

3. 一般項目

3.1 水分又は水分含有量

3.1.a 乾燥器による乾燥減量法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.1.a-2017 又は Mois.a-1 とする。

測定する肥料の種類に適した条件で乾燥器を用いて分析試料を加熱して乾燥減量を測定し、分析試料中の水分又は特殊肥料の品質表示基準の水分含有量(以下、「水分」という)を求める。また、必要に応じて各試験で得られた成分含有量を乾物中の成分含有量に換算するための換算係数(乾物)を算出する。

この試験法は、肥料分析法(1992年版)の加熱減量法に対応する。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) **乾燥器**: 試験温度 ± 2 °C に調節できるもの。

b) **共栓はかり瓶**⁽¹⁾: JIS R 3503 に規定する平形はかり瓶 50×30 mm。予め 75 °C～130 °C の乾燥器で加熱乾燥した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

注(1) 飼料分析法・解説－2009－に記載されているアルミニウム製ひょう量皿を用いてもよい。

(3) 測定 測定は、次のとおり行う。

a) 分析試料 2 g～5 g を共栓はかり瓶にとり、厚さが 10 mm 以下になるように広げ、1 mg の桁まで質量を測定する。

b) 分析試料を入れた共栓はかり瓶を 100 °C ± 2 °C の乾燥器に入れ、5 時間加熱する⁽²⁾。

c) 加熱後、共栓はかり瓶に蓋をし、速やかにデシケーターに移して放冷する。

d) 放冷後、共栓はかり瓶をデシケーターから取り出し、その質量を 1 mg の桁まで測定する。

e) 次の式(1)によって分析試料中の乾燥減量を算出し、水分とする。必要に応じて、次の式(2)によって換算係数(乾物)を算出する。

$$\text{乾燥減量(％(質量分率))} = ((W_1 - A) / W_1) \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

$$\text{換算係数(乾物)} = W_1 / A \quad \dots\dots (2)$$

W_1 : 採取した分析試料の質量(g)

A : 乾燥後の分析試料の質量(g)

注(2) 共栓はかり瓶の蓋は、少しずらすか又は外して同時に加熱する。

備考 1. 堆肥、汚泥肥料等の試験品を予備乾燥して分析用試料を調製した場合は、次の式によって試験品(現物)の水分を算出する。

$$\text{試験品(現物)中の水分(％(質量分率))} = B + C \times ((100 - B) / 100)$$

B: 予備乾燥操作における試験品(現物)の乾燥減量(%(質量分率))

C: 水分測定における分析試料中の乾燥減量(%(質量分率))

備考 2. 汚泥肥料等における乾物中の有害成分量を算出する場合は、次の式によって各試験で得られた分析用試料中の成分含有量を換算する。

$$\text{乾物中の成分含有量} = D \times E$$

D: 各試験で得られた分析試料中の成分含有量

E: 換算係数(乾物)

備考 3. 次に掲げる種類の肥料については表 1 の乾燥条件で加熱する。

表1 乾燥条件

肥料の種類	分析試料採取量	乾燥温度	乾燥時間
過りん酸石灰、重過りん酸石灰及びこれらを含む肥料	約5 g	100 °C±2 °C	3時間
硫酸アンモニア、硝酸ソーダ及びカリウム塩類	2 g～5 g	130 °C±2 °C	恒量に達するまで
尿素及び尿素を含む肥料	約5 g	75 °C±2 °C	4時間
シリカゲル肥料及びそれを含む肥料並びにシリカヒドロゲル肥料	約5 g	180 °C±5 °C	3時間

備考 4. 揮発物を含む試料については次の a) 及び b) の揮発物量を乾燥減量から差し引いて水分とする。

a) グアノ、りん酸水素二アンモニウム等を含む肥料: 分析用試料及び乾燥操作後の分析試料の窒素全量を定量し(りん酸水素二アンモニウムのみ場合はアンモニア性窒素を定量してもよい)、その定量値の差をアンモニア(NH₃)に換算して揮発物量とする。

乾燥後の共栓はかり瓶中の試料全量を分解フラスコに移し入れ、ケルダール法で乾燥前試料量に対する窒素全量を定量する場合には、次の式(1)によって分析用試料と乾燥後試料の窒素全量の差にアンモニアへの換算係数を乗じ、乾燥減量から差し引くことにより水分を算出する。

$$\text{水分(質量分率)} = F - (G - H) \times 1.216 \quad \dots\dots (1)$$

F: 揮発物換算する前の乾燥減量(%(質量分率))

