 当量/g) 以下であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 3. CY 標識シアントラニリプロール処理土壌における残留成分

NS：試料なし

ND：検出せず

<LOQ : 定量限界未満(0.17%AR 未満)

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 4. PC 標識シアントラニリプロール処理土壌における残留成分

ND：検出せず

NS：試料なし

<LOQ : 定量限界未満(0.17%AR 未満)

推定半減期；嫌気条件の Nambsheim 土壤におけるシアントラニリプロールの分解のキネティック分析を行った。DFOP モデルを用いた解析が最も適していると考えられ、このモデルにおけるシアントラニリプロールの半減期は 4.66 日であった。

使用モデル	相関係数(r^2)	DT_{50}	DT_{90}
DFOP	0.992	4.66	31.4

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

推定分解経路；

C

C

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

4. 水中動態に関する試験

(1) 加水分解動態試験

(資料 水 1)

試験機関 : Inveresk(英國)

報告書番号 :

報告書作成年: 2005 年 [GLP 対応]

供試標識化合物 : ¹⁴C-シアントラニリプロール

シアノ標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)

ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 44.86 μ Ci/mg PC 標識体 49.23 μ Ci/mg

放射化学的純度 ; CY 標識体 99%

PC 標識体 99%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試水溶液 : 以下の緩衝液を調製し試験に用いた。緩衝液は全て試験前にオートクレーブによって滅菌した。

pH4 クエン酸緩衝液 (0.1M クエン酸水溶液及び 0.1M クエン酸ナトリウム水溶液から調製)

pH7 マレイン酸塩緩衝液 (0.2M トリスマレイン酸塩水溶液及び 0.2M 水酸化ナトリウム水溶液から調製)

pH9 ホウ酸塩緩衝液 (0.05M ホウ砂水溶液及び 0.2M ホウ酸水溶液から調製)

試験容器 : 褐色の加水分解試験用バイアルを用い、スクリュー栓で密封し試験を行った。試験容器は試験前に滅菌した。

方 法 :

試験溶液の調製; アセトニトリルに供試標識化合物を溶解し 0.2 μ m のフィルターを通し滅菌したものを原液とした。この原液を各緩衝液に所定量添加し、pH4、7 及び 9 の試験溶液を調製した。試験溶液のシアントラニリプロール濃度は 1.07 μ g/mL 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デュポン株式会社にある。

処理方法； 原液 36μL を、各緩衝液に直接添加した。各試験容器は 15±1°C、25±1°C あるいは 35±1°C の恒温槽にて、30 日間暗所条件下でインキュベーションした。

試料採取； 以下の日数で各処理区から試料を採取し、放射能の分析及び残留成分の同定に供した。

pH4 緩衝液 処理直後、7、14、21 及び 30 日目

pH7 緩衝液 処理直後、3、7、10、14、21 及び 30 日目

pH9 緩衝液 処理直後、3、7、10、14、21 及び 30 日目

分析方法； 各試料の放射能はシンチレーターと混合し、液体シンチレーションカウンター (LSC)を用いて測定した。加水分解物の分離及び同定は、順相及び逆相薄層クロマトグラフィーを用いて、標準品とのコクロマトグラフィーにより行った。

結果：

試験系の維持； 試験系の無菌性維持確認のため、インキュベーション期間終了時に試料の一部を採取し培地で培養したところ、コロニーの析出はみられず、無菌性を保っていたことが示された。

放射能回収率は、処理放射能の 97.90～103.18% の範囲内であった。

表 1. pH4 酢酸緩衝液試験の放射能回収率(% AR、CY 標識体区及び PC 標識体区の平均)

試料		試料採取日(日)				
		0	7	14	21	30
15°C	加水分解溶液	102.66	102.18	100.40	101.62	99.39
	装置洗浄液	NS	0.99	1.07	1.16	1.35
	合計	102.66	103.17	101.47	102.77	100.73
25°C	加水分解溶液	102.56	102.19	100.20	101.86	99.24
	装置洗浄液	NS	0.88	1.13	1.22	1.24
	合計	102.56	103.07	101.33	103.08	100.48
35°C	加水分解溶液	102.54	101.85	100.59	101.72	99.91
	装置洗浄液	NS	1.18	1.19	1.06	1.29
	合計	102.54	103.02	101.77	102.78	101.20

NS：試料なし

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 2. pH7 マレイン酸塩緩衝液試験の放射能回収率(% AR、CY 標識体区及び PC 標識体区の平均)

試料	試料採取日(日)							
	0	3	7	10	14	21	30	
15°C	加水分解溶液	102.40	100.97	102.30	101.86	100.33	101.93	100.47
	装置洗浄液	NS	0.54	0.88	0.94	1.28	1.00	0.94
	合計	102.40	101.51	103.18	102.80	101.61	102.92	101.41
25°C	加水分解溶液	102.68	101.14	101.48	102.40	100.44	100.77	99.44
	装置洗浄液	NS	0.66	0.90	0.72	1.03	1.35	1.39
	合計	102.68	101.79	102.37	103.12	101.46	102.12	100.83
35°C	加水分解溶液	102.59	100.82	100.82	101.30	99.14	99.97	98.51
	装置洗浄液	NS	0.91	1.01	1.07	1.17	1.26	1.37
	合計	102.59	101.73	101.83	102.37	100.31	101.23	99.87

NS : 試料なし

表 3. pH9 ホウ酸緩衝液試験の放射能回収率(% AR、CY 標識体区及び PC 標識体区の平均)

試料	試料採取日(日)							
	0	3	7	10	14	21	30	
15°C	加水分解溶液	102.43	97.43	99.54	100.96	98.54	100.04	99.05
	装置洗浄液	NS	0.47	1.16	0.95	1.01	1.03	0.99
	合計	102.43	97.90	100.70	101.91	99.55	101.07	100.03
25°C	加水分解溶液	102.47	99.23	99.40	100.70	97.32	97.65	98.62
	装置洗浄液	NS	0.66	0.86	0.92	0.97	0.99	0.94
	合計	102.47	99.89	100.26	101.62	98.29	98.64	99.56
35°C	加水分解溶液	102.42	99.22	100.01	100.44	98.22	100.10	97.69
	装置洗浄液	NS	0.64	0.85	1.01	1.30	1.10	1.10
	合計	102.42	99.86	100.85	101.45	99.51	101.20	98.79

