

農薬の登録申請に係る試験成績について（平成12年11月24日付け12農産第8147号農林水産省農産園芸局長通知）一部改正新旧対照表

（下線の部分は改正部分）

改 正 後	現 行
<u>土壌への残留性に関する試験</u> 土壌残留試験（3－3－1） 1．目的 （略） 2．試験成績の提出を要しない場合 <u>（1）別表2に掲げる「当該農薬の剤型、使用方法等からみて、当該農薬の成分物質等がその使用に係る農地に混入するおそれがないと認められる場合」として、次に掲げる場合等がこれに該当する。</u> ① 誘引剤等当該農薬の成分物質が封入された状態で使用される場合 ② 忌避剤、殺そ剤、ナメクジ駆除剤等配置して使用される場合 ③ 適用農作物に塗布し、又は適用農作物の樹幹に注入して使用される場合 ④ 倉庫等、土壌が露出していない施設内でのみ使用される場合 ⑤ エアゾル剤等、狭い範囲で少量使用される場合 ⑥ 粉衣など種子等に直接付着させて使用される農薬については、土壌中濃度がきわめて小さい（使用量から計算した土壌中濃度が0.01mg/kg以下）と認められる場合。なお、土壌中濃度の計算においては、稲については、10a当たり扱は4kg使用するものとする。 <u>（2）別表2に掲げる「当該農薬の成分物質等の種類等からみて、その毒性がきわめて弱いこと等の理由により、安全と認められる場合」として、例えば、当該農薬の有効成分が既に食品等において一般に広く利用されており安全であることが公知である場合が該当する。</u> 3．試験ほ場 （削る） <u>（1）農薬の用途を踏まえ、畑地又は樹園地で使用される農薬については畑地ほ場、水田で使用される農薬については水田ほ場で試験を実施する。登録申請に係る適用場所等が水田畦畔、休耕田及び水田刈取り後の場合は、畑地ほ場で試験を実施しても差し支えない。</u> <u>（2）試験は、国内の代表的な農耕用土壌のうち土壌の成因等土壌の特性が異なる2か所以上で実施する。畑地又は果樹園で使用され、かつ水田においても使用される農薬については、畑地ほ場及び水田ほ場のそれぞれ2か所以上で実施する。畑地の場合は黒ぼく土ほ場、水田の場合は灰色低地土ほ場を含むこと。主に冷涼地又は施設で使用される農薬については、該当する条件での試験を1例以上含むことが望ましい。</u> やむを得ない事情により土壌の特性の異なるほ場を選定できない場合にあっては、気象その他土壌の特性以外の条件の異なるほ場を選定して試験ほ場とすることができる。 <u>（3）試験は、作物を栽培しない裸地条件で実施する。</u> <u>（4）試験ほ場は、試験実施前の農薬の使用履歴、土壌の特性等が確認されたほ場を用いる。当該ほ場の土壌中に7．（1）に示す分析対象物質が、分析の支障となる濃度で含まれていないことを確認する。なお、試験期間中、当該分析対</u>	土壌残留試験（3－3－1） 1．目的 （略） 2．試験ほ場 <u>（1）試験ほ場は、国内の土性、母材その他の土壌の特性の異なる2か所以上のほ場で、分析に支障を及ぼすおそれのある農薬等を含まない場所とする。</u> <u>（2）やむを得ない事情により土壌の特性の異なるほ場を選定できない場合にあっては、気象その他土壌の特性以外の条件の異なるほ場を選定して試験ほ場とすることができる。なお、水田で用いる農薬については水田ほ場、畑地で用いられる農薬については畑地ほ場を選定し、当該農薬が使用される代表的作物を栽培している状況で試験を実施する。</u>

象物質の分析を妨害する農薬を使用してはならない。また、試験ほ場の土壌特性として土壌の成因のほか、有機炭素含有量、土壌pH、仮比重等を確認する。

(5) 畑地にあつては、散布した農薬が表面流出するような傾斜や明瞭な亀裂があるほ場、水田にあつては、漏水の大きいほ場は、試験ほ場として選定しない。

(6) 試験ほ場が畑地の場合、裸地条件での過度の乾燥を防ぐため、少なくとも週1回は保湿状態を確認し、必要に応じて土壌表面をかく乱しない方法により、1回につき5mmを超えない範囲で灌水を行う。この際、保湿の確認はpFメーター等を用いて適切に行う。