G: 分析用試料の窒素全量(%(質量分率))

H: 乾燥減量測定後の分析試料の窒素全量%(乾燥前試料量に対する質量分率))

(例) 分析用試料を 5.013 g 共栓はかり瓶に取り、乾燥減量(4.56 %(質量分率))を測定。乾燥減

量測定後の試料全量を分解フラスコに移し、分解以後の操作をして、分析用試料 5.013g に対する窒素全量(10.44 %(質量分率))として定量。別に、分析用試料を用いてケルダール硫酸分解により分析試料の窒素全量を測定(11.52 %(質量分率))した場合、以下のとおり。

$$\begin{aligned} \text{水分} &= 4.56 - (11.52 - 10.44) \times 1.216 \\ &= 3.25 \text{ (\% (質量分率))} \end{aligned}$$

燃焼法等により乾燥減量測定後の試料から一部の試料をとり窒素全量を測定して揮発物補正をする場合には次の式(2)によって算出する。

$$\text{水分(質量分率\%)} = F - (G - (H' \times (100 - F) / 100)) \times 1.216 \quad \dots\dots (2)$$

H' : 乾燥減量測定後の分析試料の窒素全量(%(乾燥後試料量に対する質量分率))

(例) 試料を 5.013 g 共栓はかり瓶に取り、乾燥減量(4.56 %(質量分率))を測定。乾燥減量測定後の試料から 0.053 g を燃焼用容器にはかり取り、燃焼法により乾燥減量後の試料に対する窒素全量(10.94 %(質量分率))として定量。別に分析用試料を用いて燃焼法により窒素全量を測定(11.52 %(質量分率))した場合、以下のとおり。

$$\begin{aligned} \text{水分} &= 4.56 - (11.52 - (10.94 \times (100 - 4.56) / 100)) \times 1.216 \\ &= 4.56 - (11.52 - 10.44) \times 1.216 \\ &= 3.25 \text{ (\% (質量分率))} \end{aligned}$$

- b) 炭酸水素カリウム: 分析用試料及び乾燥操作後の分析試料の二酸化炭素を定量し、その定量値の差を揮発物量とする。

備考 5. 恒量は試料を加熱又は乾燥し、放冷後、質量を測定したとき、1回目と2回目の質量の差が、1回目の質量に対して 0.10 %以下になったときとする。

参考文献

- 1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.20~23, 養賢堂, 東京 (1988)
- 2) 飼料分析基準研究会: 飼料分析法・解説 -2009- I, p.24~27, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター, 埼玉 (2009)
- 3) JIS Z 0701: 包装用シリカゲル乾燥剤 (1977)

(4) **水分試験法フローシート** 肥料中の水分試験法のフローシートを次に示す。

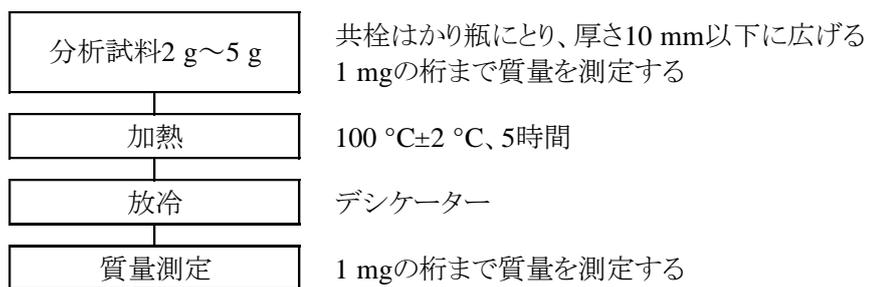


図 乾燥器を用いた乾燥減量法による肥料中の乾燥減量試験法フローシート(一例)

3.1.b 水分計による乾燥減量法

(1) 概要

この試験法は汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等に適用する。この試験法の分類は **Type B** であり、その記号は 3.1.b-2017 又は Mois.b-1 とする。

加熱乾燥方式の水分計を用いて乾燥減量を測定し、分析試料中の水分又は特殊肥料の品質表示基準の水分含有量(以下、「水分」という)を求める。また、必要に応じて各試験で得られた成分含有量を乾物中の成分含有量に換算するための換算係数(乾物)を算出する。

