

肥料の鑑定方法
(2019)

Identification Methods for Fertilizers
(2019)

独立行政法人
農林水産消費安全技術センター

序

独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMIC)は、農林水産行政と密接に連携しつつ、農業生産資材(肥料、農薬、飼料及び土壌改良資材)や食品を対象として科学的な検査・分析を行い、農業生産資材の安全の確保、食品等の品質の改善・表示の適正化等に技術で貢献することを使命に掲げ、検査業務に取り組んでいます。

このうち、肥料の検査・分析については、肥料の品質確保等に資するため、肥料中の成分を定量するための「肥料等試験法」を定め、試験法の性能を調査するとともに、分析機器の進歩や新たな成分等に対応する試験方法の開発を行い、これらの成果をFAMICのホームページに掲載しています。

一方、肥料の形態観察、定性試験による肥料の有効成分の確認などの鑑定方法は、FAMICの前身である農林省神戸肥飼料検査所が、昭和38年に「実用肥料鑑定法」を発行して以来改訂がなく、肥料生産業者や検査指導機関など肥料関係各方面から、新たな肥料や測定器の進歩に対応した鑑定方法等の公開が望まれておりました。

このため、今般、ふるい分け、比重分離など試料の調製操作及び顕微鏡観察、機器による同定など検出方法を体系的に整理するとともに、試験紙による肥料成分の検出方法やX線回折装置による肥料の定性試験法などの新たな同定方法を収載した「肥料の鑑定方法(2019)」を作成し、FAMICのホームページに掲載しました。編集にあたっては、「肥料等試験法」と同様に個別の操作を明確にするとともに、試料の調製から検出までの流れを図示して、鑑定方法の全体像を把握できるよう工夫するなど、より分かり易い記載となるよう心懸けました。

本鑑定方法が肥料等の生産・品質管理、検査などに携わる方々にとりまして、品質の確保等の一助になれば幸いです。

最後に、「肥料の鑑定方法(2019)」の作成にあたり、肥料等技術検討会肥料等試験・サンプリング法検討部会の検討委員の皆様には、技術的な内容についてのご指導を賜り厚く感謝の意を表します。

2019年12月

独立行政法人農林水産消費安全技術センター
理事長 木内 岳志

2019年度肥料等技術検討会

肥料等試験・サンプリング法検討部会 検討委員

(敬称略、五十音順、所属は2019年12月当時)

- | | |
|-------|--|
| 相崎万裕美 | 公益財団法人 肥料科学研究所 常務理事 |
| 伊佐川 聡 | 一般財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所 副所長 |
| 今川俊明 | 公益財団法人 日本肥糧検定協会 理事長 |
| 矢島和幸 | 一般社団法人 新潟県環境衛生中央研究所 環境部 環境分析課
技術参与 |
| 安井明美 | 国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構 食品研究
部門 アドバイザー |
| 渡邊敬浩 | 国立医薬品食品衛生研究所 安全情報部 第一室長 |

目次

1. 共通事項	1
1.1 概要及び適用範囲	1
1.2 共通する一般事項及び用語	1
2. 試料の取扱い	3
2.1 ふるい分け	4
2.2 比重分離	5
2.3 微粉碎	8
2.4 アルカリ処理	9
2.5 酸処理	10
3. 形態観察	11
3.1 光学顕微鏡による同定	11
3.2 肉眼又は実体顕微鏡による同定	12
4. 肥料成分の検出	13
4.1 試薬による定性試験	13
4.1.1 尿素性窒素	13
4.2 試験紙による定性試験	15
5. 機器による同定	18
5.1 X線回折装置による同定	18

1. 共通事項

1.1 概要及び適用範囲

肥料及び肥料原料の鑑定方法として、外観等の性状の観察方法、定性試験により有効成分を検出する方法、機器による確認方法がある。肥料等の鑑定方法の流れ(一例)を図1に示したが、これらを必要に応じて組み合わせて実施し、物質の同定等を総合的に判断する。

