

(4) ¹⁴C-標識トリアファモンを投与したラットの臓器・組織中の濃度
(全身オートラジオグラフィ)

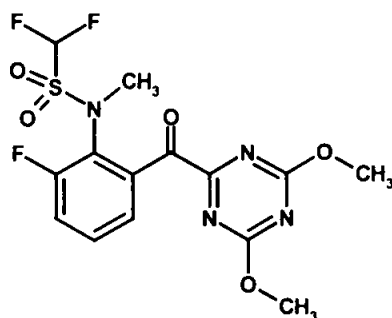
(資料：代-4)

[GLP 対応]

2012 年

供試標識化合物：¹⁴C 標識-トリアファモン

構造式：



*：¹⁴C 標識位置

化学名：^{2'}-[(4,6-ジメチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホニアリド

比放射能：

放射化学的純度：

化学的純度：

標識位置の設定理由：

供試動物： ウィスターラット（受領時 雄：約 6 週令、雌：約 8-9 週令）
を約 7 日間順化した後、試験に用いた。

【試験方法】

投与：¹⁴C 標識トリアファモンを 0.5%トラガカント水溶液に懸濁し、投与液を調製した。用量として 5 mg/kg 体重を設定し、各群 9 匹からなる 2 群を設定して、各動物へ 2mL ずつ経口投与した。コントロール用ラットには非標識トリアファモンの投与懸濁液を経口投与した。

表 1 試験群の設定

試験群	性	設定用量 [mg/kg 体重]	実投与量 [mg/kg 体重]	平均体重 [g]	動物数 [匹]
2	雄	5	4.68	202	8+1(コントロール)
3	雌	5	5.10	198	8+1(コントロール)

採取：投与後、ラットは代謝ケージに個別に収容した。投与後 1、4、8、24、48、72、120、168 時間に各 1 匹のラットを凍結切片とした。尿、糞、呼気も採取した。

表 2 試料の採取

屠殺時間 [投与後 時間]	切片作成	投与後の試料採取時間 [h]		
		尿	糞	呼気
1	○	1	---	---
4	○	4	---	---
8	○	4, 8	---	---
24	○	4, 8, 24	24	---
48	○	4, 8, 24, 48	24, 48	24, 48
72	○	4, 8, 24, 48, 72	24, 48, 72	24, 48
120	○	4, 8, 24, 48, 72, 96, 120	24, 48, 72, 96, 120	24, 48
168	○	4, 8, 24, 48, 72, 96, 120, 144, 168	24, 48, 72, 96, 120, 144, 168	24, 48
4 (コントロール)	○	---	---	---

分析：各臓器・組織の放射エネルギーは全身切片を ^{14}C 添加血液標準品をキャリブレーションに用いてオートラジオグラフィによって求めた。尿試料及び呼気捕集液は液体シンチレーション計測器 (LSC) を用いて、糞試料は燃焼後に LSC で放射エネルギーを測定した。

【結果】

雄ラット（試験群 2：表 3、5、6a）

投与 1 時間後には全ての臓器及び組織において最大濃度が測定された。臓器中濃度と血液濃度との比は、多くの臓器及び組織で、およそ 0.1-0.4 の範囲であり、血液中の濃度より低かった。最も高い値は肝臓及び腎臓で、血液より約 2 倍高かった。脳、腎脂肪、脊髄、硝子体では最低濃度であった。

全ての臓器及び組織の濃度は、微量の放射能が検出された肝臓 (0.007 μ g/g) を除き、7 日後 (168 時間後) までに定量限界未満に減少した。

放射能の大部分が尿で排泄され (最大 82%)、より少ない量が糞で排泄された (最大約 20%)。投与 1 日後、投与量の >90% が排泄されており、2 日後にはほぼ排泄が終了した。呼気中の $^{14}\text{CO}_2$ は 48 時間後までで総投与量の 0.2-0.3% であった。

雌ラット（試験群 3：表 4、5、6b）

投与 1 時間後に全ての臓器及び組織で、最大濃度に到達した。この時点において、多くの臓器及び組織において臓器/血液濃度比の値が約 0.2-1.0 の範囲であり、血液中の濃度と比較して、わずかに低いかあるいは同等であった。最も高い値は肝臓及び腎臓で、血液よりも約 3 倍高かった。

血液から放射エネルギーは非常に速やかに無くなり、動物体全体に分布したが、特に代謝 (肝臓)、排泄 (腎臓) 及び分泌 (例えば、副腎、甲状腺、ハーダー腺、及び唾液腺) を担う臓器あるいは組織に分布した。最低濃度が脳、骨格筋、脊髄、脾臓、胸腺及び硝子体で測定された。

非常に少量の放射能が検出された鼻粘膜 (0.014 μ g/g) を除く全ての臓器及び組織の濃度が 7 日後までに、定量限界未満に減少した。

放射エネルギーの大部分は尿で排泄され (最大約 88%)、少量が糞で排泄された (16% 未満)。雌は雄よりもわずかに高い尿排泄率を示した。投与 1 日後、回収された放射エネルギーの約 90% 以上が排泄されており、2 日後には排泄がほぼ終了した。呼気中の $^{14}\text{CO}_2$ は 0.2-0.4% であった。

表3 雄ラット (試験群2) における血液及び各臓器の等量濃度 [μg 有効成分等量/g]

	動物番号							
	906	907	908	909	910	911	912	913
	採取時間 [投与後時間]							
	1 h	4 h	8 h	24 h	48 h	72 h	120 h	168 h
血液	5.397	0.284	0.207	0.041	0.008	< LOQ	< LOQ	< LOQ
肝臓	11.153	0.715	0.458	0.095	0.037	0.019	0.016	0.007
腎皮質	9.287	0.369	0.169	0.026	0.008	0.005	0.006	< LOQ
腎髄質	16.302	0.705	0.353	0.060	0.016	0.013	0.012	< LOQ
腎臓 計	12.795	0.537	0.261	0.043	0.012	0.009	0.009	< LOQ
褐色脂肪	1.710	0.076	0.070	0.014	---	---	---	---
腎脂肪	0.409	0.041	0.025	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---	---
骨格筋	0.602	0.044	0.027	0.006	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
心筋	2.301	0.118	0.076	0.015	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
肺	2.188	0.121	0.117	0.019	0.006	< LOQ	< LOQ	< LOQ
脾臓	0.716	0.048	0.031	0.006	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
膵臓	0.890	0.060	0.039	0.008	---	< LOQ	< LOQ	---
骨髄	1.065	0.053	0.041	0.008	---	---	---	---
精巣	0.986	0.080	0.052	0.011	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
脳	0.113	0.010	0.007	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
脊髄	0.151	0.013	0.008	< LOQ	< LOQ	---	---	---
下垂体	1.308	0.067	0.045	0.011	---	---	---	---
松果体	1.458	0.074	0.062	0.014	---	---	---	---
副腎	2.434	0.116	0.088	0.015	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
胸腺	0.741	0.039	0.030	0.006	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
甲状腺	1.788	0.113	0.063	0.017	---	---	< LOQ	---
唾液腺	1.615	0.086	0.063	0.014	< LOQ	< LOQ	---	---
鼻粘膜	0.509	0.053	0.030	0.012	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
硝子体	0.184	0.040	0.014	< LOQ	< LOQ	---	---	---
ハーダー腺	1.331	0.086	0.083	0.011	---	---	---	---

--- : 臓器あるいは組織はラット切片中に視認できるがラジオルミノグラフ中で識別できない
 イタリック : 各臓器における最大等量濃度値をイタリック及び太字で示した。

表4 雌ラット（試験群3）における血液及び各臓器の等量濃度[μg 有効成分等量/g]

	動物番号							
	915	916	917	918	919	920	921	922
	採取時間 [投与後時間]							
	1 h	4 h	8 h	24 h	48 h	72 h	120 h	168 h
血液	1.922	0.427	0.199	0.019	0.007	0.007	< LOQ	< LOQ
肝臓	5.834	2.021	1.032	0.042	0.013	0.010	< LOQ	< LOQ
腎皮質	4.092	0.998	0.429	0.016	0.005	0.004	< LOQ	< LOQ
腎髄質	8.138	1.735	0.750	0.029	0.010	0.007	< LOQ	< LOQ
腎臓 計	6.115	1.366	0.589	0.023	0.008	0.006	< LOQ	< LOQ
褐色脂肪	2.972	0.757	0.277	0.009	---	---	---	---
腎脂肪	1.760	0.576	0.232	0.009	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
骨格筋	0.894	0.274	0.120	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
心筋	1.904	0.558	0.235	0.009	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
肺	1.198	0.238	0.121	0.013	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
脾臓	1.001	0.292	0.133	0.006	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
膵臓	1.911	0.565	0.240	0.008	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
骨髄	0.878	0.233	0.100	---	---	---	---	---
卵巣	1.674	0.504	0.219	0.008	< LOQ	< LOQ	---	---
子宮	1.687	0.414	0.170	0.022	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
脳	0.982	0.266	0.110	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
脊髄	1.184	0.305	0.123	< LOQ	---	---	---	---
下垂体	1.634	0.476	0.177	---	---	---	---	---
松果体	1.651	0.368	0.148	---	---	---	---	---
副腎	2.784	0.791	0.374	0.011	< LOQ	---	---	---
胸腺	1.025	0.291	0.127	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---	< LOQ
甲状腺	1.703	0.538	0.215	0.013	---	---	< LOQ	---
唾液腺	1.971	0.553	0.228	0.008	< LOQ	< LOQ	---	---
鼻粘膜	1.498	0.605	0.262	0.076	0.083	0.045	0.030	0.014
硝子体	0.455	0.216	0.107	0.015	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---
ハーダー腺	1.911	0.653	0.285	0.015	< LOQ	< LOQ	< LOQ	---

---： 臓器あるいは組織はラット切片中に視認できるがラジオルミノグラフ中で識別できない
 イタリック： 各臓器における最大等量濃度値をイタリック及び太字で示した。

表5 各臓器の最大濃度及び血中濃度に対する比 (投与1時間後)

雄ラット (試験群2)			雌ラット (試験群3)		
	最大濃度	血中濃度に対する比		最大濃度	血中濃度に対する比
血液	5.397	1.00	血液	1.922	1.00
肝臓	11.153	2.07	肝臓	5.834	3.04
腎皮質	9.287	1.72	腎皮質	4.092	2.13
腎髄質	16.302	3.02	腎髄質	8.138	4.23
腎臓 計	12.795	2.37	腎臓 計	6.115	3.18
褐色脂肪	1.710	0.32	褐色脂肪	2.972	1.55
腎脂肪	0.409	0.08	腎脂肪	1.760	0.92
骨格筋	0.602	0.11	骨格筋	0.894	0.47
心筋	2.301	0.43	心筋	1.904	0.99
肺	2.188	0.41	肺	1.198	0.62
脾臓	0.716	0.13	脾臓	1.001	0.52
膵臓	0.890	0.16	膵臓	1.911	0.99
骨髄	1.065	0.20	骨髄	0.878	0.46
精巣	0.986	0.18	卵巣	1.674	0.87
			子宮	1.687	0.88
脳	0.113	0.02	脳	0.982	0.51
脊髄	0.151	0.03	脊髄	1.184	0.62
下垂体	1.308	0.24	下垂体	1.634	0.85
松果体	1.458	0.27	松果体	1.651	0.86
副腎	2.434	0.45	副腎	2.784	1.45
胸腺	0.741	0.14	胸腺	1.025	0.53
甲状腺	1.788	0.33	甲状腺	1.703	0.89
唾液腺	1.615	0.30	唾液腺	1.971	1.03
鼻粘膜	0.509	0.09	鼻粘膜	1.498	0.78
硝子体	0.184	0.03	硝子体	0.455	0.24
ハーダー腺	1.331	0.25	ハーダー腺	1.911	0.99

血中濃度以上の濃度を示した比を太字で示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 6 呼気、尿及び糞への累積排泄量

6a: 雄ラット (試験群 2)

動物番号	投与量に対する% (累積値)							
	906	907	908	909	910	911	912	913
	採取時間 [投与後時間]							
	1h	4h	8h	24h	48h	72h	120h	168h
呼気	24 h				0.28	0.18	0.30	0.29
	48 h				0.33	0.20	0.34	0.32
尿	1 h	8.21						
	4 h		40.77		18.98	41.56	53.53	55.20
	8 h			58.07	62.86	42.12	65.21	55.54
	24 h			68.58	77.56	81.49	76.00	78.96
	48 h					82.29	76.56	79.46
	72 h						76.63	79.52
	96 h							79.72
	120 h							79.76
糞	24 h	*	*	*	20.24	11.88	15.90	17.90
	48 h					13.14	16.67	18.42
	72 h						16.78	18.51
	96 h							18.56
	120 h							18.58
	144 h							
	168 h							
	合計	8.21	40.77	68.58	97.79	95.75	93.61	98.68