なお、この試験法の性能は**備考 3**に示す。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) **水分計**: 分析試料を加熱する熱源(ハロゲンランプ、赤外線ヒーター、セラミックヒーター等)及び校正機能を有する天秤⁽¹⁾で構成する水分計。

注(1) 校正分銅を用いて校正する方法と内蔵分銅により自動的に校正する方法がある。

(3) 測定 測定は、次のとおり行う。ただし、予め汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等を用いて 3.1.a 乾燥器による乾燥減量法との比較試験を行い、水分の定量値に差がないことを確認する。

- a) 分析試料約 5 g をひょう量皿にとり、厚さが 10 mm 以下になるように広げ、1 mg の桁まで質量を測定する。
 b) 100 °C で加熱し⁽²⁾、恒量になるまで加熱する。
 c) 加熱終了後⁽²⁾、1 mg の桁まで質量を測定する。
 d) 式(1)によって分析試料中の乾燥減量を算出し、水分とする。必要に応じて、式(2)によって換算係数(乾物)を算出する。

$$\text{乾燥減量}(\%(\text{質量分率})) = ((W_1 - A) / W_1) \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

$$\text{換算係数(乾物)} = W_1 / A \quad \dots\dots (2)$$

W_1 : 採取した分析試料の質量(g)

A : 乾燥後の分析試料の質量(g)

注(2) 乾燥プログラム及び加熱終了(恒量)判定パラメーターの設定は、使用する水分計の仕様及び操作方法による。

備考 1. 予備乾燥を実施した場合は、次の式によって試験品(現物)の水分を算出する。

$$\text{試験品(現物)中の水分}(\%(\text{質量分率})) = B + C \times ((100 - B) / 100)$$

B : 予備乾燥操作における試験品(現物)の乾燥減量(%(質量分率))

C : 水分測定における分析試料中の乾燥減量(%(質量分率))

備考 2. 汚泥肥料等における乾物中の有害成分量を算出する場合は、次の式によって各試験で得られた分析用試料中の成分含有量を換算する。

$$\text{乾物中の成分含有量} = D \times E$$

D: 各試験で得られた分析試料中の成分含有量

E: 換算係数(乾物)

備考 3. 真度の評価のため、有機質肥料、堆肥及び汚泥肥料を用いて乾燥器による乾燥減量法の測定値及び水分計による乾燥減量法の測定値を比較した結果を表 1 に示す。

また、試験法の妥当性確認のための共同試験の成績及び解析結果を表 2 に示す。

表1 方法間の比較試験成績の解析結果

測定値の記号		試料		$y_i \sim y_j$ の 範囲 (%) ³⁾	回帰係数 ($y = a + bx$)		相関 係数 <i>r</i>
乾燥器 法 ¹⁾	水分計 法 ²⁾	種類	試料数		<i>a</i>	<i>b</i>	
x_i	y_i	汚泥肥料 ⁴⁾	26	5.50~90.61	0.188	0.998	0.999
x_j	y_j	有機質肥料等 ⁵⁾	25	2.96~12.33	0.185	0.986	0.994

- 1) 3.1.a 乾燥器による乾燥減量法
- 2) 3.1.b 水分計による乾燥減量法
- 3) 質量分率
- 4) 下水汚泥肥料、し尿汚泥肥料、工業汚泥肥料、汚泥発酵肥料
- 5) 魚かす粉末、副産植物質肥料、堆肥、蒸製皮革粉、なたね油かす及びその粉末 ほか

表2 水分試験法の妥当性確認のための共同試験の成績及び解析結果

試料名	試験 室数 ¹⁾	平均値 ²⁾ (%) ³⁾	s_r ⁴⁾ (%) ³⁾	RSD_r ⁵⁾ (%)	s_R ⁶⁾ (%) ³⁾	RSD_R ⁷⁾ (%)
下水汚泥肥料	9(0)	21.93	0.32	1.4	0.47	2.1
し尿汚泥肥料	8(1)	13.36	0.14	1.1	0.37	2.8
工業汚泥肥料	9(0)	34.28	0.21	0.6	0.50	1.5
焼成汚泥肥料	9(0)	38.75	0.59	1.5	0.59	1.5
汚泥発酵肥料	9(0)	27.10	0.26	0.9	0.60	2.2

