

## ＜残留性に関する試験＞

### 農作物等への残留性に関する試験

#### 作物残留性試験（3-1-1）

##### 1. 目的

本試験は、農薬の農作物における残留性の程度等に関する科学的知見を得ることを目的とする。

##### 2. 供試農作物

- （1）登録申請に係る適用農作物ごとにその代表的品種及び作型を選択する。
- （2）栽培方法は、標準的な方法を選択する。特に栽培条件（施設・露地、有袋・無袋）は、残留量に大きく影響することから、施設栽培又は無袋栽培を基本とする。

##### 3. 試験区（ほ場）の設定

- （1）試験区として、被験物質処理区及び無処理区を設ける。
- （2）試験区は、分析を行う上で十分な量の供試農作物の確保できる面積を有しなければならない。
- （3）試験区は、外部からの農薬の飛散等による汚染防止措置が講じられていなければならない。
- （4）被験物質処理区は、原則として被験物質の残留の消長が確認できるよう経過日数を設定する。ただし、農作物の生育初期に使用する被験物質や土壌処理剤等限られた時期に使用される被験物質についてはこの限りでない。

##### 4. 供試農作物の栽培

- （1）供試農作物は、収穫時に市場出荷可能な状態となるよう、通常の栽培方法に従って適切に栽培管理を行う。
- （2）やむを得ず病害虫等の防除等を行わなければならない場合は、試験結果に影響を及ぼさない方法により防除等を行うこと。

##### 5. 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、長期間保管する場合には、保管中の安定性を確認する。
- （3）被験物質は、登録申請に係る使用方法（時期、回数、量等）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。ただし、試験水田において当該器具を使用することが困難な場合には、他の同等な方法で代替することができるものとする。
- （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、屋根を設置している等降雨の影響がない場合は、この限りでない。

##### 6. 試料の採取

- （1）採取部位及び採取量は、別表1に定めるところによる。
- （2）採取方法は、採取の偏りがないよう適切な採取方法とする。

- (3) 試料は、市場へ出荷できる状態のものであって、かつ、可能な限り均一なサイズ（長さ及び大きさ）のものを採取し、障害（病虫害、薬害、未熟等）のあるものは採取しない。
- (4) 試料の採取及び包装は、試料の取り違いや汚染が生じないよう適切な方法により行う。

## 7. 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、天日乾燥や機械乾燥した試料を除き、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) 輸送試料の取り扱い

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。

## 8. 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（以下「成分物質」という。）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場合は除く。

なお、展着剤については、原則として展着剤及び適用対象農薬とするが、当該展着剤の適用農薬の残留性への影響等から判断して合理的な理由がある場合にあっては、別表2に掲げるものとする。

### (2) 分析部位

分析部位は、食品、添加物等の規格基準（昭和34年12月28日厚生省告示第370号）に定めるところによる。なお、稲については、稲わらも分析すること。

### (3) 分析方法

- ① 試料は、分析部位ごとにその全量又は均質化した一部を磨砕して分析に供する。
- ② 分析対象物質を正確に分析できる方法により行う。なお、食品規格（残留農薬基準値）の設定に際して分析法が定められている場合は、当該方法による。
- ③ 分析対象物質の残留量はppmで表す。
- ④ 分析は、各試料ごとに少なくとも2回行う。
- ⑤ 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。
- ⑥ 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。
- ⑦ 分析法の回収率は、定量限界及び分析対象物質の残留が見込まれる濃度範囲で、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た試料を用いて確認する。
- ⑧ 試料は、原則として、受領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、保管期間中は、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。

- ⑨ 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管した試料を分析する方法により行う。

## 9. 報告事項

- (1) 被験物質
- (2) 供試農作物の栽培及び被験物質の施用方法等
- (3) 供試農作物の栽培期間中における気象条件（気温、降雨量、日照等）
- (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