6b: 雌ラット (試験群 3)

動物番号	投与量に対する% (累積値)							
	915	916	917	918	919	920	921	922
	採取時間 [投与後時間]							
	1h	4h	8h	24h	48h	72h	120h	168h
呼気	24 h				0.16	0.22	0.19	0.31
	48 h				0.19	0.24	0.22	0.35
尿	1 h	6.24						
	4 h		34.07		54.51	45.11	48.47	48.38
	8 h			55.83	56.53	63.50	66.51	58.71
	24 h			72.04	86.44	85.83	84.52	87.29
	48 h					86.94	85.11	87.94
	72 h						85.30	88.13
	96 h							88.20
	120 h							88.25
糞	24 h	*	*	*	12.78	11.60	12.06	11.36
	48 h					12.90	13.09	12.44
	72 h						13.16	12.51
	96 h							12.55
	120 h							12.57
	144 h							
	168 h							
	合計	6.24	34.07	72.04	99.22	100.03	98.70	101.04

*: 糞を採取せず。

2. 植物代謝

(1) [¹⁴C] トリアファモンの水稲における代謝試験

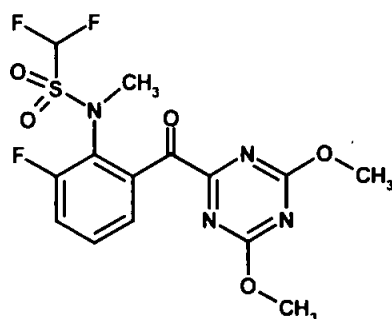
(資料：代-5)

[GLP 対応]

報告書作成年：2012 年

供試標識化合物： ¹⁴C 標識-トリアファモン

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジメトキシ-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]-
1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンスルホンアミド*

比放射能：

放射化学的純度：

化学的純度：

標識位置の設定理由：

供試植物：

水稲 (品種：日本晴) の 4-5 葉期の苗を砂壤土を充填した栽培容器 (表面積約 0.5m²) に約 110 本/m² (11 植穴/容器、5 本/植穴) となるように移植し、湛水して温室内で収穫まで栽培した。

方法：

処理溶液の調製：

フェニル ¹⁴C 標識 トリアファモンをアセトニトリルに溶解した保存溶液から一部を採取し、水 100.5mL を添加して早期処理用の処理溶液を調製した。後期処理用の処理溶液は保存溶液の一部を採取し、フロアブル製剤白試料と混合し、水で希釈して散布溶液を調製した。

処理及び採取：

1 回処理の C 区 (早期：水面処理) と 2 回処理の D 区 (早期：水面処理 + 後期：散布

処理)を設定した。早期処理 (C区及びD区)は、移植22日後に処理溶液をピペットを用いて水層に49g/ha相当で処理した。後期処理 (D区)は処理溶液をハンドスプレーヤーを用いて稲茎葉に52g/ha相当で散布処理した。予定されている実際の圃場処理量は1回あたり有効成分50g/haであり、同様の処理量を当試験において設定した。

表1 各試験区における処理方法及び処理量等

	処理時期	処理部位及び 処理方法	処理量	処理回数
C区	移植22日後 (早期)	水面処理	49g/ha	1回
D区	移植22日後 (早期)	水面処理	49g/ha	2回 (水面施用1回+ 茎葉散布1回)
	移植50日後 (後期)	茎葉散布	52g/ha	

葉の溢泌液及び茎葉は後期処理の前に採取した。両試験区のもみ及びわらは収穫時に採取し、もみはもみがらと玄米に前処理中に分画した。

表2 処理日及び試料採取時期

処理/採取試料	C区 (水面処理)	D区 (水面処理+ 茎葉散布)	水面処理からの経過日数		生育段階
移植	2010年3月31日		-22		5-6葉期
水面施用	4月22日	4月22日	0		分けつ期
溢泌液の採取	第1回:4月23日~5月7日		1~15		-
	第2回:5月10日~5月20日		18~28		-
茎葉 (青刈り) の 採取	5月11日		19		幼穂分化直前
茎葉散布 処理	---	5月20日	---	37	幼穂形成期
収穫期試料の採取 (わら、玄米、も みがら)	8月27日	8月31日	127	131	成熟期

抽出・精製・分析

試料はアセトニトリル・水混液 (1/1) 及び (8/2) を用いて、それぞれ1回及び3~4回磨砕抽出し、遠心分離して抽出液と残渣に分けた。残渣は風乾後に燃焼しLSC測定した。抽出液はC18 固相抽出を用いて精製し、通過液及びアセトニトリル・水混液による洗浄液を集めて濃縮した。LSC、放射能クロマトグラフ (HPLC) 及びスペクトル分析 (LC-MS、¹H-NMR) 法により分析した。

【結果】

各採取試料における総放射能残留量は、玄米において1回処理で0.014 mg/kg、2回処理では0.028 mg/kgであった。もみがらでは、0.182 mg/kg (1回処理)、0.322 mg/kg (2回処理)であり、わらでは、1.016 mg/kg (1回)、3.342 mg/kg (2回)、茎葉試料では0.198 mg/kgであった。1回処理における残留量は2回処理の約1/3~1/2であった。

表3 各試料における総放射能残留量 (TRR) - [⁻¹⁴C] トリアファモン

容器番号	処理日 [移植後 日数]	採取日	TRR [mg/kg]			
			茎葉*) (青刈り)	わら	もみがら#)	玄米
C区 (1回 処理)	22日後	茎葉：処理19日後	0.198	1.016	0.182	0.014
		わら、もみがら、玄米： 処理127日後				
D区 (2回 処理)	22日後 及び 50日後	わら、もみがら、玄米： 最終処理103日後		3.342	0.322	0.028

*) 早期処理後に採取した混合茎葉試料 (C/D区の両方から)

#) 燃焼/LSCによる¹⁴C-測定

代謝物 (表4)

溢泌液、茎葉、わら、玄米試料の代謝物を確認した。トリアファモンの他に、

の4種の代謝物が同定され、その他に10種の未同定代謝物が認められた。以下に各試料ごとの代謝物を示した。

溢泌液：トリアファモンは検出されず、

が認められた。

は1回

目の試料にしか認められなかった。

茎葉：

が54.6% (0.108 mg/kg) で最も主要な代謝物であった。

(17.7%、0.035 mg/kg)、

(4.8%、

0.010 mg/kg) が認められた。

わら：1回処理では、

が43.0% (0.437 mg/kg)、

(13.6%、0.138 mg/kg)、トリアファモン (2.6%)、

(4.8%)、

(8.3%) が認められた。2回処理では、主要代

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

謝物は (40.3%、1.346 mg/kg)、トリアファモン (18.2%、0.608 mg/kg) であり、少量代謝物として (5.5%)、 (5.0%)、 (7.9%) であった。

玄米：1回処理、2回処理とも (1回：50.1%、0.007 mg/kg)。(2回：58.3%、0.016 mg/kg) のみが認められた。

が最も主要な代謝物であり全分析試料で TRR の 40%以上認められた。
は茎葉及びわら (1回処理) で主要代謝物として検出された。トリアファモンは2回処理わらの主要成分として、また1回処理わらの少量成分であった。さらに少量である
が認められた。

[^{14}C] トリアファモンの水稻における主要な代謝反応は以下の通りであった。

図1に推定代謝経路を示した。

表4 各代謝物の残留量 - [¹⁴C]トリアファモン水稻代謝試験

	1回処理 (水面処理)						2回処理 (水面+散布処理)			
	茎葉 (処理 19 日後)		わら (処理 127 日後)		玄米 (処理 127 日後)		わら (処理 103 日後)		玄米 (処理 103 日後)	
TRR[mg/kg]	0.198		1.016		0.014		3.342		0.028	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
トリアファモン [I]	---	---	2.6	0.027	---	---	18.2	0.608	---	---
同定 計	77.1	0.152	72.3	0.734	50.1	0.007	76.9	2.570	58.3	0.016
未同定 10 種 計	19.3 ^{A)}	0.038	24.1 ^{B)}	0.245	---	---	13.9 ^{C)}	0.465	---	---
分析した抽出物	96.4	0.191	96.4	0.979	50.1	0.007	90.8	3.035	58.3	0.016
抽出 計	96.4	0.191	96.4	0.979	50.1	0.007	90.8	3.035	58.3	0.016
抽出残渣	3.6	0.007	3.6	0.037	49.9	0.007	9.2	0.307	41.7	0.012
計	100.0	0.198	100.0	1.016	100.0	0.014	100.0	3.342	100.0	0.028

A) 単一ピークの最大値は 8.3%、B) 単一ピークの最大値は、5.8%、C) 単一ピークの最大値は 3.0%

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

図1 [^{14}C] トリアファモンの水稻における推定代謝経路

(2) [¹⁴C] トリアファモンの水稻における代謝試験

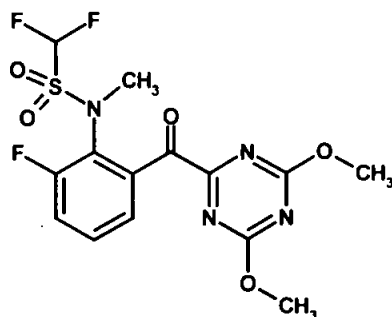
(資料：代-6)

[GLP]

報告書作成年：2012年

供試標識化合物

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジメトキシ-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]-
1,1,6-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホンアミド*

比放射能：

放射化学的純度：

化学的純度：

標識位置の設定理由：

供試植物：

水稻(品種：日本晴)の4-5葉期の苗を砂壤土を充填した栽培容器(表面積約0.5m²)に約110本/m²(11植穴/容器、5本/植穴)となるように移植し、湛水して温室内で収穫まで栽培した。

方法：

処理溶液の調製：

¹⁴C標識トリアファモンをアセトニトリルに溶解した保存溶液から一部を採取し、水100.5mLを添加して早期処理用の処理溶液を調製した。後期処理用の処理溶液は保存溶液の一部を採取し、フロアブル製剤白試料と混合し、水で希釈して散布溶液を調製した。

処理及び採取：

1回処理のA区(早期：水面処理)と2回処理のB区(早期：水面処理+後期：散布)

処理)を設定した。早期処理(A区及びB区)は、移植22日後に処理溶液をピペットを用いて水層に48~49g/haで処理した。後期処理(B区)は処理溶液をハンドスプレーヤーを用いて稲茎葉に46g/haで散布処理した。予定されている実際の圃場処理量は1回あたり有効成分50g/haであり、同様の処理量を当試験において設定した。

表1 各試験区における処理方法及び処理量等

	処理部位及び 処理方法	処理時期	処理量	処理回数
A区	水面処理	移植22日後 (早期処理)	48g/ha	1回
B区	水面処理	移植22日後 (早期処理)	49g/ha	2回 (水面処理1回+ 茎葉散布処理1回)
	茎葉散布	移植50日後 (後期処理)	46g/ha	

葉の溢泌液及び茎葉は後期処理の前に採取した。両試験区のもみ及びわらは収穫時に採取し、もみがらは玄米の前処理中に分画した。

表2 処理日及び試料採取時期

処理/採取試料	A区 (水面処理)	B区(水面処理+ 茎葉散布)	水面処理から の経過日数		生育段階
移植	2010年3月31日		-22		5-6葉期
水面施用	4月22日	4月22日	0		分けつ期
葉の溢泌液の採取	第1回:4月23日~5月7日		1~15		-
	第2回:5月10日~5月20日		18~28		-
茎葉(青刈り)の 採取	5月11日		19		幼穂分化直前
茎葉散布処理	---	5月20日	---	28	幼穂形成期
収穫期試料(わら、 玄米、もみがら)	8月31日	8月27日	131	127	成熟期

抽出・精製・分析

試料はアセトニトリル・水混液(1/1)及び(8/2)を用いて、それぞれ1回及び3~4回磨砕抽出し、遠心分離して抽出液と残渣に分けた。残渣は風乾後に燃焼しLSC測定した。抽出液はC18 SPEを用いて精製し、通過液及びアセトニトリル・水混液による洗浄液を集めて濃縮した。LSC、放射能クロマトグラフ(HPLC)及びスペクトル分析(LC-MS、¹H-NMR)法により分析した。