- 1) 有効試験室数(外れ値を報告した試験室数)
- 2) 平均値(n =有効試験室数×試料数(2))
- 3) 質量分率
- 4) 併行標準偏差
- 5) 併行相対標準偏差
- 6) 室間再現標準偏差
- 7) 室間再現相対標準偏差

参考文献

- 1) 内山 丈, 酒瀬川智代: 汚泥肥料中の水分測定 —加熱乾燥式水分計の適用—, 肥料研究報告, **1**, 1~5 (2008)

- 2) 内山 丈, 白井裕治: 汚泥肥料中の水分測定 —共同試験成績—, 肥料研究報告, **1**, 6~11 (2008)
- 3) 秋元里乃, 高橋佐貴子: 有機質肥料等中の水分測定 —加熱乾燥式水分計法の適用範囲拡大—, 肥料研究報告, **2**, 1~5 (2009)

(4) **水分試験法フローシート** 汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法のフローシートを次に示す。

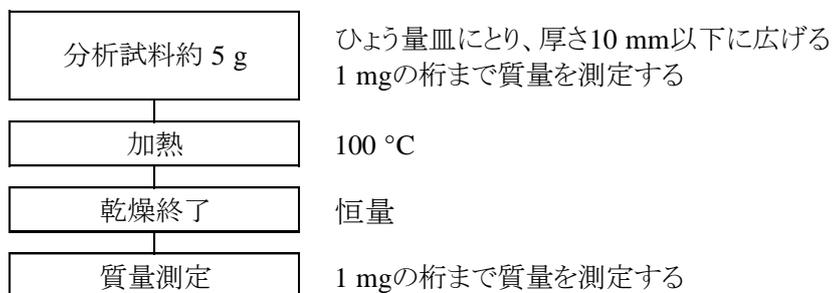


図 水分計を用いた乾燥減量法による汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法フローシート

3.2 灰分

3.2.a 強熱残分法

(1) 概要

この試験法は有機質肥料及び有機物を含む肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.2.a-2017 又は Ash.a-1 とする。

分析試料を電気炉で強熱し、強熱残分を測定し、分析試料中の灰分を求める。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **電気炉**: 550 °C±5 °C に調節できるもの。
- b) **るつぼ**: JIS R 1301 に規定する化学分析用磁器るつぼを 550 °C±5 °C の電気炉で加熱した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

(3) 測定 測定は、次のとおり行う。

- a) 分析試料約 2 g をるつぼにとり、1 mg の桁まで質量を測定する。
- b) 電気炉に入れ、穏やかに加熱して炭化させる⁽¹⁾。
- c) 550 °C±5 °C で 4 時間以上加熱する⁽¹⁾。
- d) 加熱後、るつぼをデシケーターに移して放冷する。
- e) 放冷後、るつぼをデシケーターから取り出し、その質量を 1 mg の桁まで測定する。
- f) 次の式によって分析試料中の強熱残分を算出し、灰分とする。

$$\text{強熱残分}(\%(\text{質量分率})) = (A/W) \times 100$$

W: 採取した分析試料の質量(g)

A: 強熱後の分析試料の質量(g)

注(1) 炭化及び灰化操作例: 室温から約 250 °C まで 30 分間～1 時間で昇温した後 1 時間程度加熱し、更に 550 °C まで 1 時間～2 時間で昇温する。

(4) 灰分試験法フローシート 肥料中の灰分試験法のフローシートを次に示す。

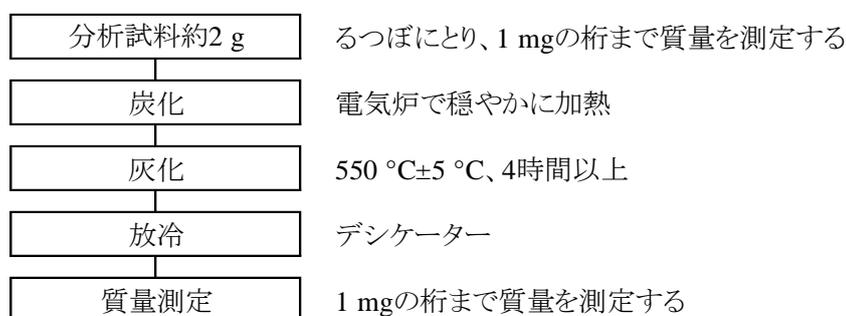


図 肥料中の灰分試験法フローシート

3.3 pH

3.3.a ガラス電極法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.3.a-2017 又は pH.a-1 とする。