別表1

| 作物名                  | 採取部位           | 採取量         |
|----------------------|----------------|-------------|
| 稲                    | 玄米             | 1 k g       |
|                      | 稲わら            | 5 束 (2 k g) |
| 小麦                   | 脱穀した種子         | 1 k g       |
| 大麦                   | 脱穀した種子         | 1 k g       |
| とうもろこし（未成熟とうもろこしを含む） | 未成熟 雌穂<br>乾燥種実 | 1 k g       |
| みかん                  | 果実             | 2 k g       |
| なつみかん                | 果実             | 2 k g       |
| いよかん                 | 果実             | 2 k g       |
| はっさく                 | 果実             | 2 k g       |
| ぼんかん                 | 果実             | 2 k g       |
| もも                   | 果実             | 2 k g       |
| すいか                  | 果実             | 5 k g       |
| メロン                  | 果実             | 5 k g       |
| りんご                  | 果実             | 2 k g       |
| なし（日本なし、西洋なしを含む）     | 果実             | 2 k g       |
| かき                   | 果実             | 2 k g       |
| うめ                   | 果実             | 1 k g       |
| いちご                  | 果実             | 1 k g       |
| ぶどう                  | 果実             | 1 k g       |
| ピーマン                 | 果実             | 1 k g       |
| かぼちゃ                 | 果実             | 2 k g       |
| きゅうり                 | 果実             | 2 k g       |
| トマト                  | 果実             | 2 k g       |
| ミニトマト                | 果実             | 1 k g       |
| なす                   | 果実             | 2 k g       |

|         |         |                                                                             |
|---------|---------|-----------------------------------------------------------------------------|
| えだまめ    | さや      | 1 k g                                                                       |
| さやいんげん  | さや      | 1 k g                                                                       |
| キャベツ    | 葉球      | 5 k g                                                                       |
| はくさい    | 茎葉      | 5 k g                                                                       |
| カリフラワー  | 花蕾      | 2 k g                                                                       |
| ブロッコリー  | 花蕾      | 2 k g                                                                       |
| こまつな    | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| しゅんぎく   | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| セルリー    | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| チンゲンサイ  | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| レタス     | 茎葉      | 3 k g                                                                       |
| ねぎ      | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| ほうれんそう  | 茎葉      | 1 k g                                                                       |
| にら      | 可食部     | 1 k g                                                                       |
| かぶ      | 根部      | 2 k g                                                                       |
|         | 葉部      | 1 k g                                                                       |
| だいこん    | 根部      | 5 k g                                                                       |
|         | 葉部      | 1 k g                                                                       |
| ごぼう     | 根部      | 2 k g                                                                       |
| にんじん    | 根部      | 2 k g                                                                       |
| れんこん    | 地下茎     | 2 k g                                                                       |
| しょうが    | 根茎      | 1 k g                                                                       |
| たけのこ    | たけのこ    | 2 k g                                                                       |
| たまねぎ    | 鱗茎      | 2 k g                                                                       |
| かんしょ    | 塊根      | 2 k g                                                                       |
| ばれいしょ   | 塊茎      | 2 k g                                                                       |
| こんにゃく   | 球茎      | 2 k g                                                                       |
| さといも    | 塊茎      | 2 k g                                                                       |
| やまのいも   | 塊茎(担根体) | 2 k g                                                                       |
| だいず     | 乾燥子実    | 1 k g                                                                       |
| あずき     | 乾燥子実    | 1 k g                                                                       |
| てんさい    | 根部      | 5 k g                                                                       |
| さとうきび   | 茎       | 5 k g                                                                       |
| 茶       | あら茶     | 200 g                                                                       |
| 上記以外の作物 | 可食部     | 同一試料内の変動<br>及び分析の精度確保を勘案して適宜<br>採取量を決定する。<br>なお、少なくとも<br>5個以上採取する<br>ものとする。 |

注1： みかんは、果肉と果皮は分けて分析する。

注2： 採取量の欄に掲げる量に達するに要する個数が5個未満の農作物等にあつては、それぞれ大きさのそろった5個を採取する。

別表 2

|                                                                            | 当該展着剤の適用対象農薬の残留性への影響           |                                |
|----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
|                                                                            | 適用対象農薬の残留量を増加させるおそれがないと認められる場合 | 適用対象農薬の残留量を増加させるおそれがあると認められる場合 |
| 1. 当該展着剤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                     |                                | 適用対象農薬の成分物質等                   |
| 2. 人が当該展着剤の成分物質等を長期にわたって摂取するおそれがないこと、摂取するもののその摂取量がきわめて微量であること等から安全と認められる場合 |                                | 適用対象農薬の成分物質等                   |
| 3. 上記 1 及び 2 のいずれにも該当しない場合                                                 | 展着剤の成分物質等                      | 展着剤及び適用対象農薬の成分物質等              |

農薬の登録申請に係る試験成績についての運用について（平成 13 年 10 月 10  
日付け 13 生産第 3986 号農林水産省生産局生産資材課長通知 抜粋）

＜残留性に関する試験＞

農作物等への残留性に関する試験（3－1－1、2）

作物残留性試験（3－1－1）

1. 供試農作物について

栽培条件（施設・露地、有袋・無袋）については、施設栽培又は無袋栽培が通常に行われている農作物はその栽培法を、施設栽培又は無袋栽培が普及すると思われる農作物はできるだけその栽培法を採用する。