【結果】

各採取試料における総放射能残留量は、玄米において1回処理で0.027 mg/kg、2回処理では0.072 mg/kgであった。もみがらでは、0.199 mg/kg (1回処理)、0.623 mg/kg (2回処理)であり、わらでは、1.304 mg/kg (1回処理)、5.100 mg/kg (2回処理)、茎葉試料では0.334 mg/kgであった。1回処理における残留量は2回処理の約1/3であった。

表3 各試料における総放射能残留量 (TRR) - [¹⁴C] トリアファモン

容器番号	処理日 [移植後 日数]	採取日	TRR [mg/kg]			
			茎葉 [*]	わら	もみがら ^{#)}	玄米
A区 (1回 処理)	22日後	茎葉 (青刈り): 処理19日後 わら、もみがら、玄米: 処理131日後	0.334	1.304	0.199	0.027
B区 (2回 処理)	22日後 及び 50日後	わら、もみがら、玄米: 最終処理99日後		5.100	0.623	0.072

^{*}) 早期処理後に採取した混合茎葉試料 (A/B区の両方から)

^{#)} 燃焼/LSCによる¹⁴C-測定

代謝物

溢泌液、茎葉、わら、玄米試料の代謝物を確認した。

トリアファモンの他に、

の4種の代謝物が同定され、その他に12種の

未同定代謝物が認められた。

溢泌液：トリアファモン [I] は検出されず、

が最も主要な代謝物で

あった。その他に、

が

認められた。

は第1回試料にしか認められなかった。

茎葉：

が61.2% (0.204 mg/kg) で最も主要な代謝物であった。

(16.2%、0.054 mg/kg) が認められた。

わら：1回処理では、

が42.0% (0.548 mg/kg)、

(14.5%、0.189 mg/kg)、トリアファモン [I] (2.6%)、

(8.0%)、

(8.9%) が認められた。2回処理では、主要代

謝物は

(39.5%、2.016 mg/kg)、トリアファモン [I] (15.0%、0.764

mg/kg)であり、少量代謝物として (8.7%)、
(5.7%)、 (8.6%) が認められた。

玄米：1回処理では、 が 28.5% (0.008 mg/kg)、
が 24.3% (0.006 mg/kg) 認められた。2回処理では、 が 64.6% (0.047
mg/kg)、 が 18.5% (0.013 mg/kg) 認められた。

2回処理試料の総残留量は、1回処理よりも約3から4倍高かった（わら、玄米及びもみ殻）が、後期の散布処理による影響であった。玄米の総残留量は両方の処理区で低かった (<0.08 mg/kg)。最も重要な代謝物は であつた。親化合物はわら試料のみに認められた。

[⁻¹⁴C]トリアファモンの水稻における主要な代謝反応は以下の通りであつた。

図1に推定代謝経路を示した。

表 4 各代謝物の残留量

	1 回処理 (水面処理)						2 回処理 (水面+散布処理)			
	茎葉 (処理 19 日後)		わら (処理 131 日後)		玄米 (処理 131 日後)		わら (処理 99 日後)		玄米 (処理 99 日後)	
TRR [mg/kg]	0.334		1.304		0.027		5.100		0.072	
	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg	%TRR	mg/kg
トリアファモン [I]	---	---	2.6	0.034	---	---	15.0	0.764	---	---
同定 計	77.4	0.259	76.1	0.992	52.8	0.014	77.5	3.954	83.2	0.060
未同定 (特性化) 10 種 計	20.0 ^{A)}	0.067	14.9 ^{B)}	0.195	---	---	13.9 ^{C)}	0.708	---	---
分析した抽出物	97.4	0.326	91.0	1.187	52.8	0.014	91.4	4.662	83.2	0.060
抽出 計	97.4	0.326	91.0	1.187	52.8	0.014	91.4	4.662	83.2	0.060
抽出残渣	2.6	0.009	9.0	0.117	47.2	0.013	8.6	0.438	16.8	0.012
計	100.0	0.334	100.0	1.304	100.0	0.027	100.0	5.100	100.0	0.072

A) 単一ピークの最大値は 9.1%、B) 単一ピークの最大値は 2.9%、C) 単一ピークの最大値は 2.2%

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

図1 [^{-14}C] トリアファモンの水稲における推定代謝経路

3. 土壤中動態試験

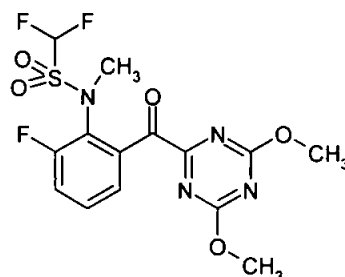
(1) [¹⁴C] 標識トリアファモンの好氣的湛水土壤中動態試験

(資料：代-7)

報告書作成年： 2012 年

供試標識化合物： ¹⁴C 標識トリアファモン

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジ'メキシ-1,3,5-トリアジ'ン-2-イル)カルボ'ニル]

-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホニアリト'

比放射能量：

放射化学的純度：

化学的純度：

供試土壌：

2010年4月に採取したイタリアの水田土壌を用いた。以下に土壌の物理化学的性質を記載する。

土壌名称	Sartirana Lomellina			
採取場所	イタリア Pavia	有機炭素含有量	1.7%	
土性	砂壤土	陽イオン交換容量	6.7meq/100g	
砂 [50 μm-2 mm]	61%	pH	CaCl ₂	6.0
シルト [2 μm-50 μm]	28%		水	6.2
粘土 [<2 μm]	11%		1N KCl	5.7

【方法】

試験溶液の調製

^{14}C -標識トリアファモン標準品をアセトニトリルに溶解し、 3.79MBq/mL ($=1\text{ mg/mL}$) の保存溶液を調製した。この保存溶液 0.7mL を採取し、一旦乾固した後、メタノール/水 1/1 混液 14mL に溶解し、 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$ の処理溶液を調製した。

処理の方法

土壌 100g (乾土重) を円柱状のフラスコへ秤量して脱イオン水 100mL を添加し (土壌約 5 cm 、水約 3.5 cm)、暗黒下 $25\pm 2^\circ\text{C}$ で 15 日間プレインキュベーションし、土壌の還元電位が 200mV 未満になったことを確認した。

処理溶液 $400\text{ }\mu\text{L}$ をピペットを用いて水層に処理し、トリアファモン $200\text{ }\mu\text{g/kg}$ 乾土の処理量とした。処理後、水と土壌をステンレス棒を用いて十分に攪拌し、暗黒下に $25\pm 2^\circ\text{C}$ でインキュベーションした。

処理量の設定根拠

トリアファモンの1回当たりの予定圃場使用量は 50g/ha であるが、分析上の理由から、4倍量とし、土壌の比重を 1.0g/cm^3 、 10 cm の深さまで均一に分布するとして計算し、処理量を 0.2 mg/kg (乾土重) とした。

採取時期

2反復の試料を0、1、2、3、6、14、28、62、100及び182日後に採取した。0日後の試料は処理約1.5時間後に分析前処理した。

分析方法

1) 水及び土壌

採取した試料は揮発性物質の捕集管を取り外した後、水のpH、還元電位、酸素含有量、及び土壌の還元電位を測定した後、傾斜して水を採取した後、遠心分離して上清を得た。上清はLSCによる放射エネルギーの測定及びHPLC-MS(/MS)による分析を行った。

土壌はアセトニトリル/水 (4/1、v/v) 混液を用いて、室温で3回抽出し、その後マイクロウェーブ抽出 (70°C) を1回行った。抽出液はLSCによる放射エネルギーの測定、及びHPLC-MS(/MS)による分析を行った。抽出後の土壌は風乾し、燃焼してLSC測定を行い未抽出残渣の放射エネルギーを測定した。DAT-182の試料を用いてフミン物質の分画を行うことで特性付した。

2) 揮発性物質 (ポリエチレンフォーム及びソーダライム)

ポリエチレンフォームは酢酸エチルを用いて抽出し揮発性有機物として、ソーダラ

イムは 18%塩酸を用いて二酸化炭素を遊離させ、シンチレーションカクテルで吸収し LSC 測定した。

【結果】

1) 分布及び物質収支

水、土壌、揮発性物質、及び全体における物質収支を表 1 に示した。

全体の物質収支は 99.2 から 106.6%の範囲であり、平均で 103.9%と良好であった。

0 日後の放射能の分布は、水 76.0%、土壌 27.7%であった。水層の放射エネルギーは経時的に減少し、6 日後には 53.2%、182 日後には 22.7%となった。時間の経過とともに土壌の放射エネルギーは増加し、14 日後までは比較的速やかに増加して 69.3%となり、62 日後で 79.2%、182 日後でも 79.6%であった。未抽出残渣は実験終了時で 16.9%であった。

二酸化炭素が実験終了時に最大 3.3%認められたが、その他の揮発性有機物質は全ての採取時点で $\leq 0.1\%$ であった。

2) 代謝物

トリアファモンの他に 10%以上の分解物が 3 種類 ()、より少量の分解物が 2 種類 () 同定された。経時的な変化を表 2 及び図 1 に示した。

トリアファモン[I]は 0 日の 102.6%から速やかに分解し、6 日後には 49.8%、実験終了時 (182 日後) には 1.6%となった。これに伴い、 が生成し、1 日後に 10.5%、14 日後には 80.5%まで増加し、終了時には 36.3%に減少し、主分解物であった。 は 6 日後から認められ (2.3%)、62 日後に 11.1%で最大値となり、終了時 (182 日後) には 6.8%に減少した。

は 14 日後から認められ始め (1.4%)、増加して終了時に 15.6%であった。

及び は共に 62 日後から認められ、終了時にはそれぞれ 6.8%、及び 3.9%であった。未同定放射能は終了時に 12.6%であった。

未抽出残渣をフミン、フミン酸、フルボ酸の 3 画分に分画し、特徴付けを行った (表 3)。フルボ酸画分に最も多くの未抽出残渣が分画された。

表1 [^{14}C] トリアファモンの好氣的湛水土壌中動態試験における物質収支 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	28	62	100	182
水		76.0	69.5	68.8	67.0	53.2	35.4	30.1	25.7	23.4	22.7
土壌	土壌 (室温抽出)	26.2	30.2	31.2	32.2	41.9	55.9	57.4	58.1	52.9	56.3
	土壌 (マイクロウェーブ抽出)	0.9	1.4	1.9	1.9	2.7	4.4	5.6	7.0	6.6	6.4
	抽出計	27.1	31.6	33.1	34.1	44.6	60.4	63.0	65.1	59.6	62.7
	未抽出残渣	0.6	1.7	2.4	3.0	4.5	8.9	13.2	14.1	15.1	16.9
土壌計 ¹⁾		27.7	33.3	35.5	37.1	49.1	69.3	76.2	79.2	74.7	79.6
水・土壌計 ¹⁾		103.7	102.8	104.3	104.2	102.4	104.7	106.3	104.8	98.1	102.3
揮発性放射能	$^{14}\text{CO}_2$	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.9	1.1	3.3
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	小計	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.3	0.9	1.1	3.3
合計		103.7	102.8	104.3	104.2	102.4	104.8	106.6	105.7	99.2	105.6

1) 申請者算出。土壌計=抽出計+未抽出残渣。 水・土壌計=合計-揮発性放射能小計。

表2 [⁻¹⁴C] トリアファモン及び代謝分解物の好氣的湛水土壤における経時変化 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	28	62	100	182
トリアファモン [I]	水	75.8	67.4	64.5	61.1	39.0	3.3	2.2	3.2	1.8	<LOD
	土壤	26.8	23.2	17.9	16.4	10.8	3.9	2.6	2.1	1.4	1.6
	計	102.6	90.6	82.4	77.6	49.8	7.2	4.9	5.3	3.3	1.6

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界 (水で 0.4%TAR 以下、土壤で 0.7%TAR 以下)。試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、希釈倍数によって各試料で算出が必要であり、<LOD は計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=2.1%TAR) に設定した。