NS : 試料なし

放射能分布 ; シアントラニリプロールは、いずれの緩衝液においても 35°Cでのインキュベーションで最も加水分解が進む傾向を示した。また、pH4 緩衝液では 25°Cでは殆ど加水分解が見られなかったが、pH9 緩衝液中では急速に加水分解が起こり、25°Cのインキュベーションでは処理 3 日目に処理放射能の 7.77~9.84%にまで減少した。

加水分解 ; 全ての試料において、同定された加水分解物は であった。
の生成は 35°Cでのインキュベーション試料で最も多く、また pH9 試料で生成量が増す傾向を示した。pH9 緩衝液の 35°Cインキュベーション試料において、 は処理直後に %AR 生成し、処理 3 日後には %AR にまで増加した。その他微量の放射能成分の存在が示唆されたが、いずれも処理放射能の %未満であり、同定は行わなかった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 4. pH4 クエン酸緩衝液(15°C)における^{[14]C}-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)					
		0	7	14	21	30	
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	102.27 1.018	101.22 1.007	99.17 0.987	99.04 0.985	97.48 0.970
		PC	%AR μg/mL	101.37 1.015	102.25 1.024	99.13 0.992	99.34 0.994

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 5. pH4 クエン酸緩衝液(25°C)における[¹⁴C]-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)				
		0	7	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	101.11 1.006	99.04 0.985	95.16 0.947	94.73 0.943
		%AR μg/mL	102.02 1.021	99.38 0.995	97.07 0.972	97.06 0.972

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 6. pH4 クエン酸緩衝液(35°C)における[¹⁴C]-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)				
		0	7	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	101.55 1.010	93.19 0.927	84.74 0.843	78.29 0.779
		PC	%AR μg/mL	100.99 1.011	93.94 0.940	87.81 0.879

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 7. pH7 マレイン酸塩酸緩衝液(15°C)における^{[14]C}-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)							
		0	3	7	10	14	21	30	
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR	102.09	98.07	97.26	94.80	91.88	91.02	85.37
		µg/mL	1.003	0.963	0.955	0.931	0.902	0.894	0.838
	PC	%AR	100.66	97.16	97.20	95.52	93.43	90.41	85.44
		µg/mL	1.002	0.967	0.967	0.950	0.930	0.900	0.850

ND：検出限界未満

*・微量元素(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 8. pH7 マレイン酸塩酸緩衝液(25°C)における[¹⁴C]-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)						
		0	3	7	10	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR	100.10	93.76	85.42	80.86	71.06	61.89
		µg/mL	0.983	0.921	0.839	0.794	0.698	0.608
	PC	%AR	100.94	93.13	85.40	81.39	73.21	64.69
		µg/mL	1.004	0.927	0.850	0.810	0.728	0.644

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 9. pH7 マレイン酸塩酸緩衝液(35°C)における^{[14]C}-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)						
		0	3	7	10	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	101.25 0.994	72.77 0.715	48.45 0.476	37.86 0.372	25.87 0.254	15.59 0.153
		%AR μg/mL	100.37 0.999	76.13 0.757	54.57 0.543	41.73 0.415	28.08 0.279	17.37 0.173

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 10. pH9 ホウ酸塩酸緩衝液(15°C)における [¹⁴C]-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)							
		0	3	7	10	14	21	30	
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR	94.19	49.06	19.42	12.25	5.48	2.92	
		μg/mL	0.951	0.496	0.196	0.124	0.055	0.029	
	PC	%AR	87.05	50.56	21.68	11.38	6.84	3.79	
		μg/mL	0.875	0.508	0.218	0.114	0.069	0.038	

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 11. pH9 ホウ酸塩酸緩衝液(25°C)における [¹⁴C]-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)						
		0	3	7	10	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	91.95 0.929	7.77 0.078	2.56 0.026	1.74 0.018	1.57 0.016	1.61 0.016
		PC	%AR μg/mL	86.58 0.870	9.84 0.099	2.48 0.025	1.77 0.018	1.99 0.020

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 12. pH9 ホウ酸塩酸緩衝液(35°C)における^{[14]C}-シアントラニリプロールの加水分解

分解物	供試標識化合物	試料採取日(日)						
		0	3	7	10	14	21	30
シアントラニリプロール[P]	CY	%AR μg/mL	90.59 0.915	2.67 0.027	2.35 0.024	2.16 0.022	2.40 0.024	2.75 0.028
		PC	%AR μg/mL	84.89 0.853	2.34 0.024	2.61 0.026	2.23 0.022	2.20 0.022

ND : 検出限界未満

* : 微量成分(それぞれ 5% AR 未満)の合計

半減期 ; 各緩衝液のシアントラニリプロール濃度を用いてキネティック分析を行ったところ、以下の推定半減期が得られた。同様に、同定された唯一の加水分解物であるの推定半減期を算出した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 13. シアントラニリプロールの各試験条件における推定半減期

pH	試験温度 (°C)	加水分解定数 (k/日)	DT ₅₀ (日)	DT ₉₀ (日)	相関係数 (r ²)
4	15	0.0019	362	1204	0.9998
	25	0.0033	212	705	0.9996
	35	0.0126	55.2	183	0.9986
7	15	0.0055	126	417	0.9996
	25	0.0229	30.3	101	0.9977
	35	0.0923	7.51	25.0	0.9956
9	15	0.2234	3.10	10.3	0.9986
	25	0.8152	0.850	2.82	0.9986
	35	1.2030	0.576	1.91	0.9988

表 14. の各試験条件における推定半減期

推定分解経路；

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。



シアントラニリプロールの推定加水分解経路図



本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

(2)水中光分解動態試験(緩衝液及び自然水)

(資料 水 2)

試験機関 : Charles River Laboratories (英國)

報告書番号 :

報告書作成年 : 2007 年 [GLP 対応]