試験ほ場が水田の場合、水稻を栽培する場合と同様に、通常の水管理を行うが、表面流出しないよう管理し、降雨等による表面流出を防ぐため以外の落水は行わないこと。水田耕起前の使用又は水田不耕起栽培における使用の場合は、当該農薬の使用時及び使用後の管理については、通常の管理方法に則した方法で行う。

(7) 試験期間が長期にわたる場合であっても、原則として、耕起、掘起し等は行わない。

4. 被験物質の取扱い及び処理

(1) 被験物質は、製剤とする。

(削る)

(2) 製造後、保管されていた製剤を被験物質として使用する場合は、適切な管理条件下で保管されていた製剤を使用することとし、長期保管した製剤を使用する場合は、保管期間中の安定性を確認する。

被験物質を希釈等して使用する場合は、処理の直前に行う。

(3) 被験物質は、登録申請に係る使用時期、使用方法（散布、土壌混和等）に基づき処理する。処理回数は単回処理を標準とする。

登録申請に係る使用方法が2以上あるときは、いずれかのうち、供試農薬の分析対象物質が2分の1に減少する期間（以下「半減期」という。）が短い又は同程度と予想される使用方法是、省略することができる。その場合、当該農薬の登録申請にあたって、他の使用方法より半減期が短い又は同程度という判断根拠を示す必要がある。

登録申請に係る使用方法が特殊であり試験が困難な場合には、他の方法で処理することができる。

(4) 有効成分投下量は、登録申請に係る当該農薬を使用することができる総回数（以下「申請総回数」という。）が1回の場合は1回の最大処理量、申請総回数が複数回の場合には1回の最大処理量の2倍量を目安として処理する。乳剤等、希釈して処理する農薬の場合の10a当たりの散布液量は、水田の場合は150L、畑地の場合は300Lをそれぞれ目安とする。

登録申請に係る使用方法が、育苗箱に処理する場合等、直接ほ場に散布しない使用方法である場合は、当該農薬の使用量から算出した量をほ場に処理して試験を実施する。稲の場合は10a当たり籾は4kg、育苗箱は20箱使用するものとする。

農薬の有効成分投下量が少量であり、土壌中濃度の分析又は推定半減期の算出が困難となる場合には、算出が可能となる程度まで有効成分投下量を増加することができる。

(5) 被験物質の処理は、雨天時又は被験物質の処理直後に降雨が予想される場合には行わない。ただし、施設等で降雨の影響がないときはこの限りではない。

3. 被験物質の取扱い及び施用

(1) 被験物質は、調製後、速やかに施用する。

(2) 被験物質は、適切な管理条件下で保管するものとし、開封後、長期保管する場合は、保管期間中の安定性を確認する。

(3) 被験物質は、登録申請に係る剤型・使用方法（時期、回数、量等）に基づき、通常用いられる器具を用いて、適切に施用する。

(4) 雨天時又は被験物質の施用後に降雨が予想される場合には、施用は行わない。

ただし、温室等で試験を行う場合で、降雨の影響が無いときはこの限りでは

(6) 被験物質の処理は、ほ場全体に均一になるよう適切に行う。特に粒剤等の固形製剤の場合は、偏在しないように注意する。

(7) 処理時及び試験期間中の天候、雨量等の気象条件（処理時については、風向及び風速を含む。）を記録する。

5. 試料の採取

(削る)

(削る)

(1) 試験期間は、原則として、分析対象物質の残留濃度（分析対象物質が複数である場合は、それぞれの残留濃度を有効成分換算し合計した値）が、最高濃度の10%程度に減少するまでの期間（10%程度に減少するまでの期間が一年を超える場合にあっては、確実に最高濃度の2分の1に減少するまでの期間）とする。

(2) 試料の採取は、無処理区試料として被験物質の処理直前及び処理区試料として処理直後に1回、その後農薬の特性に応じて適当な間隔で4回以上行う。一般的には処理3日後、7日後、14日後、1か月後、2か月後、3か月後のように計画し、それ以降の調査が必要な時は3か月おきを標準とする。

(3) 試料は、試験ほ場ごとに1回の採取において8か所以上の異なる地点から採取し、十分に混和する。採取は、S字、X字型等の系統的な方法とし、試験区の端からは採取しない。また、2回目以降の採取においては、前回までに採取した地点を含め各採取地点間は少なくとも50cm以上離す。

(4) 試料は、内径5cm以上の採土管を用いて、柱状に採取する。

(5) ほ場が畑地であるときは、地表面から20cmの深さまで採取する。この場合、表層10cmと、それ以深の2層に分けて採取し、それぞれを分析する。処理直後の試料については、それぞれ仮比重（見かけ比重）を測定すること。