表2 (続) [¹⁴C] トリアファモン及び代謝分解物の好氣的湛水土壌における経時変化 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	28	62	100	182
未同定放射能	水 ¹⁾	<LOD	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	1.4	3.2	5.1
	土壌 ²⁾	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	n. d.	1.8	n. d.	2.5	7.5
	計	<LOD	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	1.8	1.4	5.7	12.6
抽出放射能 計	水	75.8	69.5	68.8	67.0	52.7	34.6	29.5	24.5	22.7	21.5
	土壌	26.8	31.6	32.9	33.8	44.2	60.4	62.8	65.1	57.7	62.0
	計	102.6	101.1	101.7	100.8	96.9	95.0	92.2	89.6	80.4	83.5
¹⁴ CO ₂		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.9	1.1	3.3
揮発性有機物		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣		0.6	1.7	2.4	3.0	4.5	8.9	13.2	14.1	15.1	16.9
総回収率		103.2	102.8	104.1	103.8	101.4	103.9	105.7	104.6	96.5	103.7

1) 水相の未同定放射能は最大5成分、1成分の最大値はどの時点においても1.6%を超えない。

2) 土壌中の未同定放射能は最大5成分、1成分の最大値はどの時点においても2.4%を超えない。

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、希釈倍数によって各試料で算出が必要であり(水で0.4%TAR以下、土壌で0.7%TAR以下)、<LODは計算に用いていないため、表中に数値は示さない。ただし、LODとLOQの間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQは最大のLODの3倍(=2.1%TAR)に設定した。

表3 処理182日後試料における未抽出残渣の特性化[処理放射能に対する% (%TAR)]

フミン画分	フミン酸画分	フルボ酸画分
4.8	1.4	10.8

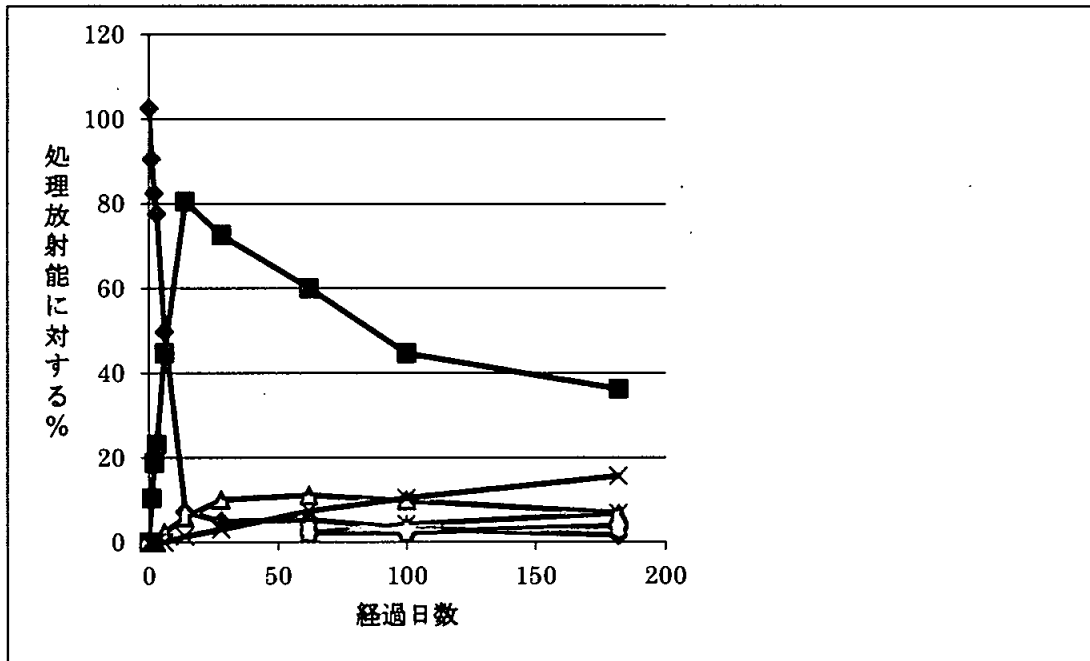


図1 [¹⁴C] トリアファモン及び代謝分解物の好氣的湛水土壤における経時変化

トリアファモンの DT₅₀ 及び DT₉₀

トリアファモンの DT₅₀ は水において 5.3 日、土壤も含めた系全体において 5.1 日、DT₉₀ はそれぞれ 17.5 及び 17.0 日であった。

表4 [¹⁴C] トリアファモンの好氣的湛水土壤における DT₅₀ 及び DT₉₀

	DT ₅₀ [日]	DT ₉₀ [日]
水	5.3	17.5
系全体	5.1	17.0

トリアファモンの代謝経路

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

^{14}C 標識トリアファモンの好氣的湛水土壌における推定代謝経路を図 2 に示した。

図 2 [^{14}C] トリアファモンの好氣湛水土壌中動態試験における推定分解経路

(2) [¹⁴C] 標識トリアファモンの好氣的湛水土壤中分解動態

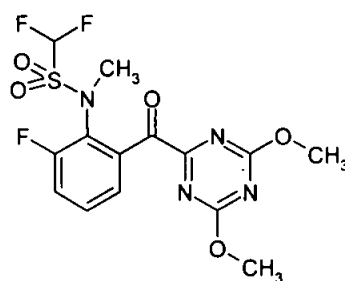
(資料：代-8)

[GLP]

報告書作成年： 2012年

供試標識化合物： ¹⁴C 標識トリアファモン

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジメトキシ-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]

-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホニアリド

放射化学的純度：

化学的純度：

比放射能量：

供試土壌：

2009年5月に採取したイタリアの水田土壌を用いた。以下に土壌の物理化学的性質を記載する。

土壌名称	Sartirana Lomellina			
採取場所	イタリア Pavia	有機炭素含有量	1.1%	
土性	壤土	陽イオン交換容量	8.3meq/100g	
砂 [50 μm-2 mm]	47%	pH	CaCl ₂	4.6
シルト [2 μm-50 μm]	32%		水	4.8
粘土 [<2 μm]	21%		1N KCl	4.3

【方法】

試験溶液の調製

^{14}C -標識トリアファモン標準品をアセトニトリルに溶解し、4.46 MBq/mL (=1 mg/mL) の保存溶液を調製した。この保存溶液 0.6 mL を採取し、一旦乾固した後、メタノール/水 1/1 混液 12 mL に溶解し、50 $\mu\text{g/mL}$ の処理溶液を調製した。

処理の方法

土壌 100g (乾土重) を円柱状のフラスコへ秤量して脱イオン水 100mL を添加し (土壌約 5 cm、水深約 3.5 cm)、暗黒下 $25\pm 2^\circ\text{C}$ で 21 日間プレインキュベーションし、土壌の還元電位が 200mV 未満になったことを確認した。

処理溶液 400 μL をピペットを用いて水層に処理し、トリアファモン 200 $\mu\text{g/kg}$ 乾土の処理量とした。処理後、水と土壌をステンレス棒を用いて十分に攪拌し、暗黒下に $25\pm 2^\circ\text{C}$ でインキュベーションした。

処理量の設定根拠

トリアファモンの 1 回当たりの予定圃場使用量は 50g /ha であるが、分析上の理由から、4 倍量とし、土壌の比重を 1.0g/cm^3 、10 cm の深さまで均一に分布するとして計算し、処理量を 0.2 mg/kg (乾土重) とした。

採取時期

2 反復の試料を 0、1、2、3、6、14、30、59、100 及び 174 日後に採取した。0 日後の試料は処理約 1.5 時間後に分析前処理した。

分析方法

1) 水及び土壌

採取した試料は揮発性物質の捕集管を取り外した後、水の pH、還元電位、酸素含有量、及び土壌の還元電位を測定した後、傾斜して水を採取し、遠心分離して上清を得た。上清は LSC による放射エネルギーの測定及び HPLC-MS(/MS) 及び UV による分析を行った。

土壌はアセトニトリル/水 (4/1、v/v) 混液 80mL を用いて、室温で 3 回振とう抽出し、更にアセトニトリル/水混液 80mL を用いたマイクロウェーブ抽出 (70°C) を 1 回行った。抽出液は LSC による放射エネルギーの測定、及び HPLC-MS(/MS) 及び UV による分析を行った。抽出後の土壌は風乾して燃焼し、LSC 測定を行い未抽出残渣の放射エネルギーを測定し、174 日後の試料を用いてフミン物質の分画を行うことで特性付した。

2) 揮発性物質 (ポリエチレンフォーム及びソーダライム)

ポリエチレンフォームは酢酸エチルを用いて抽出し揮発性有機物として、ソーダラ

イムは 18%塩酸を用いて二酸化炭素を遊離させ、シンチレーションカクテルで吸収し LSC 測定した。

【結果】

1) 分布及び物質収支

水、土壌、揮発性物質、及び全体における物質収支を表 1 に示した。

二酸化炭素が実験終了時に最大 21.2%認められた。その他の揮発性有機物質は 6 日後に 0.1%認められた他は、全ての採取時点で $\leq 0.1\%$ であった。

0 日後の放射能の分布は、水 85.8%、土壌 18.3%であった。水層の放射エネルギーは経時的に減少し、6 日後には 64.6%、174 日後には 24.1%となった。時間の経過とともに土壌の放射エネルギーは増加し、最大値は 30 日後で 47.8%、その後減少し 174 日後には 35.6%であった。未抽出残渣は 174 日後で 13.6%であった。

全体の物質収支は 94.5 から 104.2%の範囲であり、平均で 99.7%と良好であった。

2) 代謝物

トリアファモンの他に 10%以上の分解物 4 種類 () が同定された。経時的な変化を表 2 及び図 1 に示した。

トリアファモン[I]は 0 日の 103.5%から速やかに分解し、6 日後には 59.5%、実験終了時 (174 日後) には 1.4%となった。これに伴い、 が生成し、1 日後に 14.2%、14 日後には 75.5%まで増加し、終了時には 12.2%に減少し、主分解物であった。 は 6 日後から認められ (1.2%)、59 日後に 17.3%で最大値となり、終了時には 4.6%に減少した。 は 30 日後から認められ (1.6%)、試験終了時には 12.0%であった。

は 14 日後から認められ始め (0.7%)、終了時に 12.3%であった。

未同定放射能は終了時に 14.7%であった。

未抽出残渣をフミン、フミン酸、フルボ酸の 3 画分に分画し、特徴付けを行った (表 3)。フルボ酸画分に最も多くの未抽出残渣が分画された。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

表1 [¹⁴C]トリアファモンの好氣的湛水土壌中動態試験における物質収支 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	30	59	100	174
水		85.8	66.0	65.0	68.6	64.6	58.9	43.3	36.0	30.6	24.1
土壌	土壌 (室温抽出)	17.5	32.5	32.3	29.4	31.0	32.9	42.9	42.0	37.6	31.9
	土壌 (マイクロウェーブ抽出)	0.4	1.3	1.5	1.4	1.9	3.5	4.9	5.5	5.1	3.6
	土壌抽出 計	17.9	33.8	33.8	30.8	32.9	36.4	47.8	47.5	42.7	35.6
	未抽出残渣	0.4	1.4	1.8	1.9	2.2	4.5	8.8	12.9	14.1	13.6
	土壌 計 ¹⁾	18.3	35.2	35.6	32.7	35.1	40.9	56.6	60.4	56.8	49.2
水・土壌 計 ¹⁾		104.1	101.2	100.6	101.3	99.7	99.8	99.9	96.4	87.4	73.3
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	0.1	0.1	0.1	<0.1	0.1	0.4	1.1	9.6	21.2
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	小計	n. a.	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.4	1.1	9.6	21.2
合計		104.2	101.3	100.8	101.3	99.8	99.9	100.2	97.5	97.1	94.5

1) 申請者算出。土壌計=抽出計+未抽出残渣。 水・土壌計=合計-揮発性放射能小計。

表2 [¹⁴C] トリアファモン及び代謝分解物の好氣的湛水土壤における経時変化 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	30	59	100	174
トリアファモン [I]	水	85.8	63.6	60.7	62.9	49.9	12.9	2.9	5.2	3.1	1.1
	土壤	17.6	22.0	16.8	13.9	9.5	1.7	<LOD	<LOD	1.3	<LOD
	計	103.5	85.6	77.5	76.8	59.5	14.6	3.3	5.8	4.4	1.4

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、希釈倍数等によって各試料で算出が必要であり（水で0.3%TAR以下、土壤で0.6%TAR以下）、<LODは計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LODとLOQの間の値になる場合は、表に示し計算にも用いた。LOQは最大のLODの3倍（=1.8%TAR）に設定した。

表2 (続) [¹⁴C] トリアファモン及び分解物の好氣的湛水土壌における経時変化 [処理放射能に対する% (%TAR)]