供試標識化合物 : ^{14}C -シアントラニリプロール

シアノ標識体(CY 標識体)及びピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

* : CY 標識体

+ : PC 標識体

化学名 ; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)
ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能 ; CY 標識体 $44.86\mu\text{Ci}/\text{mg}$ PC 標識体 $49.23\mu\text{Ci}/\text{mg}$

放射化学的純度 ; CY 標識体 99.0% PC 標識体 99.0%

標識位置選定理由 ;

非標識化合物の純度 ; %

供試水 : pH4 緩衝液及び自然水

0.01M pH4 緩衝液は 0.01M 酢酸ナトリウム緩衝液及び 0.01M 酢酸緩衝液から調製した。自然水は、英國 Crosswood 池(貯水池)に流入する水を採取した。

両供試水とも、 $0.2\mu\text{m}$ のフィルターを通し滅菌したものを用いた。

光源 : キセノンアーク灯を用いた人工光源(UV フィルターで 290nm 以下の波長を除去)を連続照射した。光強度は $456\text{W}/\text{m}^2$ 、波長は 300~800nm であった。

方 法 :

試験容器 ; 石英製の蓋のついた光分解試験容器を用いた。試験容器、バイアル、シリコンチューブ及びフィルターはオートクレーブにより滅菌した。
暗所対照区の試験には褐色瓶を用いた。

試験溶液の調製 ; 供試標識化合物をアセトニトリルを用いて溶解し、原液を作成した。この原液を供試水で希釈し、所定のシアントラニリプロール濃度の試験溶液を調製した。試験溶液における最終アセトニトリル濃度は 1%未満であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

緩衝液の被験物質濃度は CY 標識体処理区で $0.981 \mu\text{g/mL}$ 、PC 標識体処理区で $1.079 \mu\text{g/mL}$ であった。自然水の被験物質濃度は CY 標識体処理区で $1.023 \mu\text{g/mL}$ 、PC 標識体処理区で $1.039 \mu\text{g/mL}$ であった。

試験溶液の調製に用いたピペット類やシリソジは全て使用前にエタノールで滅菌した。

処理方法； 試験容器は $25 \pm 2^\circ\text{C}$ の恒温槽でインキュベートした。試料採取にあたり容器内の空気を捕集し、エタンジオールトラップ及び水酸化ナトリウムトラップを通した。暗所対照試料からは揮発性化合物の捕集は行わなかった。

試料採取； 予備試験の結果に基づき、以下の日程で、試料の一部を採取し放射能の測定及び残留化合物の同定、定量を行った。水試料採取後、試験容器はアセトニトリルに一晩以上浸漬し、残留放射能を除去した。

pH4 緩衝液 処理 0、8 時間目及び 1、2、3、5、8、12、15 日目

自然水 処理 0、8 時間目及び 1、2、3、5、8、12、15 日目

分析； 試料をシンチレーターと混合し、LSC で放射能を測定した。定量した放射能は、外部標準－チャンネル比によって自動クエンチ補正を行った。各結果の計算前にバックグラウンド計測率を求めて、各試料の計測率から差し引いた。残留放射性成分の分離及び同定は、標準品との HPLC コクロマトグラフにより実施した。

結果：

試験系の維持； 無菌性の確認のため、処理 0 日及び最終採取試料を培地で培養し微生物増殖の有無を観察した。また、水温及び pH を試験期間中確認した。

放射能分布； 各試験区の放射能回収率を表 1 から 4 に示す。

供試標識化合物の試験容器への吸着等は認められず、処理放射能の 96%以上が試験系から回収された。緩衝液及び自然水試料とともに、インキュベーション期間終盤に水酸化ナトリウムトラップ溶液より微量の放射能が回収され、二酸化炭素の生成が示唆された。また、緩衝液区のエタンジオールトラップ溶液からも微量の放射能が回収され、揮発性有機化合物の生成が示唆された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 1. CY 標識体処理 : pH4 減菌緩衝液の回収率(% AR)

試料	試料採取時間									
	0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日	
光 照 射	試料溶液	101.62	99.31	100.64	100.67	101.06	98.00	100.03	99.56	98.76
	エタンジオール トラップ溶液	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.05	0.07	0.18
	NaOH トラップ溶液	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.07	0.07	
	装置洗浄液	NS	0.35	0.74	0.89	0.46	0.97	1.14	1.02	0.95
	計	101.62	99.66	101.38	101.56	101.52	98.97	101.22	100.72	99.96
非 照 射	試料溶液	101.46	101.68	102.32	101.95	101.91	102.15	102.83	104.03	102.77

<LOQ : 定量限界未満

NS : 試料採取せず

表 2. PC 標識体処理 : pH4 減菌緩衝液の回収率(% AR)

試料	試料採取時間									
	0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日	
光 照 射	試料溶液	101.39	96.36	100.35	99.86	100.29	99.54	99.85	98.41	97.60
	エタンジオール トラップ溶液	NS	<LOQ	0.13						
	NaOH トラップ溶液	NS	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.07	<LOQ	0.06	0.07
	装置洗浄液	NS	0.24	0.71	1.43	0.56	0.91	0.69	0.84	0.68
	計	101.39	96.60	101.06	101.29	100.85	100.52	100.54	99.31	98.48
非 照 射	試料溶液	101.57	101.23	101.44	99.74	101.72	102.80	102.54	102.49	102.31

<LOQ : 定量限界未満

NS : 試料採取せず

表 3. CY 標識体処理 : 減菌自然水の回収率(% AR)

試料	試料採取時間									
	0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日	
光 照 射	試料溶液	103.26	102.97	102.07	101.87	101.33	101.92	99.37	99.21	99.06
	エタンジオール トラップ溶液	NS	<LOQ							
	NaOH トラップ溶液	NS	<LOQ							
	装置洗浄液	NS	0.41	0.79	0.67	1.21	0.93	0.88	0.77	1.01
	計	103.26	103.38	102.86	102.54	102.54	102.85	100.25	99.98	100.07
非 照 射	試料溶液	103.91	103.40	103.50	102.45	101.74	103.68	100.97	101.06	102.53