なお、各試験における対象試料は、各方法及び各試験項目の概要に記載する。

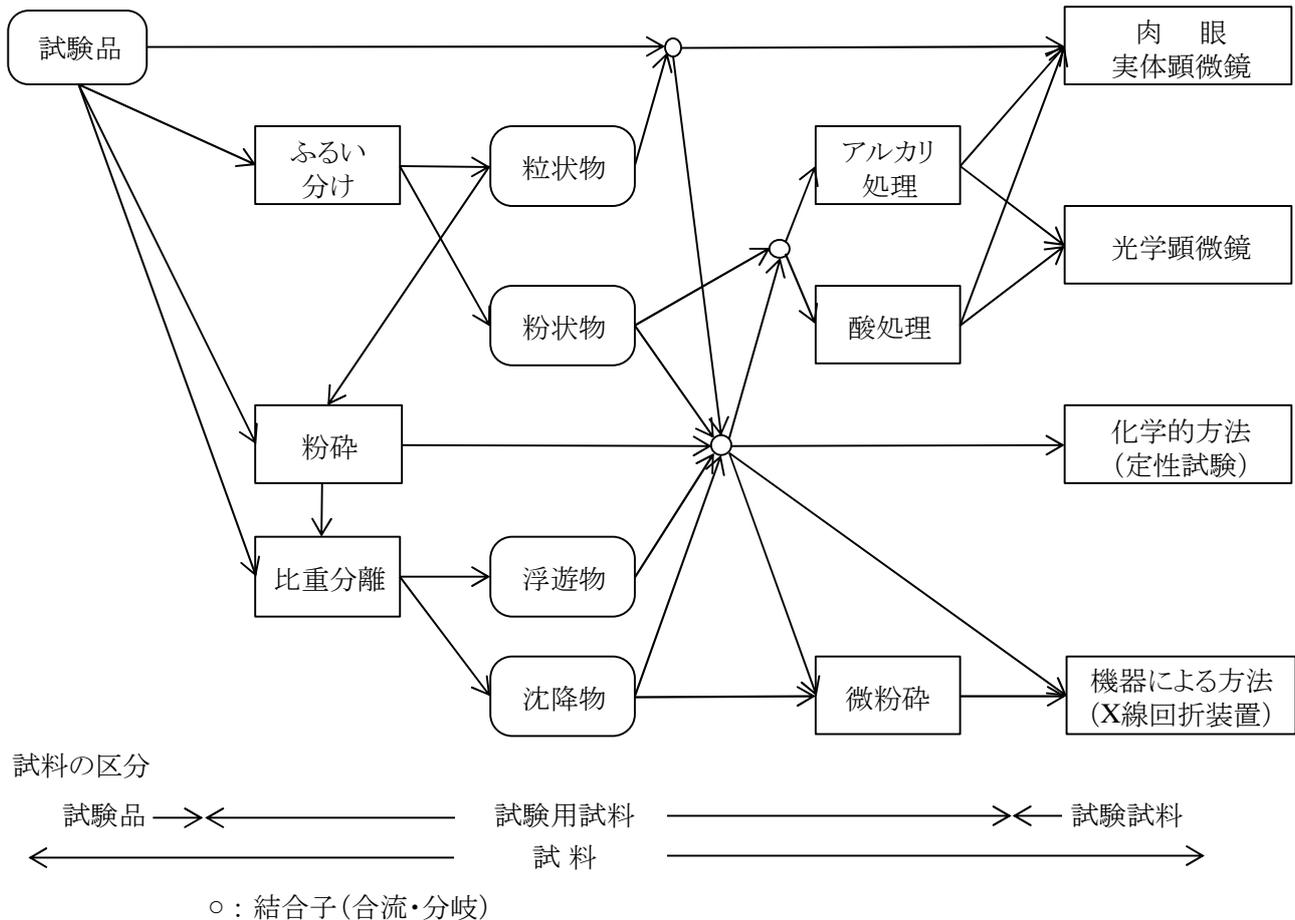


図1 鑑定方法の流れ(一例)

1.2 共通する一般事項及び用語

共通する一般事項及び用語は、肥料等試験法を準用する。ただし、「肥料等試験法」は「肥料の鑑定方法」と読み替えるものとする。

備考 1. 参考のため、この鑑定方法において用いられる試料、肥料の形態等の用語を抜粋し、次に示す。なお、「分析用試料」は「試験用試料」、また、「分析試料」は「試験試料」と読み替えるものとする。

<肥料等試験法(2019)の記述の抜粋>

1.1 共通事項

(2) 共通する一般事項、操作方法及び用語

(2.2) 日本産業規格(JIS 規格)を引用する一般事項及び用語

- c) **試験品** 試験室へ搬送された試料。JIS K 0211 に規定する試験室試料。
- d) **分析用試料** 試験品を粉碎等の予備処理を行った試料。JIS K 0211 に規定する測定用試料。
- e) **分析試料** 試験品又は分析用試料からはかりとった 1 回の試験に用いられる試料。JIS K 0211 に規定する測定試料又は分析試料。
- f) **試料** この試験法における試料とは、c) 試験品、d) 分析用試料又は e) 分析試料を示す。

(2.3) 肥料等試験法における記述方法、操作方法及び用語

- b) **有機物** 有機質肥料、汚泥肥料、堆肥等の肥料及び肥料原料をいう。ただし、尿素、尿素化合物等の有機化合物を除く。
- c) **現物** 有姿(試験品)の状態のものをいう。
- d) **乾物** 現物から乾燥減量を除いたものをいう。

2. 試料の取扱い

試料の取扱いは、肥料等試験法を準用する。

なお、同定、検出等が困難な場合は、**2.1～2.5** のいずれか又は組み合わせた処理を実施し、試験用試料を調製する。

備考 1. 肥料等試験法の試料の取扱いの準用する項目の例を次に示す。なお、「分析用試料」は「試験用試料」、また、「分析試料」は「試験試料」と読み替えるものとする。

<肥料等試験法(2019)の記述の抜粋>

2.2 試料の保存

2.3 分析用試料の調製

2.3.1 予備乾燥

2.3.2 縮分(分割)

2.3.3 粉碎

2.1 ふるい分け

(1) 概要

粒度の異なる混合物等は必要に応じてふるい分けを実施する。

(2) 器具 器具は、次のとおりとする。

a) **ふるい**： JIS Z 8801 に規定する試験用ふるい。

(3) 乾式ふるい分け操作 混合物等は必要に応じてふるい分けを実施する。ふるい分けは、JIS Z 8815 及び次のとおり行う。

a) 受器の上に、目開きの大きいふるいが上段になるように重ねる。

b) 試料の約 10 g を最上段のふるいに入れる。

c) 蓋をした後、重ねたふるいを両手で持ち、水平面内を一定方向に、振幅約 70 mm、1 分間約 60 往復の割合で振動させる。

d) 各ふるい上及びふるい下を試験用試料とする。

参考文献

1) JIS Z 8815: ふるい分け試験方法通則 (1994)