(6) ほ場が水田であるときは、土壌と水層の境界面を出来るだけ攪乱しないように水層を静かに吸引採取した後、地表面から10cmの深さまで土壌を採取する。採取した水層と土壌層はそれぞれを分析する。

(7) 試料の包装は無処理区から行い、被験物質に接触したと思われる手、用具又は衣服から無処理区試料が汚染されることをさける。

(8) 採取した試料は、試料や農薬の特性に応じて適切な容器に入れ包装し、輸送中に破損しないようにする。

6. 試料の取扱い

(1) 試料を輸送する場合は、試料が変質又は汚染しないよう十分留意するとともに、凍結しない程度の低温条件で速やかに輸送する。やむを得ず試料を凍結して輸送する場合は、保存安定性試験を実施する。

輸送に当たっては、試料の取り違い等を防止するため、識別票を添付する等により適切に取り扱う。

(2) 試料の分析者は、試料受領後ただちに識別票等により現物の確認を行った後、他の試料との混同がないよう適切に取り扱い、速やかに分析に供する。

(3) 土壌試料は、原則として風乾することなく、生土のまま土塊を細かく砕き、

ない。

4. 試料（土壌）の採取

(1) 採取方法

① 試料は、試験ほ場ごとに1回の採取において4か所以上の異なる地点から採取し、十分に混和する。

② 試料は、地表面から10cmの深さまで柱状に採取する方法により、200g以上採取するものとする。なお、試験ほ場が水田であるときは、田面水とともに採取する。

(2) 採取時期及び回数

被験物質の最初の施用の直前に1回、最終の施用後においては、直後に1回、その後さらに4回以上採取する。

5. 試料の取扱い

(1) 試料の輸送

① 試料の輸送に当たっては、試料が変質又は汚染しないよう十分留意するとともに、凍結しない程度の低温条件で速やかに輸送する。

② 輸送に当たっては、試料の取り違い等を防止するため、識別票を添付する等により適切に取り扱うものとする。

(2) 輸送試料の取扱い

試料は、受領後ただちに識別票等により現物の確認を行った後、他の試料との

ふるいにかけて可能な範囲で、2mm以上のれき及び粗大有機物を選別除外した後、よく混合し、一定量を分取して分析試料とする。

- (4) やむを得ず試料を一時保存しなければならない場合は、分析対象物質が分解等しないように低温や凍結など適切な管理条件下で保存し、保存期間中の分析対象物質の安定性を確認するために保存安定性試験を実施する。

(削る)

7. 試料の分析

(1) 分析対象物質

分析対象物質は、被験物質に係る農薬の有効成分のほか、土壌中動態試験及び水中動態試験等において生成した主要な代謝分解物（通常、10%以上生成したものとし、 CO_2 を除く。）とする。

ただし、これらの代謝分解物のうち、毒性試験の結果等から毒性上の懸念がないことが示される場合又はそれら代謝分解物が残留するおそれがないと判断される場合は、除いてもよい。

分析対象物質の標準品の純度は、95%以上を目安とする。

(2) 分析方法

① 分析対象物質を科学的に分析できる方法により行う。

② 分析対象物質の残留量は、土壌は乾土当たりの濃度 (mg/kg)、田面水は単位面積当たりの量 (mg/m²) 及び濃度 (mg/L) で表す。

③ 同一試料について2回以上繰り返して分析を行う。

④ 分析法の妥当性は、以下の項目により確認する。

ア. 分析対象物質を含まない試料を用いて、分析操作を行い、定量を妨害するピークがないことを確認する。

イ. 分析法の精度は、分析対象物質の残留が見込まれる濃度範囲で繰り返し分析を行い、併行相対標準偏差 ($\text{RSDr} = \text{標準偏差} \div \text{平均値} \times 100$) を求めて確認する。原則、 RSDr は10%（ただし、定量限界付近においては20%）以内であること。

ウ. 回収率は、無処理区から採取した試料（畑地については土壌、水田については土壌及び田面水）に既知量の分析対象物質を添加した試料を用いて分析法に従い定量し、得られた定量値の添加量に対する比を求めて確認する。定量限界及び本試験の処理濃度とその中間付近の濃度において3回以上繰り返し測定する。

原則、回収率は添加量の70～120%であること。原則として小数点第一位を四捨五入し整数で表記する。

⑤ 定量限界は、試料について分析の全操作を行った場合に十分な回収率が得られる最低濃度とし、無処理区の試料ごとに検出限界のおおむね1～10倍になるよう分析対象物質を添加して、分析の全操作を行った場合の添加量に対する回収率が、70～120%の値が得られる濃度とする。分析は3回以上行う。