<LOQ : 定量限界未満

NS : 試料採取せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 4. PC 標識体処理：滅菌自然水の回収率(% AR)

試料		試料採取時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
光 照 射	試料溶液	104.63	102.49	102.74	102.44	97.91	101.52	98.53	98.69	95.26
	エタンジオール トラップ溶液	NS	<LOQ							
	NaOH トラップ溶液	NS	<LOQ	0.04						
	装置洗浄液	NS	0.92	0.64	0.52	1.14	0.73	1.04	1.01	1.00
	計	104.63	103.41	103.38	102.96	99.05	102.25	99.57	99.70	96.30
非 照 射	試料溶液	104.60	104.03	104.26	103.41	102.95	104.12	102.93	101.94	103.79

<LOQ : 定量限界未満

NS : 試料採取せず

光分解； 各試験区における残留放射成分の推移を表 5 から表 12 に示す。

シアントラニリプロールは光照射により急速に分解され、処理 1 日後には処理放射能の 1.91～10.57%に、3 日後には定量限界未満にまで消失した。シアントラニリプロールの分解に伴い、滅菌 pH 4 緩衝液中では が生じた。 はさらに分解して、 など複数の分解物を生じた。

滅菌自然水における主要分解物は、 であった。これらはさらなる分解物へと分解して、主要分解物は 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デュポン株式会社にある。

表 5. CY 標識体処理した pH4 減菌緩衝液(光照射)における光分解物の生成及び推移

* : 4.26% AR 未満の極性成分の合計

** : 微量非極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計(と同定された画分を含む)

ND：検出せず

NS：試料採取せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 6. PC 標識体処理した pH4 減菌緩衝液(光照射)における光分解物の生成及び推移

残留成分		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニリ	%AR	101.39	19.79	1.91	ND	ND	ND	ND	ND	ND
プロール[P]	μg/mL	0.969	0.190	0.018	ND	ND	ND	ND	ND	ND
極性化合物										
非極性化合物										

* : 4.33% AR 未満の極性成分の合計

** : 微量非極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計(と同定された画分を含む)

ND : 検出せず

NS : 試料採取せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 7. CY 標識体処理した pH4 減菌緩衝液(暗所対照)における分解物の生成及び推移

残留成分		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニ リプロール[P]	%AR	101.46	101.68	102.32	101.95	101.91	99.70	99.72	100.16	96.66
	μg/mL	1.003	1.005	1.011	1.008	1.007	0.986	0.985	0.990	0.956

* : 微量極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

ND : 検出せず

表 8. PC 標識体処理した pH4 減菌緩衝液(暗所対照)における分解物の生成及び推移

残留成分		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニ リプロール[P]	%AR	101.57	101.23	101.44	99.74	100.86	101.18	100.34	99.83	97.14
	μg/mL	0.971	0.968	0.970	0.954	0.965	0.967	0.959	0.955	0.929

* : 微量極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

ND : 検出せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 9. CY 標識体処理した滅菌自然水(光照射)における分解物の生成及び推移

残留成分		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニリ	%AR	99.38	30.35	10.57	2.48	ND	ND	ND	ND	ND
プロール[P]	μg/mL	1.037	0.318	0.112	0.026	ND	ND	ND	ND	ND
極性化合物										
非極性化合物										

* : 微量極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

** : 微量非極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

ND : 検出せず

NS : 試料採取せず

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 10. PC 標識体処理した滅菌自然水(光照射)における分解物の生成及び推移

分解物		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニリ プロール[P]	%AR	102.19	37.59	3.82	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	μg/mL	1.069	0.398	0.041	ND	ND	ND	ND	ND	ND
非極性化合物										
極性化合物										

* : 微量非極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

** : 微量極性成分(それぞれ % AR 未満)の合計

ND : 検出せず

NS : 試料採取せず

表 11. CY 標識体処理した滅菌自然水(暗所対照)における分解物の生成及び推移

分解物		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニ リプロール[P]	%AR	99.48	91.21	71.17	41.10	43.75	9.13	3.17	7.75	2.35
	μg/mL	1.038	0.952	0.743	0.429	0.456	0.095	0.033	0.081	0.025

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

表 12. PC 標識体処理した滅菌自然水(暗所対照)における分解物の生成及び推移

分解物		処理後時間								
		0 時間	8 時間	1 日	2 日	3 日	5 日	8 日	12 日	15 日
シアントラニ リプロール[P]	%AR	102.02	95.36	83.36	46.29	28.74	16.96	12.39	5.61	1.48
	μg/mL	1.067	0.997	0.871	0.484	0.301	0.177	0.130	0.059	0.016

表 13. 自然水試料中の極性化合物群の分析結果(HPLC 従来法及び改良法)

時間	主要な極性成分(%AR)			
	従来の HPLC 分析条件		改良 HPLC 条件	
	CY 標識体	PC 標識体	CY 標識体	PC 標識体
5 日目	9.90	NA	11.72	NA
8 日目	14.12	9.00	9.22	5.00
12 日目	18.85	11.19	11.01	4.72
15 日目	21.08	11.76	8.71	6.89

推定光分解経路；

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

*[]内は自然水試験区では確認されていない分解物
点線は予想される光分解経路

シアントラニリプロールの滅菌緩衝液における推定光分解経路図

推定半減期；欧州 FOCUS のガイドラインに基づき、キネティック分析を行った。シアントラニリプロールの消長には SFO モデルが最もよく近似した。得られたシアントラニリプロールの推定半減期を以下に示す。また、北緯 35° 春の太陽光下における半減期換算値を算出した[申請者注：北緯 35° 春の太陽光下における換算値は申請者による算出]。

試験区	DT ₅₀ (日)		DT ₉₀ (日)	相関係数(r ²)
	試験条件下	北緯 35° 春		
pH 4 緩衝液(光照射)	0.171	0.79	0.569	0.995
pH 4 緩衝液(暗所対照)	276	—	917	0.715
自然水(光照射)	0.217	1.00	0.719	0.994
自然水(暗所対照)	1.9	—	6.3	0.989

5. 土壌吸着性

(1) 5種土壌を用いた土壌吸着/脱着性試験

(資料 土吸 1)