ガラス電極を用いた pH 計によって肥料の pH を測定する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) しゅう酸塩 pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルなしゅう酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- b) フタル酸塩 pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルなフタル酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- c) 中性りん酸塩 pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルな中性りん酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- d) ほう酸塩 pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルなほう酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- e) 炭酸塩 pH 標準液: 国家計量標準にトレーサブルな炭酸塩 pH 標準液 第 2 種。

備考 1. 各 pH 標準液は、保存中に pH 値が変化することがあるので長期間保存したものは使用しない。特に、ほう酸塩 pH 標準液及び炭酸塩 pH 標準液は、容易に大気中の二酸化炭素を吸収し、pH 値が低下するので注意する。

各 pH 標準液は、一度使用したもの及び大気中に開放して放置したものは使用しない。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) pH 計: JIS Z 8802 に規定する形式 II を用いる。

備考 2. pH 計の校正は、JIS Z 8802 のとおり行う。具体的な校正操作は測定に使用する pH 計の操作方法による。

なお、試料溶液の pH が 7 以下の場合には、中性りん酸塩 pH 標準液並びにしゅう酸塩 pH 標準液又はフタル酸塩 pH 標準液を用いる。また、試料溶液の pH が 7 を超える場合は、中性りん酸塩 pH 標準液並びにほう酸塩 pH 標準液又は炭酸塩 pH 標準液を用いる。

(4) 試験操作

(4.1) 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のとおり行う。

(4.1.1) 無機質肥料以外の肥料

- a) 分析試料⁽¹⁾の一定量を共栓フラスコにとり、5 倍量～10 倍量の水を加える⁽²⁾。
- b) マグネチックスターラーでかき混ぜ、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

注 (1) 湿潤な試験品の場合は、予備乾燥を行わない試料を用いた方がよい。

(2) 汚泥肥料等の凝集剤の影響によりゲル状になって測定できない場合は、加える水の量を増やす。ただし、試験成績にその旨を表示する。

(4.1.2) 無機質肥料

- a) 分析試料⁽¹⁾の一定量を共栓フラスコにとり、100 倍量の水を加える。

b) マグネチックスターラーでかき混ぜ、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

備考 3. (4.1.1)の操作は、3.4.a(4.1)と同様の操作である。なお、(4.1.2)により調製した試料溶液は 4.2.4.a(4.1)で調製した試料溶液を用いることもできる。

(4.2) **測定** 測定は、JIS Z 8802 及び次のとおり行う。具体的な校正操作は、測定に使用する pH 計の操作方法による。

- a) 校正した pH 計の検出部を水で繰り返し 3 回以上洗い、きれいな柔らかい紙等でぬぐっておく。
- b) 試料溶液をビーカーにとり⁽³⁾、検出部を浸し、pH 値を測定する。

注(3) 試料溶液の量は測定値が変化しない程度に十分にとる必要がある。

備考 4. 温度補正用ダイヤル又はデジタルスイッチの設定のあるものは目盛り値を試料の温度に合わせた後、pH を測定する。

参考文献

1) JIS Z 8802: pH 測定方法 (2011)

(5) **pH 試験法フローシート** 肥料の pH 試験法のフローシートを次に示す。

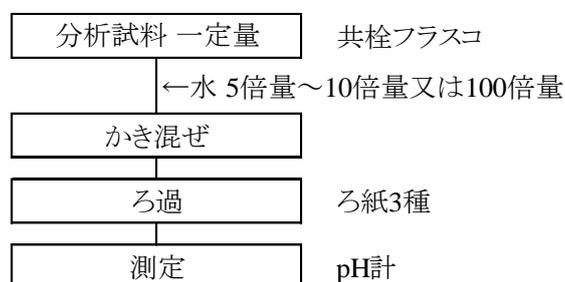


図 肥料のpH試験法フローシート

3.4 電気伝導率

3.4.a 電気伝導率計による測定法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.4.a-2017 又は EC.a-1 とする。

電気伝導率計によって堆肥、汚泥肥料等の有機質肥料の電気伝導率を測定する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **塩化カリウム**: JIS K 8121 に規定する電気伝導率測定用の塩化カリウムをめのう乳鉢で粉末にし、500 °C±5 °C で4時間加熱し、デシケーター中で放冷したもの。
- b) **塩化カリウム標準液**⁽¹⁾: a) の塩化カリウムの一定量⁽²⁾をひょう量皿にはかりとり、少量の水に溶かして1000 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加える。