原則、定量限界は、0.01mg/kg（田面水の場合は0.01mg/L）以下（やむを得ない場合は試験期間中における有効成分の最高値の1%以下の濃度。代謝分解物については有効成分換算していない数字とする。）とする。有効数字は2桁以内とする。

⑥ 検出限界は、試料について分析の全操作を行ったと仮定した場合、分析対象物質の有無が明らかに判断できる最低濃度とする。有無が明らかに判断で

混同がないよう適切に取り扱い、速やかに分析に供するものとする。

6. 試験期間

試験期間は、原則として、供試土壌中における分析対象物質の分析値（分析対象物質が複数である場合は、それぞれの分析値をもとの化合物に換算し合計した値）が、最高濃度の濃度の10%程度に減少するまでの期間（10%程度まで減少しない場合にあっては、確実に最高濃度の濃度の2分の1に減少するまでの期間）とする。

7. 試料の分析

(1) 分析対象物質

被験物質に係る農薬の有効成分及び当該有効成分が生物的又は化学的に変化して生成した物質とする。ただし、残留量がきわめて微量であること、その毒性がきわめて弱いこと等により有害でないと認められるものは除く。

(2) 分析方法

① 分析対象物質を正確に分析できる方法により行う。

② 分析対象物質の残留量は、乾土当たりの濃度 (mg/kg) で表す。

③ 分析は、各試料ごとに少なくとも2回以上行い、これらの平均値を測定値とする。

④ 分析法の精度は、分析対象物質の残留が見込まれる濃度範囲での変動係数により確認する。

⑤ 分析法の感度は、試料について分析の全操作を行った場合に十分な回収率が得られる最低濃度である定量限界で表すこととし、試験の目的に即した感度とする。

⑥ 分析法の回収率は、定量限界及び当該農薬の残留が見込まれる濃度範囲で、無処理試料に既知量の分析対象物を添加した試料を用いて確認する。

⑦ 試料は、原則として採取後速やかに分析に供することとするが、やむを得ず試料を一時保管しなければならない場合は、適切な管理条件下に保管し、保存期間中は分析対象物質の安定性を確認するため保存安定性試験を実施する。

きるとは、例えばクロマトグラム上で当該物質の保持時間に明確なピークが認められ、試料由来の妨害ピークが重ならない等、その分析方法において当該物質の有無が明らかに判断できることをいう。検出限界は装置の試料測定感度、試料の採取量及び分析操作による濃縮割合から算出する。有効数字は2桁以内とする。

(3) 保存安定性試験

保存安定性試験は、無処理区から採取した試料に既知量の分析対象物質を添加し、分析試料と同一条件で同一期間以上保存後、分析する方法により行う。

保存後の回収率は、70%以上得られることを目安とする。なお、分析法の回収率による補正は行わない。

(4) 回収率の確認試験、保存安定性試験は、原則として、試料の種類ごとに行う。ただし、結果に影響を与えない場合は、代表的な試料又は混合した試料のみとすることができる。

8. 試験報告書に記載すべき事項

報告書には、原則として以下の事項が記載されていること。

(1) 分析事項(④～⑨については、分析対象物質毎に作成すること。)

① 分析機関名

② 被験物質名及び剤型

③ 有効成分の化学名及び成分含有率

④ 分析対象物質

⑤ 試験土壌(土壌特性(成因、土性)、試料調製場所)

⑥ 分析方法の要旨

⑦ 使用濃度及び量

⑧ ほ場試験実施機関名

⑨ 分析結果(被験物質の処理量(有効成分投下量)、処理日、試料採取日、試料送付日、試料到着日、経過日数、分析回数、試料分析日、分析値(各分析値及び平均値)及び保存日数(試料到着後分析までの期間))

以下により報告すること。

ア. 分析値は、無処理区の値を差し引くことなく、そのまま記載し、また、回収率による補正は行わない。

イ. 分析値は、定量限界の位にまとめる。ただし、有効数字は3桁以内とする。数字のまるめ方はJISZ8401-1999の規定による。

ウ. 分析値が定量限界(土壌の場合は「a mg/kg」、田面水の場合は「a mg/m³」及び「a mg/L」)未満のときは、土壌の場合は「< a mg/kg」、田面水の場合は「< a mg/m³」及び「< a mg/L」と記載する。