試験機関: Charles River Laboratoires

報告書番号:

報告書作成年: 2007年[GLP対応]

供試標識化合物: ¹⁴C-シアントラニリプロール、ピラゾールカルボニル標識体(PC 標識体)

+ : ¹⁴C 標識部位

化学名; 3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)ピラゾール-5-カルボキサニリド

比放射能; μCi/mg

放射化学的純度; %

非標識化合物の純度; %

方 法:

供試土壌; 以下の5種の畑地土壌を採取し試験に用いた。土壌は試験前に風乾し、2mmの櫛を通したもの用いた。各供試土壌の土性(USDA法)及び物理化学的性質を以下に示す。

採取場所	Tama (米国)	Sassafras (米国)	Lleida (スペイン)	Nambsheim (フランス)	Gross-Umstadt (ドイツ)
土 性	シルト質 埴壤土	砂壤土	シルト質 埴壤土	砂壤土	シルト質 壤土
砂 %	9.2	55.2	6.8	57.2	32.8
シルト %	61.2	37.2	60.4	33.2	60.4
粘 土 %	29.6	7.6	32.8	9.6	6.8
有機炭素含有率 %	1.9	1.4	1.6	1.6	1.1
pH H ₂ O	6.17	5.37	7.89	7.95	6.00
CaCl ₂	5.63	5.17	7.56	7.39	6.63
C.E.C cmolc/kg	19.42	7.39	15.74	7.57	8.67
最大圃場容水量 (0.1 Bar, %(m/m))	34.5	24.3	38.5	19.5	30.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

試験溶液；¹⁴C 標識シアントラニリプロールをアセトニトリル及び 0.01 M CaCl₂ に溶解し、原液とした。この原液を 0.01 M 塩化カルシウム水溶液で希釈し、0.01、0.05、0.1、0.5 及び 1.0 µg/mL の処理溶液をそれぞれ調製した。

試験容器； テフロン製遠沈管。試験容器への吸着はほとんど認められなかった。

吸着操作； 乾土 5 g 相当の供試土壤を量り取り、総水分含量が 9 mL となるよう 0.01 M 塩化カルシウム水溶液を添加した。これに所定の濃度に調製した試験溶液を各 1 mL 添加し、初期シアントラニリプロール濃度を 0.003、0.015、0.03、0.15 及び 0.3 µg/mL に調製した。遠沈管を密栓し、20±2°C の暗条件下で 24 時間振とうした。

吸着平衡時間； 吸着平衡時間を求めるための予備検討を行なった。予備検討は Tama 土壤及び Gross-Umstadt 土壤を用い、乾土 5g 相当の土壤に 1.0 µg/mL の試験溶液を添加して実施した。Tama 及び Gross-Umstadt 土壤では振とう開始後約 2 時間で吸着平衡に到達したと考えられたが、本試験ではガイドラインの推奨する 24 時間後に試料の採取を行うこととした。

分析； 各操作後、遠心分離により分取した水相を液体シンチレーションカウンター(LSC)で放射能濃度を測定した。測定値を基に算出したシアントラニリプロールの分布割合からフロイントリッヒの吸着等温式を用いて、吸脱着定数を算出した。

結果：

物質収支； 吸着平衡後の水相及び土壤の試験物質量を測定し、両者(回収量)を加えたものを初期添加量で除して物質収支を求めた。物質収支は 97.89~99.72% であり、試験系においてシアントラニリプロールは安定であったことが確認された。

吸着試験結果； フロイントリッヒの吸着等温式から求めた土壤吸着定数、及びその有機炭素含有率補正值等各パラメータを以下に示す。

表.各供試土壤におけるシアントラニリプロールの土壤吸着パラメータ

供試土壤	吸着指數 1/n	土壤吸着定數 K_F^{ads}	相關係數 r^2	有機炭素含量 oc%	土壤吸着定數 (有機炭素含有率補正後) $K_F^{ads,oc}$
Tama	0.8946	5.0489	0.9998	1.9	266
Sassafras	0.918	2.6953	0.9998	1.4	193
Lleida	0.9536	2.4786	0.9992	1.6	155
Nambsheim	0.9245	2.0535	0.9994	1.6	128
Gross-Umstadt	0.9584	2.4717	0.9985	1.1	225

(2) 火山灰土壤を含む4種土壤を用いた土壤吸着性試験

(資料 土吸2)

試験機関：化学分析コンサルタント

報告書番号：

報告書作成年：2009年[GLP対応]

供試化合物：シアントラニリプロール標準品(純度99.2%)

化学名；3-ブロモ-1-(3-クロロ-2-ピリジル)-4'-シアノ-2'-メチル-6'-(メチルカルバモイル)ピラゾール-5-カルボキサンアリド

方法：

供試土壤；以下の4種の畑地土壤を採取し試験に用いた。土壤は試験前に風乾し、2mmの櫛を通したもの用いた。各供試土壤の土性(USDA法)及び物理化学的性質を以下に示す。

番号	1	2	3	4
採取場所	宮崎	埼玉	栃木	茨城
土壤分類	砂丘未熟土	黒ボク土	灰色低地土	黒ボク土
土性	砂土	壤土	壤土	壤土
砂(%)	91.1	42.8	37.9	33.6
シルト(%)	5.4	39.3	41.7	47.0
粘土(%)	3.5	17.9	20.5	19.5
有機炭素含有率(g/kg)	4.7	29.6	11.7	45.2
pH H ₂ O	6.3	5.3	6.2	6.2
CaCl ₂	5.4	5.1	5.7	5.7
陽イオン交換容量(cmolc/kg)	7.7	22.4	16.1	27.8
土壤水分含有率(%)	1.5	17.5	7.9	8.8

試験溶液；供試化合物をアセトニトリルに溶解し、500μg/mLの原液とした。この原液を0.01M塩化カルシウム水溶液を用いて希釈し、0.5、0.25、0.05及び0.01μg/mLの処理液をそれぞれ調製した。