2. 試験区について

- （1）汚染を防止するための措置としては、緩衝地帯、遮蔽措置等がある。
- （2）同一ほ場から収穫時期を変えて採取し、それぞれを別試験区としても差し支えない。

3. 供試農作物の栽培について

- （1）栽培期間中に病害虫等の発生で、他の農薬を使用する場合は、試験農薬の分析を妨害しない農薬を選択すること。
- （2）干ばつ等で供試農作物が通常の生育に満たない矮小な場合等は、試験に用いない。

4. 被験物質の取扱い及び施用について

- （1）被験物質は、密栓、密封等により適切に保管すること。開封後長期間保管する場合であっても1年間を限度とする。
- （2）被験物質の調製後、速やかに施用できない場合は、再度調製の上施用する。
- （3）展着剤を加用する場合は、慣行の使用方法で行う。

5. 試料の採取について

- （1）採取は、乱数表による無作為法又はS字若しくは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。ただし、登録申請の適用場所が水田畦畔の場合は、処理した畦畔に沿って採取すること。
- （2）採取に使用する用具、袋等は清浄であることを確認して使用する。
- （3）採取及び包装は無処理区から行い、手、用具又は衣服から試料が汚染されることを

避ける。

- (4) 試料の取扱いに当たっては、表面に付着している被験物質を除去しないように注意する。
- (5) 採取した試料は試験区毎（場合によっては個々）にそれぞれ包装し、輸送中に破損しないようにする。

## 6. 試料の取扱いについて

- (1) 受領した試料は到着後、速やかに写真（試料の大きさ又は状態が分かるようなもの）を撮る。
- (2) 受領した試料を保管する場合は、冷蔵の場合は5℃以下、冷凍の場合は-20℃以下で保管するものとする。
- (3) 保管する場合は、保存安定性試験を実施する。

## 7. 試料の分析について

### (1) 分析対象物質

分析対象物質は、当該農薬の有効成分のほか、植物体内運命試験等において生成した主要な代謝物（通常、10%以上生成したものとし、CO<sub>2</sub>を除く。）とする。

ただし、これらの代謝分解物の内、毒性上問題ないことが知られている場合、毒性試験の結果（通常は急性毒性及び突然変異原性）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、除く。

分析対象物質の標準品の純度は、おおむね95%以上を目安とする。

### (2) 分析部位

- ① ももについては、参考として果皮も分析することが望ましい。
- ② 茶については、参考として食品規格に基づく熱湯抽出法についても分析することが望ましい。
- ③ 登録申請の使用時期が生育初期に該当する大根については、間引菜及びつまみ菜も分析すること。なお、試験は、それぞれ1例以上とし、分析は1分析以上（分析機関の要件は問わない。）とする。

### (3) 分析方法

食品規格の設定に際して定められた分析法があっても、それらの分析法では適切な分析ができないおそれがある場合には他の分析法を用いて差し支えない。分析方法は必要な精度、定量限界及び回収率を有するものとする。

- ① 同一試料について2回以上繰り返して分析を行い分析値とする。
- ② 当該分析方法は原則として、標準偏差パーセント（変動係数＝標準偏差÷平均値×100）が10%（ただし、定量限界付近においては20%）以内の精度（代謝物については親化合物換算していない数字とする。）を有するものであること。
- ③ 無処理区の試料に定量限界量及び当該農薬の残留が見込まれる濃度になるよう、分析対象物質を添加して3回以上繰り返し分析を行い、平均及び変動係数を求める。
- ④ 定量限界は、食品規格が定められている農薬については、基準値の1/10を目途に、その他の農薬では通常0.01～0.05ppmを目途に設定し、試料について、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を定量限界とする。分析は3回以上行う。定量限界の有効数字は、2桁以内とする。
- ⑤ 回収率は70～120%の範囲とし、回収率の試験は、ほ場試験場所ごとの試料につ

いて行う。

- 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かに判断できる最低濃度とする。有無が明かに判断できるとは、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る、試料由来の妨害ピークが目的とするピークに重ならないなど、その分析法において当該物質の有無が明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、試料の採取量又は分析操作による濃縮割合から算出する。

検出限界の有効数字は、2桁以内とする。

- ⑦ 試験成績の精度確保のため、「試験所及び校正機関の能力に関する一般的要求事項 (ISO / IEC Guide 17025)」や FAO / WHO 合同国際食品規格委員会 (コーデックス委員会) が策定した「残留分析に関する試験施設での適正実施のガイドライン (CAC / GL 40)」等を参考として精度管理を行う等の必要な措置を講ずること。