		処理後日数									
		0	1	2	3	6	14	30	59	100	174
未同定放射能	水 ¹⁾	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	0.8	4.0	7.5	7.5
	土壌 ²⁾	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	0.7	0.6	2.0	6.4	7.2
	計	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	0.7	1.4	5.9	13.9	14.7
抽出放射能 計	水	85.8	66.0	65.0	68.6	63.8	57.5	42.4	35.5	28.8	22.8
	土壌	17.9	33.8	33.7	30.8	32.3	36.3	47.0	47.1	41.5	34.4
	計	103.8	99.8	98.7	99.3	96.2	93.8	89.4	82.6	70.3	57.1
¹⁴ CO ₂		n. a.	0.1	0.1	0.1	<0.1	0.1	0.4	1.1	9.6	21.2
揮発性有機物		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣		0.4	1.4	1.8	1.9	2.2	4.5	8.8	12.9	14.1	13.6
総回収率		104.2	101.3	100.6	101.3	98.4	98.3	98.6	96.6	94.0	91.9

1) 水相の未同定放射能は最大9成分で、1成分の最大値はどの時点でも3.4%を超えなかった。

2) 土壌の未同定放射能は最大9成分で、1成分の最大値はどの時点でも2.4%を超えなかった。

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、希釈倍数等によって各試料で算出が必要であり(水で0.3%TAR以下、土壌で0.6%TAR以下)、<LODは計算に用いていないため、表中に数値は示さない。ただし、LODとLOQの間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQは最大のLODの3倍(=1.8%TAR)に設定した。

表3 処理174日後の未抽出残渣の特性化[処理放射能に対する%]

フミン画分	フミン酸画分	フルボ酸画分
3.8	1.0	8.0

申請者が平均値を計算。

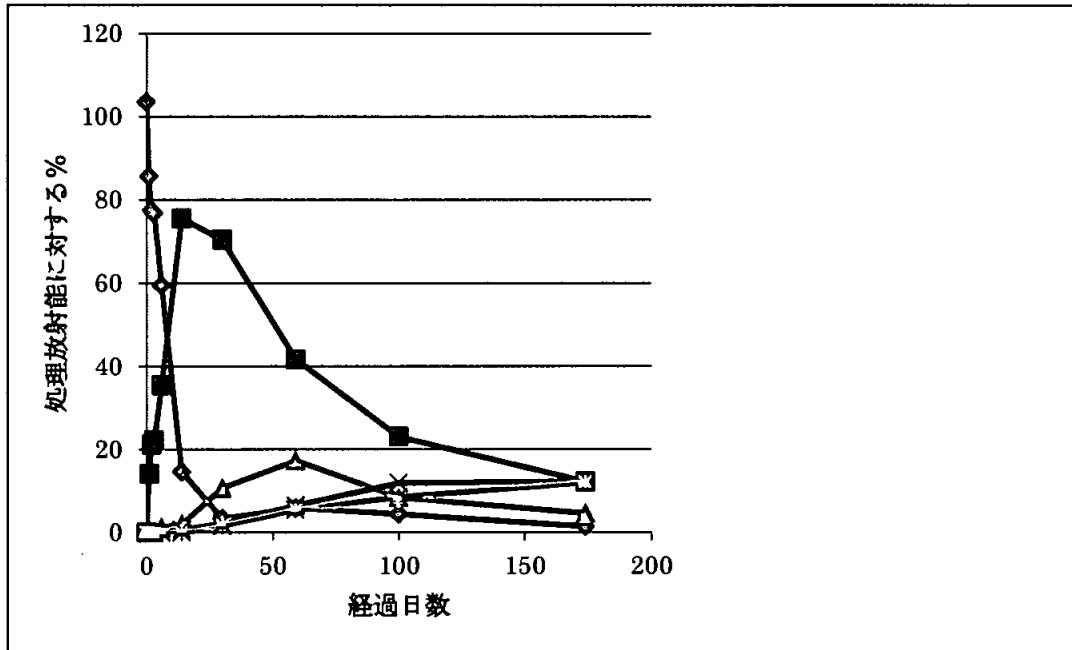


図1 [^{14}C トリアファモン及び代謝分解物の好氣的湛水土壌における経時変化

トリアファモンの DT_{50} 及び DT_{90}

トリアファモンの DT_{50} は水において 6.2 日、系全体において 6.0 日、 DT_{90} はそれぞれ 20.6 及び 19.8 日であった。

表4 [^{14}C トリアファモンの好氣的湛水土壌における DT_{50} 及び DT_{90}

	DT_{50} [日]	DT_{90} [日]
水	6.2	20.6
系全体	6.0	19.8

トリアファモンの推定分解経路

- ・ 二酸化炭素が生成し、無機化される。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

- ・未抽出残渣が生成する。

[¹⁴C]-トリアファモンの好氣的湛水土壌における推定分解経路を図2に示した。

図2 [¹⁴C]トリアファモンの好氣的湛水土壌における推定分解経路

(3) [¹⁴C] 標識トリアファモンの好氣的土壤中動態試験

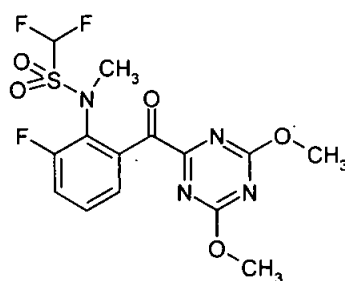
(資料：代-9)

[GLP]

報告書作成年： 2012年

供試標識化合物： ¹⁴C 標識トリアファモン

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジメチル-1,3,5-トリアジノン-2-イル)カルボニル]-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホンアニリド

放射化学的純度：

化学的純度：

比放射能量：

供試土壌：

	Laacher Hof Wurmwiese 土壌	Laacher Hof AXXa 土壌	Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌	Dollendorf II 土壌
土性	砂壤土	砂壤土	シルト質壤土	埴壤土
砂	53%	75%	27%	31%
シルト	30%	18%	56%	38%
粘土	17%	7%	17%	31%
pH 水	5.4	6.7	6.8	7.4
pH 1N KCl	4.8	6.4	6.4	7.1
pH CaCl ₂	5.2	6.5	6.7	7.3
有機物含量	3.4%	3.8%	4.3%	8.6%
有機炭素	2.0%	2.2%	2.5%	5.0%
陽イオン交換容量	10.8 meq/100g	9.8 meq/100g	14.3 meq/100g	20.6 meq/100g
最大含水量	55.7g H ₂ O/100g DW	49.0g H ₂ O/100g DW	59.8 g H ₂ O/100g DW	79.1g H ₂ O/100g DW
比重	1.15 g/cm ³	1.25 g/cm ³	1.11 g/cm ³	1.00 g/cm ³

【方法】

試験溶液の調製

^{14}C 標識トリアファモンをアセトニトリルに溶解して保存溶液とし、この保存溶液を採取して溶媒を揮発させ、残留物をメタノール/水 (1/1, v/v) に溶解し、 $67\ \mu\text{g/mL}$ の処理溶液を調製した。

処理の方法

300mL 容の三角フラスコに乾土 100g 相当量を入れ、脱イオン水を添加して最大含水量の $55\pm 5\%$ へ調整し、被験物質処理の 4~6 日前から 20°C に設定した気象チャンバー内で順化した。

処理溶液 $400\ \mu\text{L}$ を各順化した土壌へピペットを用いて添加した。揮発性物質の捕集管 (ソーダライム及びポリウレタン栓を充填) を取り付け、 $20\pm 2^\circ\text{C}$ の気象チャンバー内で暗黒下に静置した。

処理量の設定根拠

1 回あたりの最大圃場使用予定量は 50g/ha であるが、分析上の理由から、2 倍の処理量とし、土壌の比重 1.5g/cm^3 、 2.5 cm 深さへの均一分布として計算し、 $0.267\ \text{mg/kg}$ 乾土とした。

採取時期

処理後 0、0.08 (2 時間)、0.25 (6 時間)、1、2、3、6、13、21、41、64、91 及び 126 日後に 2 反復の試料を採取し前処理した。

試験容器を開ける前に、容器内に存在する可能性のある揮発性化合物を湿潤な空気を流して捕集管へ移動させた。0 日後試料では、揮発性物質の分析は行わなかった。

分析方法

土壌はアセトニトリル/水 (4/1) 80mL を用いて室温で 3 回振とう抽出し、遠心分離後上清を集め、残った土壌にアセトニトリル/水 (4/1) 80mL を添加してマイクロウェーブ抽出 (70°C) を 1 回行い、遠心分離して上清を集め、室温抽出液と混合した後、LSC、HPLC-MS、MS/MS、UV、TLC 分析した。抽出残渣の土壌は燃焼後に LSC 分析及びフミン、フミン酸及びフルボ酸画分への特性づけを行った。ソーダライムは 18% 塩酸を用いて CO_2 を遊離させ、LSC により定量した。ポリウレタン栓は酢酸エチル 50mL を用いて抽出し、LSC で放射エネルギーを測定した。

【結果】

1) 物質収支

各土壌の物質収支について表 1 に要約し、詳細は表 2a から表 2d に示した。全試験期間を通して、総回収率は 95.3~102.8%の範囲で良好であった。揮発性放射能は最大で 39.8%、未抽出残渣は最大で 28.8%であった。

表 1 物質収支の要約 (処理放射能に対する%)

	Laacher Hof Wurmwiese 土壌	Laacher Hof AXXa 土壌	Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌	Dollendorf II 土壌
総回収率 [%]	95.3 - 101.6	95.6 - 103.0	96.8 - 102.3	96.3 - 102.8
抽出放射能 [%]	39.4 - 99.8	57.1 - 102.0	57.0 - 100.8	46.6 - 100.8
揮発放射能最大値 [%]	39.8	21.8	16.1	21.0
未抽出残渣 [%]	1.2 - 17.3	1.0 - 17.6	1.5 - 23.8	2.0 - 28.8

揮発性放射能の内、 $^{14}\text{CO}_2$ は時間と共に増加し、終了時には最大で 28.8%であった。揮発性有機物は全ての採取時間で 0.1%未満であった。

抽出放射能は時間と共に減少し、試験終了時には 39.4~57.1%であった。
各土壌別の値を表 2a~2d に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 2a Laacher Hof Wurmwiese 土壌の物質収支 (%)

		処理後日数 (DAT)												
		0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.4	2.5	7.2	18.0	27.7	34.6	39.8
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.4	2.5	7.2	18.0	27.7	34.7	39.8
抽出放射能	常温抽出	96.1	94.8	92.7	95.6	93.8	93.3	91.0	85.8	77.0	60.3	49.3	40.0	35.4
	マイクロウェーブ抽出	3.7	3.9	3.7	4.2	4.7	4.7	5.5	6.3	6.4	5.8	4.3	4.1	4.0
	計	99.8	98.7	96.5	99.8	98.5	98.0	96.5	92.1	83.4	66.2	53.6	44.1	39.4
未抽出残渣		1.2	1.4	1.5	1.7	2.1	2.3	3.3	5.5	8.8	13.2	16.1	16.6	17.3
合計		100.9	100.1	98.0	101.6	100.6	100.5	100.2	100.1	99.4	97.4	97.4	95.3	96.5

物質収支 : 最低 95.3、最高 101.6、平均 99.1、RSD 1.9% ; n. a. : 分析せず

表 2b Laacher Hof AXXa 土壌の物質収支 (%)

		処理後日数 (DAT)												
		0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.5	1.6	4.9	7.0	15.5	21.8
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.5	1.6	4.9	7.1	15.5	21.8
抽出放射能	常温抽出	99.1	96.9	93.9	96.5	95.2	93.7	92.5	89.1	86.0	78.1	69.9	62.4	51.3
	マイクロウェーブ抽出	2.9	3.4	3.2	3.4	3.9	4.0	4.8	5.6	6.3	6.9	6.1	5.9	5.8
	計	102.0	100.3	97.2	99.9	99.1	97.7	97.3	94.6	92.3	85.0	76.0	68.3	57.1
未抽出残渣		1.0	1.1	1.1	1.4	1.7	2.0	2.8	4.2	6.6	10.0	12.5	15.3	17.6
合計		103.0	101.4	98.3	101.3	100.8	99.7	100.2	99.4	100.5	99.9	95.6	99.1	96.6

物質収支 : 最低 95.6、最高 103.0、平均 99.7、RSD 1.9% ; n. a. : 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 2c Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌の物質収支 (%)