エ. 分析値に定量限界未満の値が含まれている場合は、平均しない。

オ. 代謝分解物の分析値は、被験物質の有効成分に換算し、報告書には換算前の値と換算後の値を記載する。

カ. 畑地の場合は、地表面から10cm、10cmから20cm及び地表面から20cmそれぞれの土壌中濃度について記載する。

キ. 水田の場合は、田面水中の残留量と土壌中の残留量を合わせて算出した土壌中濃度について記載する。

ク. 初期値については、採取土壌表面積当たり有効成分投下量を、採取土壌容積及び実測した土壌の仮比重(見かけ比重)で除して理論初期濃度を求め併記するとともに、理論初期濃度に対する最高濃度の比率も併記することが望ましい。

⑩ 分析方法の詳細

ア. 被験物質及び分析対象物質(構造式、化学名及び物理的・化学的性質)

イ. 分析方法(試薬及び機器、試料調製法、分析機器の操作条件、検量線の作

⑧ 保存安定性試験は、無処理区試料から採取した試料に既知量の分析対象物質を添加し、分析試料と同一条件で同一期間以上保管した試料を分析する方法により行う。

8. 報告事項

(1) 試験成績作成機関(試験実施機関及び分析実施機関)

(2) 被験物質

(3) 試験条件

(4) 分析対象物質

(5) 分析方法(概要及び詳細)

(6) 分析対象物質ごとの定量限界及び回収率

(7) 試料の調製方法等

(8) 分析結果(各試料採取時点の分析値)

(9) 推定半減期及び算出方法

成、分析操作、定量限界及び検出限界、回収率、保存中の安定性、参考資料、検討事項（分析法の検討）、分析フローシート（分析操作が複雑な場合）及び参考図表（クロマトグラム等））

（２）ほ場試験実施事項

① 被験物質

ア．被験物質名及び剤型

イ．有効成分名及び成分含有率

ウ．被験物質のロット番号

② ほ場試験実施機関名及び試験ほ場所在地

③ 土壌特性（土壌群、成因、土性、有機炭素含量、土壌pH、仮比重（畑地の場合は地表面から10cm及び10cmから20cmの各層の値）等）及び減水深（水田の場合）

④ 当該ほ場における作付作物及び農薬使用実績（過去１年間）

⑤ ほ場の管理（耕耘、水管理（水田の場合）、灌水の時期及び量、被験物質以外の農薬の使用状況等）

⑥ 試験区

ア．１試験区の面積

イ．施設の場合は、面積、容積及び高さ

ウ．試験区の配置図（試験区全体および周辺農地等の状況が把握できるもの）

⑦ 処理方法

処理区毎の処理日、処理濃度、処理量（10a当たり又は試験区当たり）、処理方法、処理時の環境条件等（処理時刻、処理時を含む処理日の気象概況、降雨・風が散布試験に及ぼした影響、処理時の使用器具（機械）、湛水散布時の水管理、土壌混和時の深度及び土壌水分等）

ア．展着剤の使用（処理区、展着剤名、処理濃度又は量）

イ．備考

⑧ 試料採取

処理区毎の採取日、試料採取時の天候、試料採取量、試料採取時の水深（水田の場合）、試料送付日

ア．試料採取方法

使用した器具（機械）、採取方法の詳細を記載

イ．採取後の調製・梱包方法

ウ．試料の輸送方法

⑨ 気象表

（３）推定半減期及び算出方法

以下により報告すること。

① 推定半減期は、被験物質に係る農薬の有効成分について算出する。また、毒性及び残留量の点から無視することができない代謝分解物がある場合には、該当する全ての代謝分解物の残留量（有効成分換算値）と有効成分の残留量との合計値（分析値が定量限界未満の場合には加算しないことができる。）から推定半減期を算出する。また、主要な代謝分解物の挙動に関する考察を付記する。

② 推定半減期は、原則として、有効成分及び代謝分解物が一次反応により減少すると仮定して、最小自乗法により算出する。なお、他の推定半減期を適切に算出できる方法がある場合には、それを用いてもよい。

③ （３）②の方法によって推定半減期を求めることが困難な製剤又は使用方法である場合には、180日経過時点での土壌中濃度と、処理直後の土壌中濃度との関係から半減期が180日を超えるかどうかを推定する。

④ 畑地の場合は、地表面から20cm及び地表面から10cmの土壌中濃度から、それぞれ推定半減期を算出する。

- | | |
|---|--|
| <p>⑤ 水田の場合は、(1)⑨キで算出した土壌中濃度から半減期を算出する。</p> <p>(4) 考察 (必要な場合)</p> <p>(5) 報告書は、別記様式2の資料を添付すること。</p> | |
|---|--|