2) JIS K 0069: 化学製品のふるい分け試験方法 (1992)

2.2 比重分離

(1) 概要

比重液を用いて試料を分離する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **比重液(1)**：ポリタングステン酸ナトリウム、JIS K 8514 に規定する臭化ナトリウム、JIS K 8549 に規定する硝酸カルシウム四水和物又は JIS K 8111 に規定する塩化亜鉛の飽和水溶液を調製する。使用に際して、調製した飽和水溶液に適宜水を加えて希釈し、JIS B 7525-3 に規定する浮ひょう型比重計を用いて比重を確認する。
- b) **比重液(2)**：JIS K 8322 に規定するクロロホルム。比重 1.5
- c) **エタノール**：JIS K 8102 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

備考 1. 比重液の確認は JIS Z 8804 又は JIS K 0061 を参考に実施する。

備考 2. 比重液に用いられる試薬の中には毒性を有するものがあるので、予め安全データシート(SDS)を確認し、排気施設内での使用、手袋及び防護眼鏡の着用などを実施し、蒸気を吸引、皮膚等に付着しないよう十分な注意を払って取扱う。

(3) 比重分離操作 比重分離は、次のとおり行う。

(3.1) 水溶性物質を分離しない場合

- a) 試料 1 g をはかりとり、共栓試験管 10 mL に入れる。
- b) 比重液(1)約 7 mL を加える。
- c) ふたをして振り混ぜる。
- d) 静置後、浮遊物を駒込ピペット又は葉さじでシャーレ又はビーカーに移す⁽¹⁾。
- e) 試験管の溶液を除去し、沈降物を葉さじでシャーレ又はビーカーに移す。
- f) d)の浮遊物及び e)の沈降物を必要に応じて水で洗浄し、試験用試料とする。

注(1) 浮遊物を移しにくい場合は、浮遊物が試験管上部に浮き上がるまで比重液を加える。

(3.2) 水溶性物質を分離する場合

- a) 試料 1 g をはかりとり、共栓試験管 10 mL に入れる。
- b) 比重液(2)約 7 mL を加える。
- c) ふたをして振り混ぜ、ふたに付着した試料を比重液で試験管に洗い込む。
- d) 静置後、浮遊物を駒込ピペット又は葉さじでシャーレ又はビーカーに移し⁽¹⁾、風乾する。
- e) 試験管の溶液を除去し、沈降物を葉さじでシャーレ又はビーカーに移し、風乾する。
- f) d)の浮遊物及び e)の沈降物を試験用試料とする。

参考文献

- 1) JIS Z 8804: 液体の密度及び比重の測定方法 (2012)
- 2) JIS K 0061: 化学製品の密度及び比重測定方法 (2001)
- 3) JIS Z 8807: 固体の密度及び比重の測定方法 (2012)

4) 福島正文：流通肥料の比重調査について，肥検回報，**33 (3)**，19~26 (1980)**参考資料**

比重分離の操作において、参考となる流通肥料の比重の調査結果を発行者(公益財団法人 日本肥糧検定協会)の許可を得て表1に示す。ただし、表1の肥料の種類欄は「肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件」(昭和61年2月22日 農林水産省告示第284号、改正令和元年6月21日 農林水産省告示第455号)の肥料の種類に従って編集。

なお、複合肥料中の原料として用いられた肥料は、製品の加工工程(造粒等)により比重が大きく変わることがあるので留意すること。

表1 肥料の比重

肥料の分類	肥料の種類	試料数 ^{a)}	比重 ^{b)}
窒素質肥料	硫酸アンモニア	11	1.76 ~ 1.80
	塩化アンモニア	4	1.52 ~ 1.54
	硝酸アンモニア	3	1.67 ~ 1.71
	硝酸ソーダ	1	2.00
	硝酸石灰	4	1.97 ~ 2.04
	腐植酸アンモニア肥料	1	1.54
	尿素	6	1.31 ~ 1.54
	アセトアルデヒド縮合尿素	1	1.44
	イソブチルアルデヒド縮合尿素	1	1.26
	オキサミド	1	1.66
	石灰窒素	4	2.12 ~ 2.30
	副産窒素肥料	2	1.67 ~ 1.80
	りん酸質肥料	過りん酸石灰	7
重過りん酸石灰		5	2.19 ~ 2.33
熔成りん肥		4	2.95 ~ 2.99
焼成りん肥		1	2.99
加工りん酸肥料		13	2.30 ~ 2.70
副産りん酸肥料		7	1.78 ~ 2.89
加里質肥料	硫酸加里	5	2.56 ~ 2.63
	塩化加里	8	1.97 ~ 2.03
	硫酸加里苦土	3	2.56 ~ 2.79
	重炭酸加里	1	2.14
	腐植酸加里肥料	1	1.65
	けい酸加里肥料	1	2.59
	副産加里肥料	3	1.57 ~ 2.47
有機質肥料	魚かす粉末	5	1.33 ~ 1.51
	甲殻類質肥料粉末	2	1.62 ~ 1.70
	肉骨粉	3	1.48 ~ 1.66
	蒸製てい角粉	2	1.32
	蒸製毛粉	3	1.28 ~ 1.42

a) 調査した試料数

b) 空気比較式比重計を用いて測定した比重

表1 肥料の比重(続き)