		処理後日数 (DAT)												
		0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.5	1.4	3.8	7.1	11.1	16.1
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	0.1	0.1	0.2	0.5	1.4	3.8	7.1	11.1	16.1
抽出放射能	常温抽出	96.5	94.9	91.5	93.8	92.3	90.5	87.4	83.2	77.3	67.5	62.8	55.1	47.7
	マイクロウェーブ抽出	4.3	4.5	4.4	4.9	5.3	5.6	7.1	8.3	10.2	10.9	10.0	10.0	9.3
	計	100.8	99.4	95.9	98.6	97.6	96.1	94.5	91.5	87.4	78.4	72.8	65.1	57.0
未抽出残渣		1.5	1.7	1.8	2.2	2.6	3.2	5.0	7.8	12.2	15.8	18.9	20.6	23.8
合計		102.3	101.1	97.7	100.8	100.3	99.4	99.7	99.8	101.0	98.0	98.7	96.8	96.9

物質収支：最低 96.8、最高 102.3、平均 99.4、RSD 1.7%； n. a.：分析せず

表 2d Dollendorf II 土壌の物質収支 (%)

		処理後日数 (DAT)												
		0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.8	1.7	5.3	7.9	14.5	21.0
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.8	1.7	5.3	7.9	14.5	21.0
抽出放射能	常温抽出	96.0	91.6	90.0	92.0	91.7	90.1	88.6	83.5	76.9	65.8	59.9	50.0	38.8
	マイクロウェーブ抽出	4.8	5.7	4.9	5.4	5.2	5.7	7.0	8.1	8.8	9.2	8.0	8.3	7.7
	計	100.8	97.3	94.9	97.4	96.9	95.8	95.6	91.6	85.7	75.0	67.8	58.3	46.6
未抽出残渣		2.0	3.3	2.9	3.3	3.7	4.1	4.9	7.6	11.1	18.0	21.2	23.9	28.8
合計		102.8	100.7	97.8	100.8	100.7	100.0	100.8	99.9	98.5	98.4	96.9	96.7	96.3

物質収支：最低 96.3、最高 102.8、平均 99.3、RSD 1.9%； n. a.：分析せず

2) 分布及び代謝分解物 (表 3a~表 4)

トリアファモンの分解は速く、2~6 週間以内に定量限界未満となった。

二酸化炭素への無機化を除き、最低 1 土壌において処理放射能 (AR) の 10%を超える 6 種の分解物が検出され、

と同定された。更に、AR の 10%未満の代謝分解物として、
及び が同定された。

認められた最大値は、 が 77.5% (Laacher Hof Wurmwiese 土壌、処理 3 日後 (DAT-3))、 が 32.1% (Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌、DAT-21)、 が 19.6% (Dollendorf II 土壌、DAT-91)、 が 18.1% (Laacher Hof AXXa 土壌、DAT-2)、 が 13.3% (Laacher Hof AXXa 土壌、DAT-126)、 が 10.5% (Laacher Hof Wurmwiese 土壌、DAT-126)、10%未満では が 8.5% (Laacher Hof Wurmwiese 土壌、DAT-64)、 が 5.1% (Laacher Hof Wurmwiese 土壌、DAT-64) であった。

未同定放射能の最大量は 9.0%であり、最大 4 種の放射能ピークが検出され、単一ピークの最大値は処理放射能の 4.7%であった。

試験終了時に $^{14}\text{CO}_2$ が最大で処理放射能の 39.8%認められ、処理されたトリアファモンは最終的に二酸化炭素まで分解されることが確認された。

126 日後試料を用いて未抽出残渣をフミン、フミン酸、フルボ酸に分画して特性づけした。フルボ酸画分が最も多く 7~13%であった (表 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 3a Laacher Hof Wurmwiese 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝分解物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
トリアファモン [I]	99.3	89.3	74.0	33.2	10.8	4.8	2.3	1.4	0.9	<LOD	<LOD	<LOD	n. d.
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	0.7	1.8	2.5	5.5	8.0	9.0	8.7	6.8	7.2
抽出計	99.6	98.7	96.5	99.3	96.6	97.3	96.3	92.1	83.4	65.8	53.3	43.9	39.4
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.4	2.5	7.2	18.0	27.7	34.6	39.8
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣	1.2	1.4	1.5	1.7	2.1	2.3	3.3	5.5	8.8	13.2	16.1	16.6	17.3
総回収率	100.8	100.0	98.0	101.0	98.8	99.7	99.9	100.1	99.4	97.0	97.1	95.1	96.5

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。%TAR 表示であるため試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、分析液量、希釈倍数等によって各試料で算出される (最大 0.5%TAR)。<LOD は計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=1.5%TAR) に設定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

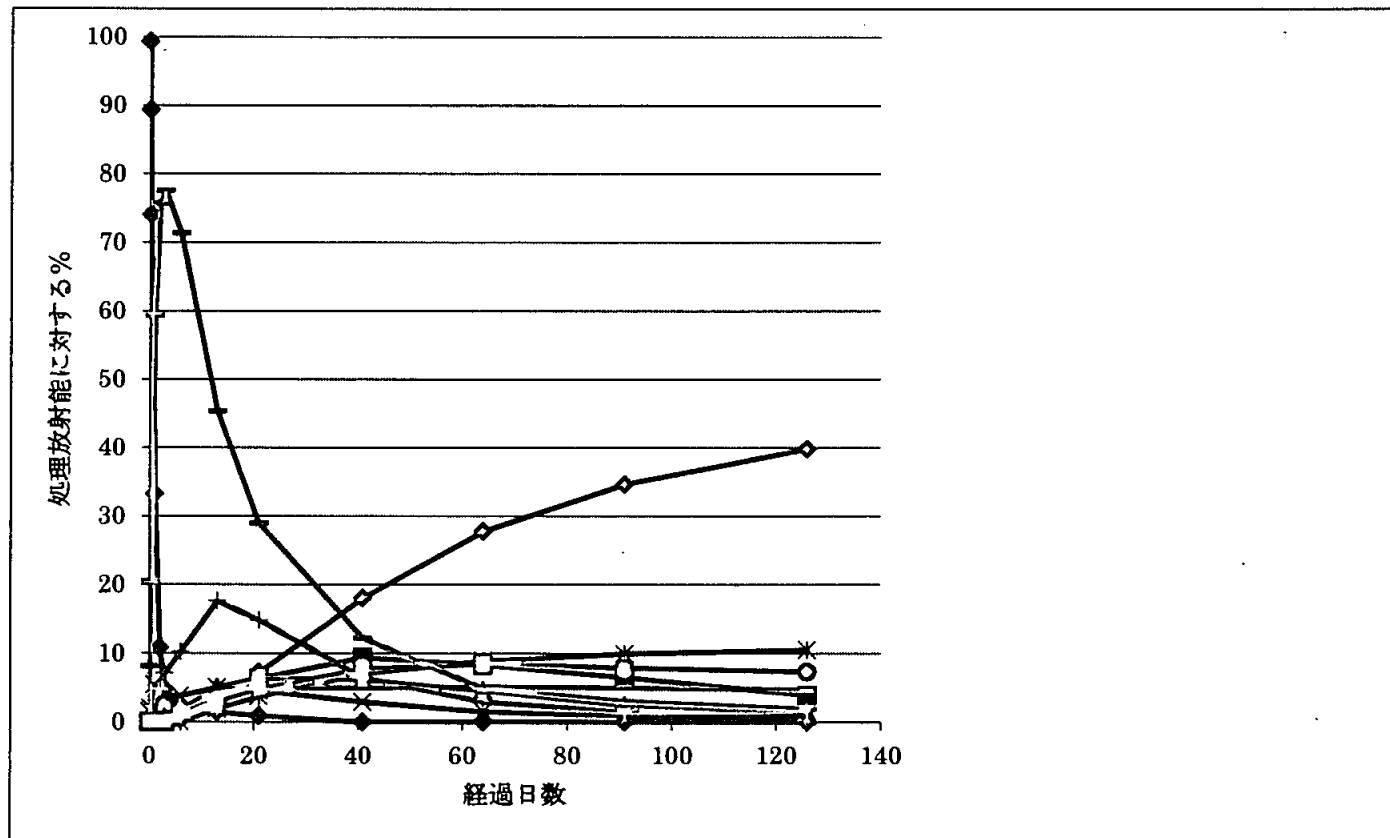


図1 Laacher Hof Wurmwiese 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物

表 3b Laacher Hof AXXa 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
トリアファモン [I]	101.7	92.4	71.7	32.6	9.7	4.1	1.3	1.0	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	2.6	5.3	7.5	7.8	8.4	8.2	6.6
抽出計	101.7	100.3	97.0	99.8	98.5	96.5	96.5	93.9	92.1	84.8	75.6	67.9	57.0
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.5	1.6	4.9	7.0	15.5	21.8
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣	1.0	1.1	1.1	1.4	1.7	2.0	2.8	4.2	6.6	10.0	12.5	15.3	17.6
総回収率	102.7	101.4	98.0	101.2	100.2	98.5	99.3	98.7	100.3	99.7	95.2	98.7	96.4

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。%TAR 表示であるため試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、分析液量、希釈倍数等によって各試料で算出される (最大 0.5%TAR)。<LOD は計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=1.5%TAR) に設定した。

表 3c Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
トリアファモン [I]	100.5	89.4	69.7	27.0	6.6	3.2	1.4	0.9	0.7	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	n. d.	<LOD	3.2	2.8	4.8	6.0	6.3	6.2
抽出計	100.5	99.4	95.9	98.6	97.1	96.1	94.1	91.2	86.7	77.7	72.2	65.0	56.5
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.5	1.4	3.8	7.1	11.1	16.1
揮発性有機物	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣	1.5	1.7	1.8	2.2	2.6	3.2	5.0	7.8	12.2	15.8	18.9	20.6	23.8
総回収率	101.9	101.1	97.7	100.8	99.7	99.4	99.2	99.5	100.3	97.3	98.2	96.7	96.4

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。%TAR 表示であるため試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、分析液量、希釈倍数等によって各試料で算出される (最大 0.5%TAR)。<LOD は計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=1.5%TAR) に設定した。

表 3d Dellendorf II 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	6	13	21	41	64	91	126
トリアファモン [I]	100.6	80.8	52.0	14.2	3.1	1.5	0.9	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
未同定/拡散	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	1.8	3.4	5.1	6.2	6.2	5.1
抽出計	100.6	97.3	94.5	97.1	96.2	95.1	94.7	90.9	85.3	73.6	67.1	57.6	45.6
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.8	1.7	5.3	7.9	14.5	21.0
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残渣	2.0	3.3	2.9	3.3	3.7	4.1	4.9	7.6	11.1	18.0	21.2	23.9	28.8
総回収率	102.6	100.6	97.4	100.4	100.0	99.3	99.8	99.3	98.1	96.9	96.2	96.0	95.4

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。%TAR 表示であるため試料の最終液量、抽出液全体の放射能量、分析液量、希釈倍数等によって各試料で算出される (最大 0.5%TAR)。<LOD は計算に用いていないため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=1.5%TAR) に設定した。

表 4 未抽出残渣 (126 日後試料) の特性化

土壌	フミン画分 [%AR]	フミン酸画分 [%AR]	フルボ酸画分 [%AR]
Laacher Hof Wurmwiese	6.8	2.2	7.2
Laacher Hof AXXa	5.8	2.3	8.2
Hoefchen am Hohenseh 4a	7.1	2.2	12.6
Dollendorf II	12.5	2.4	11.0

3) 半減期

トリアファモンの好気条件下土壌における分解速度は DFOP モデルで最も良く近似され、DT₅₀ は 1 日未満であった。

表 5 トリアファモンの好気条件土壌における DT₅₀ 及び DT₉₀

	DT ₅₀ [日]	DT ₉₀ [日]
Laacher Hof Wurmwiese 土壌 (砂壤土)	0.6	2.1
Laacher Hof AXXa 土壌 (砂壤土)	0.6	2.0
Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌 (シルト質壤土)	0.5	1.7
Dollendorf II 土壌 (埴壤土)	0.3	1.2

好気土壌において以下の代謝分解経路が認められた。

- ・無機化 (CO₂ の生成)
- ・未抽出残渣の生成

[¹⁴C] トリアファモンの好気土壌における代謝経路図を次頁に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

図2 [^{14}C] トリアファモンの好気土壌における推定代謝経路

(4) [¹⁴C] 標識トリアファモンの好氣的土壤中動態試験

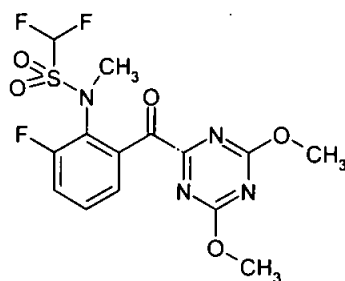
(資料：代-10)