吸着操作；共栓付遠沈管に各土壤を量りとり、0.01M塩化カルシウム水溶液を45mL添加した。また、試験溶液のみの対照区を設け、試験容器への吸着が起こらないことを確認した。遠沈管を密栓し、25°C条件下一夜振とうによる予備平衡化後、試験溶液をそれぞれ添加し水相中初期シアントラニリプロール濃度0.01、0.05、0.25及び0.5μg/mLとした。吸着平衡到達時間(24時間)まで振とう後、3000rpm、20分の遠心分離により得られた上清を分析に供した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

予備試験は、上述と同様の操作で振とう操作を行い、2、6、16及び24時間後にそれぞれ取り出し遠心分離した後、水相及び固相の分析結果に基づき土壤吸着率を算出した。各経過時間における水相濃度変化率を次式から求め、この変化率が全ての土壤で10%以内となった経過時間を吸着平衡時間とした。

$$\text{水相濃度変化率(%)} = \frac{(n-1)\text{時点濃度} - n\text{時点濃度}}{(n-1)\text{時点濃度}} \times 100$$

平衡化時間及び土/水比は予備検討の結果から以下のように設定した。

土壤名	宮崎	埼玉	栃木	茨城
土/水比	1:2	1:5	1:2	1:10
吸着平衡時間	24			

分析；遠心分離により得られた上清を精製し、高速液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)により分析した。

結果：

物質収支；吸着平衡後の水相及び土壤の試験物質量を測定し、両者(回収量)を加えたものを初期添加量で除して物質収支を求めた。予備試験における物質収支は100%であり、試験系においてシアントラニリプロールは安定であったことが確認された。
水相からの平均回収率は100%、土壤画分からの平均回収率は84%であった。

土壤名	宮崎		埼玉		栃木		茨城	
物質濃度(μg/mL)	0.0803	0.0763	0.619	0.577	0.463	0.457	0.209	0.206
上清量(mL)	16.0	16.0	18.0	18.0	18.0	18.0	17.5	17.5
回収物質濃度(μg/mL)	0.726	0.762	0.469	0.475	0.41	0.54	0.571	0.526
回収物質液量(mL)	20.0		20.0		20.0		20.0	
回収物質量(μg)	15.8	16.5	20.5	19.9	16.5	19.0	15.1	14.1
対照物質量(μg)	21.3		21.3		21.3		18.6	
物質収支(%)	74.2	77.3	96.3	93.4	77.6	89.3	81.1	75.9

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

吸着等温試験； フロイントリッヒの吸着等温式から求めた土壤吸着定数、及びその有機炭素含有率補正值等各パラメータを以下に示す。

供試土壤	吸着指數 $1/n$	吸着係数 K_F^{ads}	相関係数 r^2	有機炭素 含量 oc%	有機炭素 吸着係数 $K_F^{ads} \text{ oc}$
宮崎	0.909	0.747	0.994	0.47	159
埼玉	0.922	3.02	0.997	2.96	102
栃木	0.901	1.12	0.998	1.17	95.7
茨城	0.896	4.33	0.993	4.52	95.8

水相濃度と土壤吸着量は高い相関を示し、シアントラニリプロールの土壤への吸着はフロイントリッヒの吸着等温式に従うことが示唆された。また、有機炭素含有率により補正した吸着定数($K_F^{ads} \text{ oc}$)は 95.7～159 であった。

代謝分解のまとめ

シアントラニリプロールの動物、植物、土壤及び水中における代謝分解の概要は以下の通りで、代謝分解の概要表をIX-135～138 頁に、推定代謝分解経路図をIX-134 頁に示す。

動物

シアノ標識及びピラゾールカルボニル標識¹⁴C-シアントラニリプロールをラットに単回（低用量及び高用量）あるいは14日間反復経口投与し、吸收、分布、代謝及び排泄について検討した。（資料 代1及び2）。

単回投与したシアントラニリプロールは速やかな吸収及び消失を示した。血漿中濃度は投与後1～3時間で最高に達し、吸収率は62.6～80.4%（低用量）及び31.4～40.0%（高用量）であった。半減期は42～129時間であった。特定臓器への蓄積は認められなかった。排泄は投与後48時間でほぼ完了した。主に糞を介した経路で排泄されたが、総排泄量の約10.0～36.5%は胆汁を経由した糞への排泄であった。

反復投与では、組織中の放射能濃度は投与終了後7日間で急速に低下し、主な組織における半減期は5日未満であり、体内に蓄積しなかった。また赤血球中の濃度は血漿中濃度より低く、赤血球への蓄積もみられなかった。反復投与においても、排泄パターンは単回投与と同様であった。

主な代謝物は
に代謝され、
に代謝される経路と、
に至る経路が考えられた。また、別の経路では
された。反復投与においても、代謝パターンは単回投与と同様であった。
であり、
を経て
が生成

植物

シアノ標識及びピラゾールカルボニル標識¹⁴C-シアントラニリプロールを用いて、イネ（水稻）、ワタ、トマト及びレタスにおける代謝試験を実施した。いずれの植物に対しても、茎葉散布及び土壤処理の2処理方法を設け、処理法による代謝の違いもあわせて検討した。

イネでは、残留放射能の大部分は茎葉部から検出され、茎葉散布区並びに土壤処理区の成熟試料では総残留放射能の80～84%を占めていた。可食部である穀粒への残留は小さく、茎葉散布区で0.024mg/kg、粒剤土壤処理区で0.012～0.029mg/kgであった。最大の残留成分はシアントラニリプロールであり、代謝物としては_____が可食部で最大_____mg/kg生成した。非抽出残渣は経時的に増加し、茎葉散布区の成熟玄米で_____%TRR（_____mg/kg）となった。

ワタにおいて、土壤処理区から採取した試料から回収された放射能は僅かであり、土壤からの取り込みが小さいことを示唆した。また、茎葉散布区においても綿実の放射能残留は0.01mg/kg

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

未満であった。両処理区とも、83%TRR 以上が抽出性であり、植物体（綿繰り機の綿屑のみ）へ取り込まれた放射能は成熟試料で 0.021mg/kg であった。未成熟の茎葉処理試料から同定された代謝物のうち %TRR を超えるものは であつた。