肥料の分類	肥料の種類	試料数 ^{a)}	比重 ^{b)}
有機質肥料	乾血及びその粉末	1	1.18
	生骨粉	2	1.86 ~ 2.26
	蒸製骨粉	4	1.69 ~ 1.90
	蒸製皮革粉	4	1.37 ~ 1.41
	干蚕蛹粉末	1	1.25
	絹紡蚕蛹くず	1	1.27
	大豆油かす及びその粉末	3	1.26 ~ 1.30
	なたね油かす及びその粉末	5	1.32 ~ 1.37
	わたみ油かす及びその粉末	2	1.40 ~ 1.41
	落花生油かす及びその粉末	1	1.38
	あまに油かす及びその粉末	1	1.36
	ごま油かす及びその粉末	1	1.42
	ひまし油かす及びその粉末	2	1.38 ~ 1.44
	米ぬか油かす及びその粉末	1	1.45
	カポック油かす及びその粉末	1	1.42
	たばこくず肥料粉末	1	1.47
	えんじゅかす粉末	1	1.33
	加工家きんふん肥料	2	1.49 ~ 1.51
	副産植物質肥料	1	1.32
	魚廃物加工肥料	1	1.65
乾燥菌体肥料	2	1.32 ~ 1.38	
混合有機質肥料	1	1.26	
複合肥料	化成肥料	30	1.64 ~ 2.22
	配合肥料	9	1.54 ~ 1.99
	成形複合肥料	2	1.79 ~ 1.84
	吸着複合肥料	2	1.22 ~ 1.88
	副産複合肥料	1	1.88
石灰質肥料	生石灰	1	2.81
	消石灰	3	2.36 ~ 2.49
	炭酸カルシウム肥料	4	2.77 ~ 2.84
	副産石灰肥料	2	2.41 ~ 3.11
けい酸質肥料	けい灰石肥料	1	2.14
	鉍さいけい酸質肥料	8	2.66 ~ 3.13
苦土肥料	硫酸苦土肥料	6	2.18 ~ 2.58
	水酸化苦土肥料	1	2.38
	加工苦土肥料	2	2.38 ~ 2.59
	腐植酸苦土肥料	1	1.72
	副産苦土肥料	3	2.26 ~ 3.11
マンガン質肥料	硫酸マンガン肥料	4	2.80 ~ 2.99
ほう素質肥料	ほう酸塩肥料	2	1.80 ~ 1.88
	加工ほう素肥料	1	2.06
微量要素複合肥料	熔成微量要素複合肥料	1	3.06
	混合微量要素肥料	1	2.33

2.3 微粉碎

(1) 概要

試料を乳鉢で微粉碎し、X線回折による同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 器具 器具は、次のとおりとする。

- a) **乳鉢**: メノウ製乳鉢。
- b) **乳棒**: メノウ製乳棒。

(3) 微粉碎操作 微粉碎は、次のとおり行う。

- a) 少量の試料を乳鉢に入れ、乳棒を用いてよく磨り潰す。
- b) 均質に混合して試験用試料とする。

2.4 アルカリ処理

(1) 概要

試料を水酸化ナトリウム溶液(50 g/L)で煮沸し、植物質、動物質の骨等の同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) ホットプレート

(3) アルカリ処理操作

- a) 試料 1 g～2 g をはかりとり、トールビーカー 500 mL に入れる。
- b) 少量のエタノールを加えて試料を潤し、水酸化ナトリウム溶液(50 g/L) 150 mL を加える。
- c) トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレートで加熱して 30 分間煮沸する。
- d) ビーカーの上部まで水を加えて静置する。
- e) 傾斜又は吸引により、浮遊物及び水層を除く。
- f) 水層が透明になるまで d)～e) の操作を繰り返す。
- g) 残留物を試験用試料とする。