[GLP]

報告書作成年： 2012年

供試標識化合物： ¹⁴C 標識トリアファモン

構造式：



* : ¹⁴C 標識位置

標識位置： [¹⁴C] 標識トリアファモン

化学名： 2'-[(4,6-ジメチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]

-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホニアニド*

放射化学的純度：

化学的純度：

比放射能量：

供試土壌：

	Laacher Hof AXXa 土壌	Dollendorf II 土壌	Laacher Hof Wurmwiese 土壌	Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌
土性	砂壤土	埴壤土	砂壤土	シルト質壤土
砂	75%	31%	53%	27%
シルト	18%	38%	30%	56%
粘土	7%	31%	17%	17%
pH 水	6.7	7.4	5.4	6.8
pH 1N KCl	6.4	7.1	4.8	6.4
pH CaCl ₂	6.5	7.3	5.2	6.7
有機物含量	3.8%	8.6%	3.4%	4.3%
有機炭素	2.2%	5.0%	2.0%	2.5%
陽イオン交換容 量	9.8 meq/100g	20.6 meq/100g	10.8 meq/100g	14.3 meq/100g
最大容水量	49.0g H ₂ O/100g DW	79.1g H ₂ O/100g DW	55.7g H ₂ O/100g DW	21.4 g H ₂ O/100g DW
比重	1.25 g/cm ³	1.00 g/cm ³	1.15 g/cm ³	1.11 g/cm ³

【方法】

試験溶液の調製

^{14}C 標識トリアファモンをアセトニトリルに溶解して保存溶液とし、この保存溶液を採取して溶媒を揮発させ、残留物をメタノール/水 (1/1, v/v) に溶解し、 $27.6 \mu\text{g}/390 \mu\text{L}$ の処理溶液を調製した。

処理の方法

300mL 容の三角フラスコに乾土 100g を入れ、脱イオン水を添加して最大容水量の $55 \pm 5\%$ へ調整し、被験物質処理の 5 日前から 20°C に設定した気象チャンバー内で順化した。

処理溶液 $390 \mu\text{L}$ を各順化した土壌へピペットを用いて添加した。試験容器に揮発性物質の捕集管 (ソーダライム及びポリウレタン栓を充填) を取り付け、 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ の気象チャンバー内で暗黒下に静置した。

処理量の設定根拠

1 回あたりの最大圃場使用予定量である $50\text{g}/\text{ha}$ に基づいているが、分析上の理由から、2 倍の処理量とし、土壌の比重 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 、 2.5cm 深さへの均一分布として計算し、 $0.267 \text{mg}/\text{kg}$ 乾土とした。

採取時期

処理後 0、0.08 (2 時間)、0.25 (6 時間)、1、2、3、7、14、21、41、59、90 及び 120 日後に 2 反復の試料を採取し分析前処理した。

試験容器を開ける前に、容器内に存在する可能性のある揮発性化合物を湿潤な空気をパージして捕集管へ移動させた。0 日後試料では、揮発性物質の分析は行わなかった。

分析方法

土壌はアセトニトリル/水 (4/1) 80mL を用いて室温で 3 回振とう抽出し、遠心分離後上清を集め、残った土壌にアセトニトリル/水 (4/1) 80mL を用いてマイクロウェーブ抽出 (70°C) を 1 回行い、遠心分離して上清を集め、室温抽出液と混合した後、LSC、HPLC-MS 及び MS/MS、TLC 分析した。抽出残渣の土壌は燃焼後に LSC 分析し、一部の土壌残渣 (Dollendorf II 及び Hoefchen am Hohenseh 4a) を用いて、フミン、フミン酸及びフルボ酸への特性づけを行った。ソーダライムは塩酸を用いて遊離した CO_2 を LSC により定量した。ポリウレタン栓は酢酸エチル 50mL を用いて抽出し、LSC で放射エネルギーを測定した。

【結果】

1) 物質収支

各土壌で認められた回収、抽出、非抽出及び揮発性放射能の範囲を表1に要約し、詳細は表2a~2dに示した。全試験期間を通して、総回収率は95.3~105.0%の範囲で良好であった。揮発性放射能は最大で56.4%、未抽出放射能は最大で24.8%であった。

表1 物質収支の要約 (処理放射能に対する%)

	Laacher Hof AXXa 土壌	Dollendorf II 土壌	Laacher Hof Wurmweise 土壌	Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌
総回収率 [%]	95.8 - 104.9	95.9 - 105.0	95.3 - 103.7	96.1 - 103.1
抽出放射能 [%]	54.3 - 103.0	46.6 - 101.2	31.1 - 101.4	56.2 - 99.8
揮発放射能最大値 [%]	31.7	25.9	56.4	21.2
未抽出放射能 [%]	1.1 - 12.6	2.7 - 24.8	1.5 - 9.2	1.8 - 20.9

揮発性放射能の内、 $^{14}\text{CO}_2$ は時間と共に増加し、終了時には最大で56.4%であった。揮発性有機物は全ての採取時間で0.1%未満であった。

抽出放射能は時間と共に減少し、試験終了時には31.1~56.2%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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 2a Laacher Hof AXXa 土壌の物質収支 (処理放射エネルギーに対する%)

		処理後日数												
		0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.4	1.5	3.1	8.9	14.5	23.6	31.7
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	0.1	<0.1	0.4	1.5	3.1	9.0	14.5	23.6	31.7
抽出放射能	常温抽出	95.8	92.9	95.1	95.3	96.5	99.2	94.1	92.5	84.7	74.4	68.8	55.0	48.4
	マイクロウェーブ抽出	3.1	2.8	2.7	2.8	3.3	3.8	4.1	5.8	6.2	6.2	5.9	5.7	5.9
	計	99.0	95.7	97.8	98.1	99.8	103.0	98.2	98.2	90.8	80.6	74.8	60.7	54.3
未抽出残留物		1.3	1.1	1.2	1.8	1.6	1.8	3.2	4.3	5.9	8.5	9.6	11.6	12.6
合計		100.2	96.8	99.1	100.0	101.5	104.9	101.8	104.0	99.8	98.1	98.9	95.8	98.6

物質収支：最低 95.8、最高 104.9、平均 100.0、RSD 2.5%； n. a.：分析せず

表 2b Dellendorf II 土壌の物質収支 (処理放射エネルギーに対する%)

		処理後日数												
		0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.4	1.3	2.9	8.1	13.0	20.4	25.8
	揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	<0.1
	計	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.2	0.1	0.5	1.3	3.0	8.1	13.1	20.5	25.9
抽出放射能	常温抽出	93.0	91.1	90.6	91.9	91.4	95.0	86.7	83.9	76.3	62.4	55.7	45.0	38.2
	マイクロウェーブ抽出	4.7	2.8	4.7	4.5	5.3	6.2	7.1	9.1	9.3	8.7	6.2	5.6	8.3
	計	97.8	93.9	95.2	96.4	96.7	101.2	93.8	93.0	85.6	71.1	61.9	50.7	46.6
未抽出残留物		2.9	2.7	2.7	3.3	4.0	3.7	6.0	8.3	10.6	18.2	23.1	24.8	24.1
合計		100.6	96.7	98.0	99.8	100.9	105.0	100.2	102.6	99.2	97.5	98.1	95.9	96.6

物質収支：最低 95.9、最高 105.0、平均 99.3、RSD 2.5%； n. a.：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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 2c Laccher Hof Wurmwiase 土壌の物質収支 (処理放射エネルギーに対する%)

		処理後日数												
		0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂ 揮発性有機物 計	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.1	1.8	7.1	13.9	30.7	42.7	51.1	56.4
		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.1	1.8	7.2	13.9	30.7	42.7	51.1	56.4
抽出放射能	常温抽出 マイクロウェーブ抽出 計	95.8	92.4	93.2	93.6	96.1	96.2	87.5	82.8	71.8	52.9	44.7	32.4	27.8
		2.8	3.8	3.0	3.9	4.2	5.2	4.6	6.4	6.3	5.5	3.2	2.5	3.3
		98.6	96.2	96.2	97.5	100.3	101.4	92.1	89.3	78.1	58.3	48.0	35.0	31.1
未抽出残留物		1.5	1.8	1.6	1.7	2.1	2.1	3.9	4.9	6.1	7.5	8.9	9.2	8.7
合計		100.1	98.0	97.8	99.3	102.6	103.7	97.8	101.4	98.1	96.5	99.6	95.3	96.2

物質収支：最低 95.3、最高 103.7、平均 98.9、RSD 2.4%； n. a. :分析せず

表 2d Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌の物質収支 (処理放射エネルギーに対する%)

		処理後日数												
		0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
揮発性放射能	¹⁴ CO ₂ 揮発性有機物 計	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.3	1.1	2.2	6.0	9.9	15.4	21.2
		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.3	1.1	2.2	6.0	9.9	15.4
抽出放射能	常温抽出 マイクロウェーブ抽出 計	95.1	92.7	92.9	92.6	92.5	94.2	86.1	83.7	75.2	64.5	61.3	51.4	46.2
		3.9	4.1	3.1	4.3	5.2	5.6	6.6	9.6	10.9	11.6	8.5	8.4	10.0
		99.0	96.8	96.0	96.9	97.7	99.8	92.7	93.3	86.1	76.1	69.7	59.7	56.2
未抽出残留物		1.9	1.8	1.9	1.9	2.5	3.1	6.1	8.7	11.0	14.8	20.3	20.9	19.9
合計		100.9	98.6	97.9	98.8	100.3	102.9	99.0	103.1	99.4	96.9	100.0	96.1	97.3

物質収支：最低 96.1、最高 103.1、平均 99.3、RSD 2.1%； n. a. :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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

2) 分布及び代謝分解物

トリアファモンの分解は速く、3～6 週間以内に定量限界未満となった。

二酸化炭素への無機化を除き、最低 1 土壌において処理放射能量 (AR) の 10% を超える 6 種の分解物が検出され、

と同定
された。

認められた最大値は、
が AR の 81.6% (Laacher Hof Wurmweise 土壌、処理 3
日後 (DAT-3))、
が 9.9% (Laacher Hof Wurmweise、DAT-120)、
が 21.2% (Dollendorf II、DAT-14)、
が 13.2% (Laacher
Hof AXXa、DAT-90)、
28.7% が (Hoefchen am Hohenseh 4a、DAT-59)、
が 16.0% (Dollendorf II、DAT-120) であった。

未同定放射能の最大量は 24.2% であり、最大 8 種の放射能ピークが検出され、単一ピークの最大値は 6.0% であった。

試験終了時に $^{14}\text{CO}_2$ が最大で処理放射能の 56.4% 認められ、処理されたトリアファモンは最終的に二酸化炭素まで分解されることが確認された。

120 日後試料を用いて非抽出残渣をフミン、フミン酸、フルボ酸に分画して特性づけした。フルボ酸画分が最も多く 10～12% 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バイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 3a Laacher Hof AXXa 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
トリアファモン [I]	99.0	88.7	75.8	25.3	8.8	3.9	1.3	1.2	<LOD	<LOD	n. d.	n. d.	n. d.
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	n. d.	n. d.	2.2	4.5	6.7	10.1	11.4	12.4	13.6
抽出計	99.0	95.7	97.8	98.1	99.8	103.0	98.2	98.2	90.8	80.6	74.8	60.7	54.3
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.4	1.5	3.1	8.9	14.5	23.6	31.7
揮発性有機物	n. a.	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残留物	1.3	1.1	1.2	1.8	1.6	1.8	3.2	4.3	5.9	8.5	9.6	11.6	12.6
総回収率	100.2	96.8	99.1	100.0	101.5	104.9	101.8	104.0	99.8	98.1	98.9	95.8	98.6

表 3b Dollendorf II 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
トリアファモン [I]	97.8	78.5	53.1	10.5	2.7	1.9	1.1	0.9	0.7	<LOD	<LOD	n. d.	n. d.
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	<LOD	<LOD	6.4	8.7	10.5	7.5	8.2	9.1
抽出計	97.8	93.9	95.3	96.4	96.7	101.2	93.8	93.0	85.6	71.1	61.9	50.7	46.6
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	0.1	0.1	0.1	0.4	1.3	2.9	8.1	13.0	20.4	25.8
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	0.1	<0.1
未抽出残留物	2.9	2.7	2.7	3.3	4.0	3.7	6.0	8.3	10.6	18.2	23.1	24.8	24.1
総回収率	100.6	96.7	98.0	99.8	100.9	105.0	100.2	102.6	99.2	97.5	98.1	95.9	96.6