トマトでは、いずれの処理区からも成熟果実からの放射能残留が微量（0.001mg/kg）であり、可食部への残留はほとんど起こらなかつた。葉においても処理後の放射能は減少し、収穫時に 0.01mg/kg 以上の残留はみられなかつた。葉における主要な代謝物は、最大 %TRR 生成した であったが、最終処理 7 日後には %TRR に減少した。

レタスにおいても総残留放射能は処理後減少し、茎葉散布区では最終処理後は 7.789mg/kg の放射能残留であったが、収穫時には 0.032 mg/kg となつた。土壌処理区の残留放射能は最終処理 7 日後には 0.009～0.046 mg/kg、収穫時には 0.012～0.057mg/kg であり、ほぼ同じレベルとなつた。前述の植物と同様、主要な残留成分は未変化の親化合物であった。非抽出残渣は土壌処理試料で mg/kg、茎葉処理試料で mg/kg 程度であり、この濃度からの変動は小さかつた。

イネ（水稻）、ワタ、トマト及びレタスのいずれの植物においても残留の大部分はシアントラニリプロールであり、%TRR 程度あるいはそれ以上生成した代謝物は、
であった。このうち は主に表面洗浄液から回収されたことから、作物の洗浄により容易に除去可能と考えられる。
処理方法による代謝経路の差は認められず、茎葉散布及び土壌処理の使用方法によりシアントラニリプロールの代謝経路は左右されないと考えられる。

土壤

シアノ標識及びピラゾールカルボニル標識 ¹⁴C-シアントラニリプロールを用いて、好気的湛水土壌、好気的土壌及び嫌気的土壌における動態試験を実施した。

好気的湛水土壌では、処理した放射能の多くは土壌中に保持され、表面水中の放射能は経時に減少し処理 15 日後には 10%AR を下回つた。非抽出残渣も処理後より増加傾向を示し、180 日後には %AR 以上となつた。主要な分解物は であり、120 日目まで増加を続け約 %AR となつた。また、二酸化炭素も回収され、シアントラニリプロールの無機化が示された。非滅菌土壌における推定半減期は約 21 日であつた。

好気土壌中では、加水分解作用が比較的小さいため、シアントラニリプロールは湛水条件下と比較すると親化合物の分解は緩やかであったが、300 日後には壤土中で 2.3%AR 未満となつた。主要な分解物は であり、最大で %AR 生成した。好気的湛水土壌と比較して広範な分解が起つり、 が %AR 以上生成した。非抽出残渣は時間とともに増加したが、試験後半は %AR 付近を維持した。二酸化炭素及び揮発性有機化合物の生成も示された。推定半減期はシルト質砂壤土で 39.0 日、壤土で 9.22 日であった。

嫌気的土壤中においても好気的土壤と同様の分解がみられ、4.66 日で親化合物の半減期を迎えた。シアントラニリプロールは 120 日後には 1.2%AR 以下となり、%AR 以上生成した分解物は であった。また、 の生成が %AR と比較的高値であった。嫌気的条件下では、二酸化炭素及び揮発性有機化合物の発生は認められなかった。非抽出残渣は試験期間を通じて増加し、120 日目には %AR となった。

観察された分解物は、全ての土壤中動態試験において類似していた。また、標識体の間で分解パターンに差はみられなかった。

土壤吸着性の指標となる $K_F^{\text{ads}} \text{oc}$ 値は、供試した 5 種類の鉱質土壤及び火山灰土壤を含む 4 種の国内土壤において、95.7~266 の範囲内にあった。

水中

シアノ標識及びピラゾールカルボニル標識 ^{14}C -シアントラニリプロールを用いて、滅菌緩衝液中 (pH4、7、9) での加水分解性及び水中での光分解性を検討した。

加水分解動態試験において、シアントラニリプロールの分解は緩衝液 pH 及び水温に左右され、酸性側または低温側で加水分解に対しより安定となる傾向を示した。15°C 条件下の pH4 緩衝液における推定半減期が 362 日であったのに対し、35°C 条件下の pH9 緩衝液では 0.576 日で半減期を迎えた。全ての試験区において、同定された加水分解物は のみであった。

自然水及び pH4 緩衝液を用いた光分解動態試験では、光照射によるシアントラニリプロールの分解が確認され、緩衝液では処理 1 日後には処理放射能の 6%未満となった。自然水においても処理 3 日後には定量限界未満となった。

緩衝液試験区から同定された光分解物は であり、まず の生成がおこり、その後緩やかに が生成した。自然水試験では の生成は確認されず、 が光分解物として同定された。 が処理後比較的速やかに 生成し、 の増加がこれに続いた。 は処理 8 時間後に %AR の最大値となり、 は処理 5 日後に %AR の最大値となった。

光照射条件下において、シアントラニリプロールの水中での推定半減期は pH4 緩衝液で 0.171~0.79 日、自然水で 0.217~1.00 日であった。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

シアントラニリプロールの動植物及び土壤、水中における推定代謝分解経路図



代謝分解の概要 ①動物代謝

		試料	P	
CY 標識体	単回投与(低用量)	尿 雄	0.33	
		尿 雌	5.42	
		糞 雄	5.06	
	胆汁	糞 雌	16.77	
		尿 雄	1.09	
		尿 雌	3.58	
PC 標識体	単回投与(高用量)	糞 雄	5.38	
		糞 雌	15.04	
		胆汁 雄		
	胆汁	糞 雌		
		尿 雄	1.37	
		尿 雌	1.83	
CY 標識体	単回投与(高用量)	糞 雄	55.78	
		糞 雌	55.01	
		胆汁 雄		
	胆汁	糞 雌		
		尿 雄	0.77	
		尿 雌	1.35	
PC 標識体	反復投与(低用量)	糞 雄	65.59	
		糞 雌	59.37	
		胆汁 雄		
	胆汁	糞 雌		
		雄 1日後	1.55	
		雄 7日後	0.34	
CY/PC 標識体混合	反復投与(低用量)	雄 14日後	-	
		雄 7日後	5.08	
		雄 1日後	4.48	
	糞	雄 14日後	-	
		雄 1日後	7.42	
		雄 7日後	11.05	
	糞	雄 14日後	9.84	
		雌 1日後	18.97	
		雌 7日後	16.11	
	糞	雌 14日後	13.54	