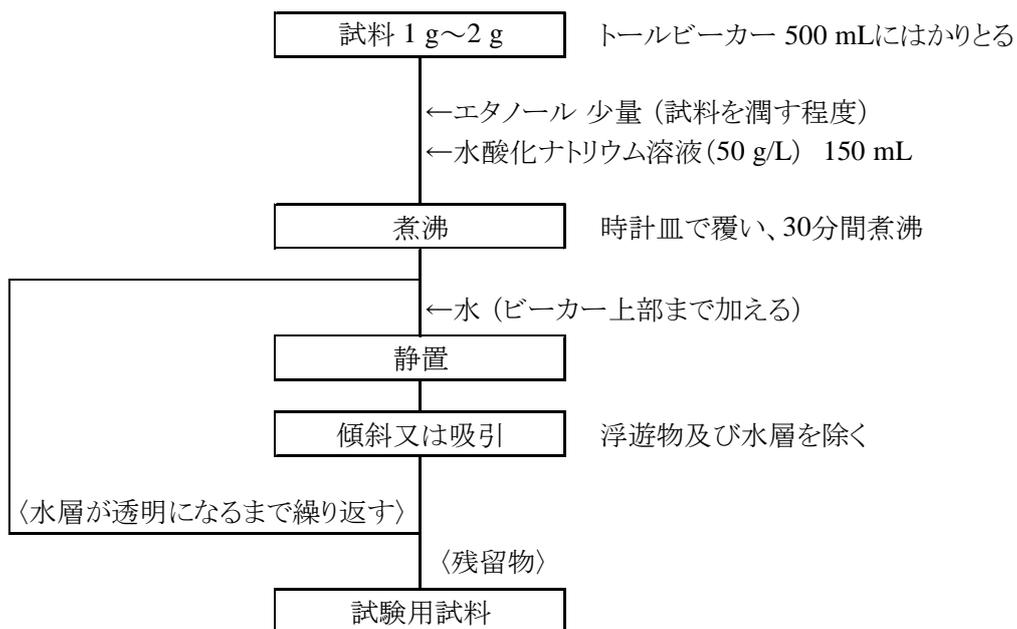


図1 アルカリ処理操作

2.5 酸処理

(1) 概要

試料を硫酸(1+34)で煮沸し、動物質等の同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) ホットプレート

(3) 酸処理操作

- a) 試料 1 g～2 g をはかりとり、トールビーカー 500 mL に入れる。
- b) 硫酸(1+34) 150 mL を加える。
- c) トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレートで加熱して 15 分間煮沸する。
- d) ビーカーの上部まで水を加えて静置する。
- e) 傾斜又は吸引により、浮遊物及び水層を除く。
- f) 水層が透明になるまで **d)**～**e)** の操作を繰り返す。
- g) 残留物を試験用試料とする。

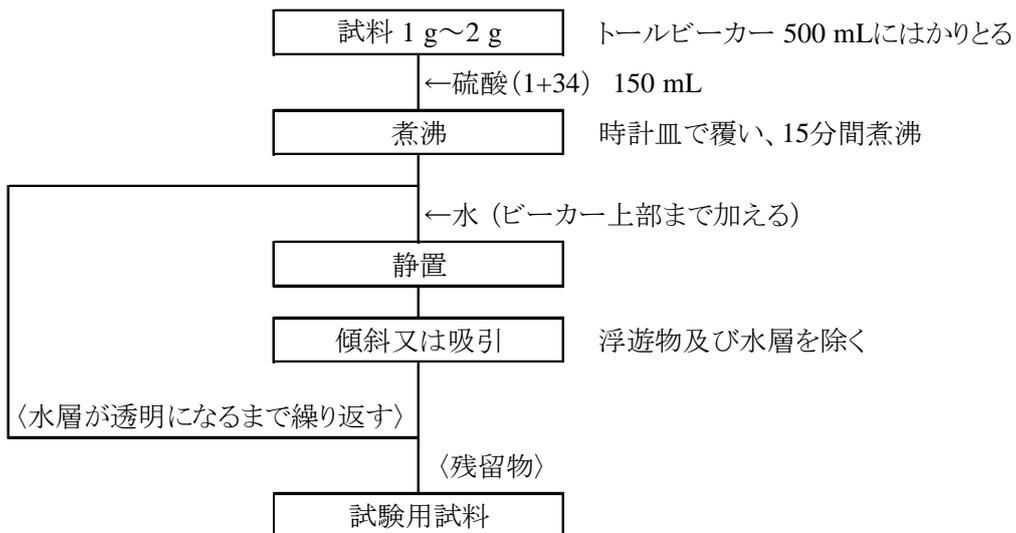


図1 酸処理操作

3 形態観察

3.1 光学顕微鏡による同定

(1) 概要

この試験法は植物質又は動物質有機物を含む肥料に適用する。

光学顕微鏡を用いて **2.4 アルカリ処理** 又は **2.5 酸処理** により得られた試験用試料(残留物)の組織及び細胞の形状、構造及び色調を観察する。

備考 1. 植物質、動物の骨等を同定する場合はアルカリ処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。また、動物質等の同定をする場合は酸処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。

(2) **装置** 装置は、次のとおりとする。

a) **光学顕微鏡** JIS B 7153 に規定する測定顕微鏡

(3) **同定** 同定は、次のとおり行う。

a) 試験試料⁽¹⁾をスライドガラスに乗せ、カバーガラスをかけてプレパラートを作製する。

b) プレパラートを光学顕微鏡で観察する。

c) 既知の試料又はその写真と比較し、観察した物質を同定する。

注(1) 2.4 又は 2.5 で得られた試験用試料(残留物)から採取した試験試料。

3.2 肉眼又は実体顕微鏡による同定

(1) 概要

この方法は肥料及び肥料原料に適用する。

肉眼又は実体顕微鏡を用いて試料の形状、色沢及び光沢を観察する。また、実体顕微鏡を用いて **2.4 アルカリ処理** 又は **2.5 酸処理** により得られた試験用試料(残留物)の組織及び細胞の形状、構造及び色調を観察する。

備考 1. 植物質、動物の骨等を同定する場合はアルカリ処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。また、動物質等の同定をする場合は酸処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) **実体顕微鏡** JIS B 7139-1 に規定する双眼実体顕微鏡