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。試料の最終液量、抽出液全体の放射能、分析液量、希釈倍数によって各試料で算出される (最大 0.9% TAR)。定量限界未満であるため、表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=2.7% TAR) に設定した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

表 3c Laacher Hof Wurmwiese 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
トリアファモン [I]	98.6	88.1	72.1	24.5	9.8	5.0	2.2	1.5	0.9	0.8	n. d.	n. d.	n. d.
未同定/拡散	n. d.	n. d.	<LOD	1.4	2.7	8.6	12.4	17.2	24.2	21.0	17.7	14.0	n. d.
抽出計	98.6	96.2	99.1	97.5	100.3	101.4	92.1	89.3	78.1	58.4	48.0	35.0	31.1
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	0.1	1.8	7.1	13.9	30.7	42.7	51.1	56.4
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残留物	1.5	1.8	1.6	1.7	2.1	2.1	3.9	4.9	6.1	7.5	8.9	9.2	8.7
総回収率	100.1	98.0	97.8	99.3	102.6	103.7	97.8	101.4	98.1	96.5	99.6	95.3	96.2

表 3d Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌における好気条件下のトリアファモン代謝物 (処理放射能に対する%)

	処理後日数												
	0	0.08	0.25	1	2	3	7	14	21	41	59	90	120
トリアファモン [I]	99.0	87.1	68.5	18.3	4.8	2.8	<LOD	0.9	0.9	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
未同定/拡散	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	<LOD	2.6	7.2	6.6	11.7	9.9	11.2	12.9
抽出計	99.0	96.8	96.0	96.9	97.7	99.8	92.7	93.3	86.2	76.1	69.8	59.7	56.2
¹⁴ CO ₂	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.3	1.1	2.2	6.0	9.9	15.4	21.2
揮発性有機物	n. a.	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
未抽出残留物	1.9	1.8	1.9	1.9	2.5	3.1	6.1	8.7	11.0	14.8	20.3	20.9	19.9
総回収率	100.9	98.6	97.9	98.8	100.3	102.9	99.0	103.1	99.4	96.9	100.0	96.1	97.3

n. a. : 未分析。n. d. : 未検出。LOD : 検出限界。試料の最終液量、抽出液全体の放射能、分析液量、希釈倍数によって各試料で算出される (最大 0.9% TAR)。定量限界未満であるため表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=2.7%TAR) に設定した。

表 4 非抽出性残留物（120 日後試料）の特性化

土壌	フミン画分 [%AR]	フミン酸画分 [%AR]	フルボ酸画分 [%AR]
Dollendorf II	9.3	4.3	10.0
Hoehen am Hohenseh 4a	5.0	3.2	12.2

3) 半減期

トリアファモンの好気条件下における分解速度は DFOP モデルで最も良く近似され、DT₅₀ は 1 日未満であった。

表 5 トリアファモンの好気条件土壌における DT₅₀ 及び DT₉₀

	DT ₅₀ [日]	DT ₉₀ [日]
Laacher Hof AXXa 土壌 (砂壤土)	0.5	1.8
Dollendorf II 土壌 (埴壤土)	0.3	1.0
Laacher Hof Wurmweise 土壌 (砂壤土)	0.5	1.9
Hoefchen am Hohenseh 4a 土壌 (シルト質壤土)	0.4	1.4

好気土壌において以下の分解物の生成が認められた。

- ・ 無機化 (CO₂ の生成)
- ・ 非抽出性残留の生成

[¹⁴C] トリアファモンの土壌における好氣的分解の代謝経路を次頁に示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

|

図1 [^{14}C -トリアファモンの好気土壌における推定代謝経路

4. 水中動態試験

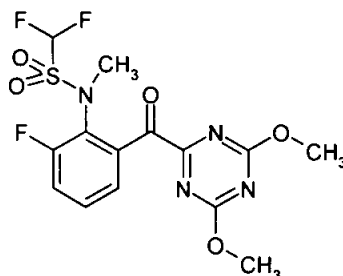
(1) 加水分解動態試験 (標識)

(資料：代-11)

[GLP]

報告書作成年： 2012年

供試化合物：[¹⁴C]標識トリアファモン
構造式



* : ¹⁴C 標識位置

化学名： 2'-[(4,6-ジメチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)カルボニル]-1,1,6'-トリフルオロ-N-メチルメタンсульホアニリド

放射化学的純度：

化学的純度：

比放射能量：

供試緩衝液： 用いた緩衝液の pH 及び調製方法を以下に記載した。

pH	濃度及び種類	調製方法
4	0.01M 酢酸	CH ₃ COONa×3H ₂ O 1.36g を水 250mL に溶解し、酢酸を用いて pH4 に調整し、0.04M 濃度を調製する。これを純水を用いて 4 倍希釈し、0.01M とする。
7	0.01M トリス	トリス(ヒドロキシメチル)-アミノメタン 1.21g を 0.1N 塩酸水溶液 46.6 mL に溶解した後、純水を用いて 800mL に希釈する。この溶液を 0.1N 塩酸水溶液あるいは 0.1N 水酸化ナトリウム溶液を用いて pH7 に調整する。
9	0.01M ホウ酸	ホウ酸 0.62g 及び KCl 0.75g を水 250mL に溶解する。この溶液 125mL と 0.04N 水酸化ナトリウム水溶液 53mL を合わせ、水で希釈して 250mL とする。0.4N 水酸化ナトリウム水溶液あるいはホウ酸を用いて pH9 に調整し、0.02M 溶液を調製する。これを純水を用いて 2 倍希釈し、0.01M とする。

【方法】

[¹⁴C]標識トリアファモンをアセトニトリル 8.79mL に溶解し、名目 3.79MBq/mL (1 mg/mL) の溶液を調製し、この 90 μL を各 pH の緩衝液を用いて 100mL に

定容し、1.0 $\mu\text{g/mL}$ の試験溶液を調製した。

この処理溶液 5mL を 10mL 容のガラスバイアルに入れ (2 反復)、テフロンセプタムを用いて栓をし、各温度に保たれたウォーターバスに入れ、暗黒下に試験した。

各試験溶液を以下の間隔で採取した。各採取時期に、pH の確認及び滅菌性の確認を行った。揮発性物質の捕集は行わなかった。

試験濃度	名目 :	1.0 mg/L
	実測 :	0.94~1.0 mg/L
試験温度	試験 1 :	50°C
	試験 2 :	25°C
	試験 3 :	20°C
試験期間	試験 1 (予備試験) :	pH4 7 日間、pH7 9 日間、pH9 6 時間
	試験 2 (主試験) :	pH7 及び pH9 30 日間
	試験 3 (追加試験) :	pH7 及び pH9 30 日間
補助溶媒	アセトニトリル、約 0.1%	

試料採取間隔

	pH4	pH7	pH9
試験 1 (予備試験、50°C) :	0, 2, 5, 7 日	0, 1, 2, 3, 4, 7, 9 日	0, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5, 6 時間
試験 2 (主試験、25°C) :	-	0, 3, 7, 10, 14, 21, 30 日	0, 0.25, 1, 2, 4, 7, 10, 14, 21, 30 日
試験 3 (追加試験、20°C) :	-	0, 3, 7, 10, 14, 21, 30 日	0, 1, 2, 4, 7, 10, 14, 21, 30 日

採取した試料は 100 μL を 3 反復で LSC 測定し、放射エネルギーを求め、500 μL を直接 HPLC を用いて分析した。pH9 試料は pH7 トリス緩衝液を用いて 2 倍に希釈後 HPLC 分析を行った。定量分析は逆相 HPLC の放射能検出で行い、加えて代表試料は順相 TLC を用いて分析し確認した。

被験物質及び分解物の同定には HPLC-MS、HPLC-MS/MS 及び $^1\text{H-NMR}$ を用いた。

【結果】

1) 分布及び分解物

各試料における放射能回収率は 95.1~103.6% であった。揮発による放射能の損失は無かった。トリアファモンは酸性条件下では安定であったが、アルカリ性条件下では分解し、複数の分解物が生成し、主要分解物は であった。は試験終了時に向けて増加傾向を示した。

本資料に記載された情報に係る権利及び内容の責任はバイエルクロップサイエンス株式会社にある

表1 50℃、各 pH におけるトリアファモン、分解物の分布（処理量に対する%）

試験 1

50℃ pH4	採取			
	0 日	2 日	5 日	7 日
トリアファモン [I]	100.0	102.3	95.0	89.4
拡散/未同定放射能 計	n. d.	1.0	5.2	8.5
総回収率	100.0	103.4	100.1	97.9

50℃ pH7	採取						
	0 日	1 日	2 日	3 日	4 日	7 日	9 日
トリアファモン [I]	100.0	88.2	74.9	67.0	56.4	33.6	24.2
拡散/未同定放射能 計 ¹⁾	n. d.	n. d.	4.4	6.4	14.7	27.3	37.8
総回収率	100.0	100.3	100.0	101.4	103.6	100.2	102.5

1) 最大 10 種の成分、1 成分の最大値は 7.7%

50℃ pH9	採取							
	0 時間	1 時間	1.5 時間	2 時間	2.5 時間	3 時間	3.5 時間	6 時間
トリアファモン [I]	100.0	64.6	55.6	47.3	39.1	31.1	25.7	10.4
拡散/未同定放射能 計	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
総回収率	100.0	98.3	98.4	98.7	99.9	95.1	95.3	95.3

表 2 25℃、各 pH におけるトリアファモン、分解物の分布 (処理量に対する%)

試験 2

25℃ pH7	採取日						
	0 日	3 日	7 日	10 日	14 日	21 日	30 日
トリアファモン [I]	99.7	99.3	98.5	97.3	93.6	89.9	84.1
拡散/未同定放射能 計	n. d.	n. d.	2.8	n. d.	1.1	3.0	4.7
総回収率	100.0	100.7	101.3	101.8	100.3	102.0	99.6

25℃ pH9	採取日									
	0 日	0.25 日	1 日	2 日	4 日	7 日	10 日	14 日	21 日	30 日
トリアファモン [I]	99.0	92.1	74.6	56.3	32.2	13.3	5.5	1.9	n. d.	n. d.
拡散/未同定放射能 計	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	2.5	3.4	5.0	7.3
総回収率	100.0	99.9	100.4	100.3	101.3	101.8	101.1	99.9	100.8	100.5

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界 (0.8%TAR)。定量限界未満であるため表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=2.5%TAR) に設定した。

表 3 20℃、各 pH におけるトリアファモン、分解物の分布 (処理量に対する%)

試験 3

20℃ pH7	採取日						
	0 日	3 日	7 日	10 日	14 日	21 日	30 日
トリアファモン [I]	99.7	98.7	98.4	97.2	96.4	92.7	90.4
拡散/未同定放射能 計	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	2.0	2.4
総回収率	100.0	99.6	100.3	100.2	100.3	101.5	100.5

20℃ pH9	採取日								
	0 日	1 日	2 日	4 日	7 日	10 日	14 日	21 日	30 日
トリアファモン [I]	99.1	84.5	71.1	52.9	34.5	25.8	16.8	3.2	<LOD
拡散/未同定放射能 計	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.9	3.0	3.8
総回収率	100.0	99.9	97.9	100.1	100.6	100.8	101.0	101.3	102.0

n. d. : 未検出。LOD : 検出限界 (0.8%TAR)。定量限界未満であるため表中に数値は示さない。LOD と LOQ の間の値は、表に示し計算にも用いた。LOQ は最大の LOD の 3 倍 (=2.5%TAR) に設定した。

2) 推定半減期

トリアファモンのDT₅₀及びDT₉₀を1次速度式にしたがって求めた。推定半減期はpH7で4.6日(50°C)、118日(25°C)、204日(20°C)であり、pH9では1.8時間(50°C)、2.4日(25°C)、4.8日(20°C)であった。トリアファモンの加水分解は温度及びpHに依存していることが確認された。

表4 トリアファモンの加水分解におけるDT₅₀及びDT₉₀

温度	pH	DT ₅₀	DT ₉₀
50° C	4	5日後においても分解が<10%のため計算せず	
	7	4.6日	15.1日
	9	1.8時間	6.0時間
25° C	7	118日	392日
	9	2.4日	8.1日
20° C	7	204日	676日
	9	4.8日	16.0日

図1 ¹⁴C-トリアファモンの推定加水分解経路