表中の数字は試料中の全放射能に対する割合(%)を示す。
一：検出せず、あるいは数値の報告なし。
未同定成分：單一成分として確認できなかつたものを除く。

代謝分解の概要 ②植物代謝

試験作物	供試 標識体	試験料		%TRR	mg/kg	測定日	結果
		単葉	成熱時 単回液注				
水稻	CY 標識体	茎葉	成熟時 単回液注	44.9	0.101	67.1	75.6
		穀粒	成熟時 単回液注	62.7	0.125	72.0	75.6
	PC 標識体	茎葉	成熟時 単回液注	58.6	0.007	72.0	75.6
		穀粒	成熟時 単回液注	0.085	0.125	72.0	75.6
	CY/PC 標識体 混合	茎葉	成熟時 単回液注	42.1	0.125	72.0	75.6
		穀粒	成熟時 単回液注	46.2	0.014	72.0	75.6
ワタ	CY 標識体 混合	茎葉	成熟時 散布 3 回 自 140 日後	75.6	0.014	72.0	75.6
		穀粒	成熟時 散布 3 回 自 140 日後	75.6	0.005	72.0	75.6
	CY 標識体 混合	茎葉	成熟時 3 回自莢葉散布前	70.7	0.025	72.0	75.6
		穀粒	成熟時 3 回自處理 13 日後	70.7	0.025	72.0	75.6
	PC 標識体	茎葉	成熟時 3 回自處理 13 日後	27.1	0.115	72.0	75.6
		穀粒	成熟時 3 回自處理 13 日後	34.4	0.043	72.0	75.6
トマト	CY 標識体 混合	茎葉	最終處理 綿花殘渣	25.6	0.025	72.0	75.6
		穀粒	最終處理 綿花殘渣	46.8	0.011	72.0	75.6
	CY 標識体 混合	茎葉	最終處理 7 日後	62.7	0.011	72.0	75.6
		穀粒	最終處理 7 日後	62.7	<0.010	72.0	75.6
	PC/TRR 微量	茎葉	最終處理 14 日後	43.4	0.562	NC	NC
		穀粒	最終處理 14 日後	50.3	<0.010	NC	NC
レタス	CY 標識体 混合	茎葉	最終處理 7 日後	72.60	0.016	72.0	75.6
		穀粒	最終處理 7 日後	78.50	0.016	72.0	75.6
	CY 標識体	茎葉	最終處理 14 日後	50.30	0.004	72.0	75.6
		穀粒	最終處理 14 日後	72.00	0.016	72.0	75.6
	PC 標識体	茎葉	最終處理 14 日後	72.00	0.033	72.0	75.6
		穀粒	最終處理 14 日後	51.00	0.018	72.0	75.6

表中の数字は試験料中の絶対量に対する割合(%TRR)及び初期濃度(ppm)で示す。
未測定成分：单一成分として確認できなかったものを除く。
＊は主のHPLC条件で検出することができなかつた。

代謝分解の概要 ③土壤中動態

		試料	P							
好 氣 的 灌 水 土 壤	非滅菌 CY 標識体	表面水	0 日目	41.45						
		土壤	0 日目	48.63						
		表面水	15 日目	2.89						
		土壤	15 日目	43.09						
		表面水	180 日目	NS						
	非滅菌 PC 標識体	土壤	180 日目	16.96						
		表面水	0 日目	38.63						
		土壤	0 日目	49.3						
		表面水	15 日目	4						
		土壤	15 日目	45.8						
好 氣 的 土壤	CY 標識体	表面水	180 日目	NS						
		土壤	180 日目	19.31						
			0 日目	100.05						
			7 日目	57.13						
			121 日目	3.45						
	PC 標識体		300 日目	2.26						
			0 日目	101.66						
			7 日目	59.94						
			121 日目	3.6						
			300 日目	1.79						
嫌 氣 的 土壤	CY 標識体		0 日目	104.94						
			7 日目	88.39						
			121 日目	40.68						
			300 日目	14.86						
			0 日目	109.11						
	PC 標識体		7 日目	85.29						
			121 日目	30.5						
			300 日目	13.22						
			0 日目	96.62						
			好気 10 日目	48.4						
表中の数字が初期残存能に対する割合(%)を示す。 未開封成分：単一成分として確認できなかったものを除く。										
ND：検出されず。 NS：斜体なし。 <LOQ：定量限界未満(0.17%AR未満)										

代謝分解の概要 ④水中動態

供試標識体	試料	P		
		0 日目	14 日目	30 日目
CY 標識体	pH4、25C	101.11	95.16	90.37
	pH7、25C	100.1	100.1	100.1
	pH9、25C	71.06	49.52	49.52
	pH4、25C	1.57	1.79	1.79
	pH7、25C	102.02	102.02	102.02
	pH9、25C	97.07	97.07	97.07
PC 標識体	pH4、25C	92.86	100.94	73.21
	pH7、25C	30 日目	30 日目	52.79
	pH9、25C	0 日目	86.58	1.99
	pH4、25C	30 日目	2.21	2.21
	pH7、25C	0 日目	101.62	ND
	pH9、25C	1 日目	5.47	99.38
水中光分解	CY 標識体	12 日目	10.57	ND
	自然水	1 日目	ND	ND
	PC 標識体	0 日目	101.39	1.91
	滅菌緩衝液	12 日目	ND	ND
	自然水	0 日目	102.19	3.82
	自然水	12 日目	ND	ND

表中の数字は試料中の全放射能に対する割合(%)を示す。 ND : 検出されず。 NS : 試料が吸収せず。

未同定物質：単一成分として確認できなかったものを除く。

* : 標識成分の合計

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はデュポン株式会社にある。

[付] シアントラニリプロールの開発年表

開発年	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	...
化合物の選抜												
適用農作物及び 適用病害虫												
物理的化学的性質												
有用生物に及ぼす影響												
殘留												
毒性												
代謝・動態												
製造												