(3) 同定 同定は、次のとおり行う。

- a) 試料を肉眼又は実体顕微鏡で観察する。
- b) 既知の試料又はその写真と比較し、観察した物質を同定する。

参考 大豆油かす及びその粉末を観察した例を次に示す。

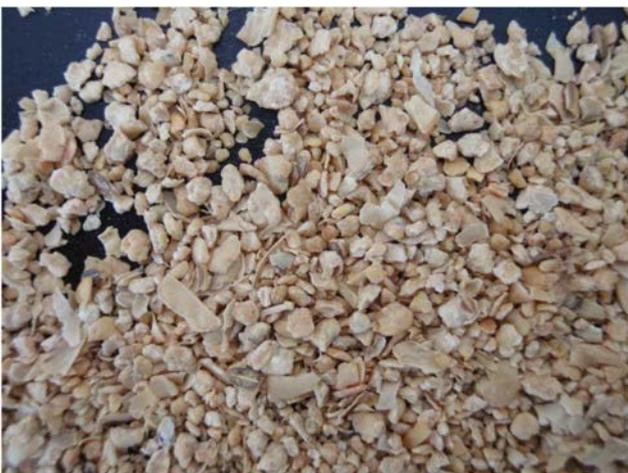


写真 1 大豆油かす及びその粉末(試験品)
試験品：現物

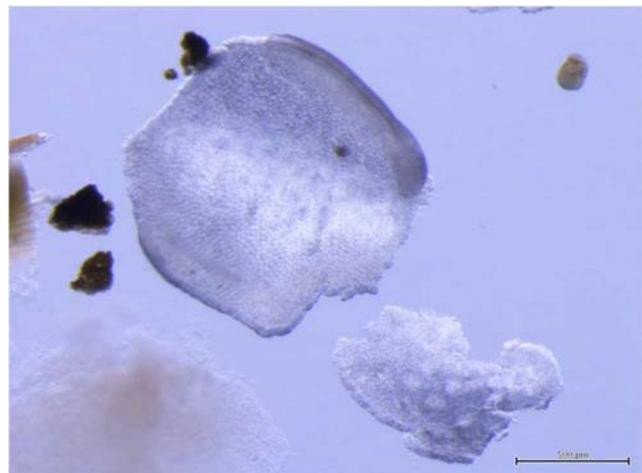


写真 2 大豆油かす及びその粉末(試験試料)
試験試料：アルカリ処理残留物

4. 肥料成分の検出

4.1 試薬による定性試験

4.1.1 尿素性窒素

(1) 概要

この試験法は尿素性窒素を含む肥料に適用する。

水を試験試料に加えて抽出し、*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド溶液を加えて、微黄色から黄緑色への反応により、尿素性窒素(U-N)の有無を判定する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **発色試薬溶液**⁽¹⁾: JIS K 8496 に規定する *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 2 g を JIS K 8101 に規定するエタノール(99.5) 100 mL 及び JIS K 8180 に規定する塩酸 100 mL に溶かし、着色瓶に貯蔵する。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(3) 試験操作 操作例であり、操作に必要な量で試験する。

(3.1) 抽出

- a) 試料 0.5 g～5 g⁽²⁾をはかりとり、共栓三角フラスコ又は共栓試験管に入れる。
b) 10 倍量の水を加えて振り混ぜる。
c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

注(2) 試験品から抽出した粒子 1 粒を用いてもよい。

備考 1. (3.1)c)の上澄み液の濁り等で定性反応に影響を及ぼすおそれがある場合、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

(3.2) 定性反応

- a) 試料溶液約 2 mL を試験管にとる。
b) 発色試薬溶液約 2 mL を加え、振り混ぜる。

(3.3) 判定

- a) 試料溶液に尿素性窒素(U-N)が含まれている場合には、黄緑色となる。

参考 尿素性窒素(U-N)の呈色の例を次に示す。

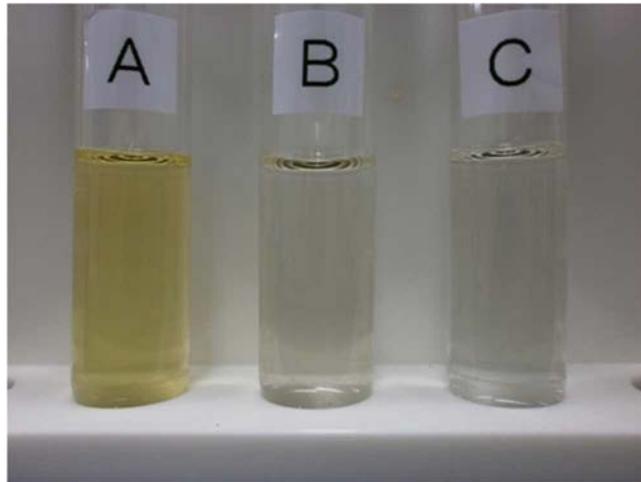


写真 1

尿素性窒素(U-N)として4.6%
(質量分率)含有する化成肥料

- (A) 発色試薬添加後
- (B) 発色試薬添加前
- (C) 試料空試験

備考 2. この試験法の尿素性窒素(U-N)の検出下限は化成肥料中で0.1%(質量分率)程度である。なお、魚かす粉末等の動植物質由来の肥料は抽出液が黄色を呈すことから定色反応有無の判断が困難となる場合がある。

参考文献

- 1) 五十嵐総一, 八木啓二, 添田英雄, 豊留夏紀, 有隅孝子, 石崎和宏: 化学反応による定性試験, 肥料研究報告, **8**, 201~206 (2015)
- 2) 飼料分析基準研究会: 飼料分析法・解説 -2009- III, p.1735~1736, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター, 埼玉 (2009)
- 3) 全国農業協同組合連合会肥料農薬部: 肥料の担当者のための肥料のやさしい鑑定法, p.44~58, (1986)