(参考文献)

- ・General requirements for the competence of testing and calibration laboratories:ISO/IEC 17025
- ・Guidelines on Good Laboratory Practice in Pesticide Residue Analysis:CAC/GL 40

#### (4) 保存安定性試験について

- ① 分析試料を有姿で保存し、保存安定性試験は磨砕試料で行なっても差し支えない。
- ② 保管後の回収率は、70%以上得られること。(回収率の試験による補正によらないこと。)

### 8. 報告事項について

#### (1) 分析値

- ① 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。
- ② 代謝物の分析値は、本体と代謝物の分子量を基に、本体に換算した値も記載する。
- ③ 分析結果は、分析対象物質・分析部位毎 (ホール換算) にまとめる。
- ④ 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 JIS Z8401-1999 の規定による。
- ⑤ 分析値が定量限界「a p p m」未満の時は「< a p p m」と記載する。
- ⑥ 食品規格の設定に際して定められた告示分析法以外の分析法を用いた場合、又は告示分析法を変更した分析法を用いた場合は、分析法確立の経緯を添付する。
- ⑦ 回収率の有効数字は原則として小数点第一位を四捨五入し整数で表記する。
- ⑧ 抗生物質等の農薬が検出されたかどうかを判断する試験においては、分析値が定量限界以下であっても、農薬の検出の有無について、参考資料として記載すること。
- (2) 生産量の少ない農作物に係る作物残留分析を次の施設で分析を行った場合は、登録検査機関としての認定証等の写しを添付する。
- ① 食品衛生法第33条の規定に基づく食品等の登録検査機関としての登録を受けている施設。
- ② 計量法第107条の規定に基づく濃度に係る計量証明の事業としての登録を受けている施設。

- ③ 国際的な試験所認定規格への適合認定を受けている施設。

## 9. 報告書について

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 (①～⑨については、分析対象物質毎に別様で作成すること。)

- ① 分析機関名
- ② 被験物質名及び剤型
- ③ 分析対象物質
- ④ 供試農作物名及び分析部位
- ⑤ 分析法の概要
- ⑥ 使用目的
- ⑦ 使用濃度及び量
- ⑧ ほ場試験場所
- ⑨ 分析結果 (供試試料、使用濃度及び量、処理日、試料採取日、試料到着日、処理回数、経過日数、分析回数、試料分析日、分析値 (較差値及び平均値) 並びに試料到着後分析までの期間)
- ⑩ 分析法の詳細
  - 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、分析フローシート及び試料重量表)、参考添付図表 (クロマトグラム等) 並びに供試試料の作物写真)
- ⑪ 精度管理の概要

(2) ほ場試験実施事項

- ① 被験物質
  - ア. 一般名及び剤型
  - 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 農作物名及び品種名
- ③ 試験実施機関名及び試験ほ場所在地
- ④ 土性 (砂土、砂壤土、壤土、埴壤土又は埴土) 及び減水深 (cm)
- ⑤ 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)
- ⑥ 栽培概要
  - 播種期、移植期、施肥の種類・量・時期、樹齢、栽植密度 (畝間又は株間)・株数 (10アールあたり)、水管理、被覆資材 (茶については遮蔽率)、いちご、おうとう等の被覆時期、茶の寒れい紗・トンネル栽培の被覆時期、露地・施設の別、有袋・無袋の別及び収穫期間 (適期) 等
- ⑦ 生育段階
- ⑧ 被験物質以外に使用した農薬
- ⑨ 試験区
  - ア. 1試験区の面積及び本 (株) 数
  - 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)

⑩ 処理方法

処理区毎の処理月日、処理濃度、処理量（10アール当たり又は試験区あたり）処理時の生育段階、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）、樹幹塗布、湛水散布時の水管理、土壌混和時の深度及び土壌水分、種子消毒時の水温及び液比等）

ア．展着剤の使用（処理区、展着剤名、処理濃度又は量）

イ．備考

⑪ 試料採取

処理区毎の採取月日、試料採取時の時刻及び天候、試料採取順序、試料送付量、試料送付月日、送付試料の概況（試料の大きさ（ばらつきの有無も含む）、熟期（やや早い、通常、やや過熟）、その他の特記事項及びその原因）

ア．試料採取方法

使用した器具（機械）、採取方法の詳細、採取後乾燥等のための輸送方法を記載

イ．採取後の調製・梱包方法

ウ．試料の輸送方法

⑫ 気象表

（３）作物残留性に関する考察（必要な場合）