4.2 試験紙による定性試験

(1) 概要

この試験法は水又はくえん酸溶液に溶解する成分を含有する肥料に適用する。

水又はくえん酸溶液を試験試料に加えて抽出し、試験紙を溶液に反応させ、試験紙の呈色により、成分の含有の有無を判定する。

(2) 試薬等 試薬等は、次による。

- a) くえん酸溶液⁽¹⁾: JIS K 8283 に規定するくえん酸一水和物 20 g を水に溶かして 1000 mL とする。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(3) 器具 器具は、次による。

- a) 試験紙又は試験紙キット: アンモニウムイオン用試験紙、硝酸イオン用試験紙、りん酸イオン用試験紙、カルシウムイオン用試験紙、亜鉛イオン用試験紙又はこれらを含むキット。市販されている試験紙の名称及び各試験紙の検出範囲は表 1 のとおり。

表 1 検出対象イオンと市販されている試験紙の例

検出対象イオン	試験紙の種類	測定濃度範囲(mg/L)
アンモニウムイオン	MQuant TM Ammonium Test	10 ~ 400
硝酸イオン	MQuant TM Nitrate Test	10 ~ 500
	QUANTOFIX [®] Nitrate/Nitrite	10 ~ 500
りん酸イオン	MQuant TM Phosphate Test	10 ~ 500
カルシウムイオン	MQuant TM Calcium Test	10 ~ 100
	QUANTOFIX [®] Calcium	10 ~ 100
亜鉛イオン	MQuant TM Zinc Test	4 ~ 50
	QUANTOFIX [®] Zinc	2 ~ 100

(4) 試験操作 操作例であり、操作に必要な量で試験する。

(4.1) 抽出

(4.1.1) 水溶性成分

- a) 試験試料⁽¹⁾ 0.5 g ~ 5 g をはかりとり、共栓試験管⁽²⁾ 10 mL 又は共栓三角フラスコ 100 mL に入れる。
 b) 試験試料の約 20 倍量の水を加えて振り混ぜる⁽³⁾。
 c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

(4.1.2) く溶性成分

- a) 試験試料⁽¹⁾ 0.5 g ~ 5 g をはかりとり、共栓試験管⁽²⁾ 10 mL 又は共栓三角フラスコ 100 mL に入れる。
 b) 試験試料の約 20 倍量のくえん酸溶液を加えて振り混ぜる⁽³⁾。
 c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

注(1) 試験品から抽出した粒子 1 粒を用いてもよい。

注(2) 樹脂製の共栓又はネジロチューブを用いることができる。

注(3) 振り混ぜは通常 30 秒程度だが、抽出が困難な試料においては 1 時間振り混ぜるとよい。

備考 1. 肥料を粉砕する前に、ピンセット等で特定の原料を選別し、その原料(試験試料)に対し(4.1)以降の操作を行うことで、試験試料に含まれる成分の有無を判定できる。

備考 2. (4.1.1)c)及び(4.1.2)c)の操作で試料溶液に濁りが生じ、定性反応に影響を及ぼすおそれがある場合、ろ紙 3 種でろ過し、ろ液を試料溶液とする。

備考 3. 検出対象成分が試験紙の測定対象範囲を超過して含まれる場合は、呈色が不鮮明となり正確な判定ができない場合があるため、必要に応じ試料溶液の上澄み液の一定量を水で希釈する。

例) 石灰を高濃度に含む試料では、カルシウムイオン用試験紙の呈色が不鮮明になる場合がある。

(4.2) 定性反応

具体的な測定操作は、測定に使用する試験紙もしくは試験紙のキットに記載の方法に従う。

(4.3) 判定

試験紙に付属のカラースケールと試験紙の反応部分の呈色を比較し、各イオンの含有の有無を判定する。さらに、表 2 の検出対象イオンを含有すると判定された場合は、同表の検出対象成分が含まれると判定する。

表 2 検出対象イオンと検出対象成分

検出対象イオン	検出対象成分
アンモニウムイオン	アンモニア性窒素
硝酸イオン	硝酸性窒素
りん酸イオン	りん酸
カルシウムイオン	石灰
亜鉛イオン	亜鉛

備考 4. 検出対象成分や他のイオンが多量に含まれる場合、呈色が不鮮明なることがある。

参考 流通肥料を用いて硝酸イオンを定性した結果の例を次に示す。

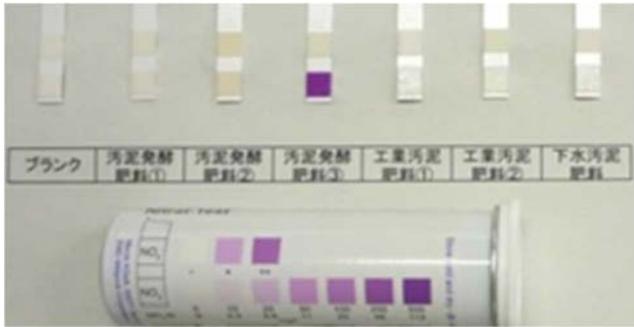


写真 1 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

抽出方法: 水による 30 秒間振とう

試験紙: MQuant™ Nitrate Test



写真 2 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果

抽出方法: 水による 30 秒間振とう

試験紙: QUANTOFIX® Nitrate/Nitrite

参考文献

- 1) 齋藤晴文, 五十嵐総一, 佐久間健太, 橋本良美, 田丸直子, 平田絵理香, 添田英雄, 白井裕治, 阿部文浩: 試験紙による肥料成分の検出, 肥料研究報告, **10**, 242~266 (2017)
- 2) 齋藤晴文, 佐久間健太, 白井裕治, 阿部文浩: 試験紙による肥料成分の検出, 肥料研究報告, **11**, 190~209 (2018)

5. 機器による同定

5.1 X線回折装置による同定

(1) 概要

結晶構造を持つ物質を含む肥料に適用する。

(2) **装置** 装置は、次のとおりとする。

a) **X線回折装置**: JIS K 0131 に規定する X 線回折装置。

(3) **測定** 測定は、JIS K 0131 及び次のとおり行う。具体的な測定操作は、測定に使用する X 線回折装置の操作方法による。

a) **X線回折装置の測定条件**: X 線回折装置の測定条件の一例を以下に示す。これを参考にして設定する。

- 1) **対陰極**: Cu
- 2) **管電圧及び電流**: 40 kV 及び 30 mA 又はそれ以上
- 3) **走査範囲(2θ)**: $2.0^\circ\sim 60.0^\circ$ 又は $3.0^\circ\sim 90.0^\circ$
- 4) **走査速度**: $2^\circ/\text{min}\sim 4^\circ/\text{min}$
- 5) **サンプリング幅**: 0.02°
- 6) **発散スリット**: 0.5° 又は 1°
- 7) **発散縦制限スリット**: 10 mm
- 8) **散乱スリット**: $0.5^\circ\sim 1^\circ$
- 9) **受光スリット**: 0.15 mm \sim 0.3 mm

b) 試料の測定

- 1) 試験用試料⁽¹⁾を試料ホルダに入れ、表面を平たんに充てんする。
- 2) 1)の試料ホルダを X 線回折装置のゴニオメータ所定の位置に置く。
- 3) 測定を開始し、粉末 X 線回折パターンを記録する。

注(1) 2.3 で得られた試験用試料(微粉碎物)又は微粉の試験品から採取した試験試料。

(4) **同定** 同定は、次のとおり行う。

(4.1) マニュアルによる検索

- a) 粉末 X 線回折データベースを用いて該当するデータを検索する。
- b) 標準物質のデータと未知物質の全回折 X 線について一致状況を照合する。

(4.2) コンピュータによる検索

- a) 検索プログラムを用いて該当するデータを検索し、信頼度の高い順に候補として選ぶ。
- b) 未知物質の全回折 X 線と検索したデータをモニタに表示し、目視による照合を行い、結晶相を同定する。

(4.3) 既知物質と比較する方法

- a) 試験試料の粉末 X 線回折パターンと予想される既知物質の粉末 X 線回折パターンを照合し、それらの一致度から同定する。

参考 尿素及びりん酸アンモニウムの同定の例を次に示す。

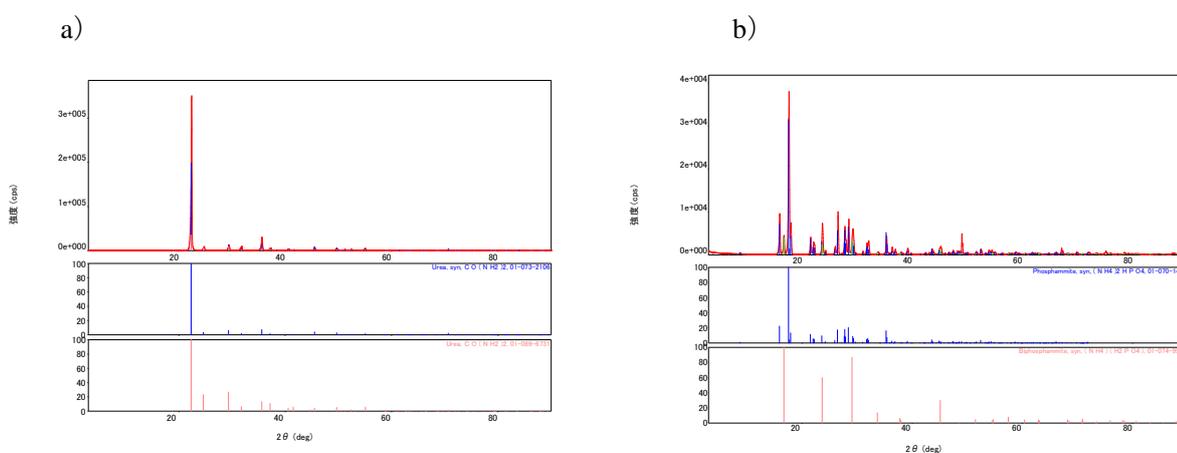


図1 粉末 X 線回折による同定の例

a) 尿素

(上) 測定された粉末 X 線回折パターン

(下) 粉末 X 線回折データベースより検索された尿素(NH₂)₂CO

b) りん酸アンモニウム

(上) 測定された粉末 X 線回折パターン

(下) 粉末 X 線回折データベースより検索された (NH₄)₂HPO₄ 及び(NH₄)(H₂PO₄)

X 線回折装置の測定条件: (3) a) X 線回折装置の測定条件の例示のとおり

参考文献

- 1) JIS K 0131: X 線回折分析通則 (1996)