注(1) 塩化カリウム標準液は、ポリエチレン瓶又はほうけい酸ガラス瓶に密栓して保存する。

(2) 確認する装置及びセルで推奨する量。

備考 1. 塩化カリウム標準液は、一度使用したもの及び大気中に開放して放置したものは使用しない。

(3) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) **電気伝導率計**: JIS K 0130 に規定する電気伝導率計。

備考 2. 指示値の確認は、必要に応じて JIS K 0130 の 6.2 のとおり行う。具体的な確認操作は測定に使用する電気伝導率計の操作方法による。

(4) 試験操作

(4.1) **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次のとおり行う。

- a) 分析試料⁽³⁾の一定量を共栓フラスコにとり、乾物相当量に対して10倍量の水を加える⁽⁴⁾。
- b) マグネチックスターラーでかき混ぜ、ろ紙3種でろ過し、試料溶液とする。

注(3) 湿潤な試験品の場合は、予備乾燥を行わない試料を用いた方がよい。

(4) 汚泥肥料等の凝集剤の影響によりゲル状になって測定できない場合は、加える水の量を増やす。ただし、試験成績にその旨を表示する。

備考 3. (4.1) の操作は、3.3.a (4.1.1) と同様の操作である。

(4.2) **測定** 測定は、JIS K 0130 及び次のとおり行う。具体的な測定操作は、測定に使用する電気伝導率計の操作方法による。

- a) 電気伝導率計の検出部を水で繰り返し3回以上洗う。
- b) 試料溶液をビーカーにとり⁽⁵⁾、検出部を浸し、電気伝導率を測定する。

注(5) 試料溶液の量は測定値が変化しない程度に十分にとる必要がある。

参考文献

1) JIS K 0130: 電気伝導率測定方法通則 (2008)

(5) **電気伝導率試験法フローシート** 肥料の電気伝導率試験法のフローシートを次に示す。

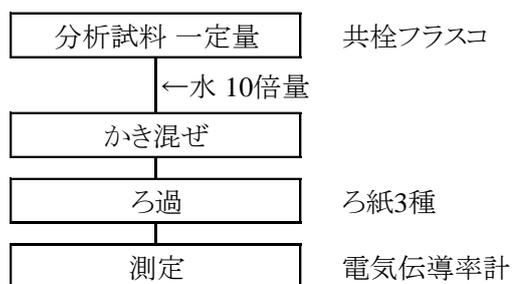


図 肥料の電気伝導率試験法フローシート

3.5 粒度

3.5.a 乾式ふるい分け試験法

(1) 概要

この試験法は肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.5.a-2017 又は P-size.a-1 とする。

乾式のふるい分けにより、固形肥料の粒径分布を測定する。

(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。
- b) **目詰まり除去ブラシ**: 目開きに応じて、ふるい網面を損傷しないような適当な硬さのブラシ。
- c) **ひょう量皿**: 試料 250 g 程度を入れることができる容器。予め質量を 0.1 g の桁まで測定しておく。

(3) 乾式ふるい分け操作 ふるい分けは、用いるふるいの目開きに応じ、JIS Z 8815 及び次のとおり行う。

(3.1) 1 mm を超え 4 mm 以下の場合

- 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) 試験品を 0.1 g の桁まではかり、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、毎分約 60 往復(振幅約 70 mm)で振動させる⁽¹⁾。
- d) 各ふるい上及びふるい下をひょう量皿に入れる⁽²⁾。

注(1) 必要に応じて、1 分間に約 3 回の円運動を加える。

- (2) 網面の目詰まり粒子は、ふるいの裏面が上になるようにふるいを反転し、目詰まり除去ブラシを用いてはらい落とし、ふるい上とあわせる。

(3.2) 1 mm 以下の場合

- 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) 試験品又は(3.1)c)のふるい下を 0.1 g の桁まではかり、最上段のふるいに入れる。
- c) 蓋をした後、重ねたふるいを約 20° 傾斜するように片手で、又は腕をわん曲して支え、1 分間に約 120 回の割合で一方の手でふるい枠をたたく。
- d) c)の間、1 分間に 4 回の割合でふるいを水平に置き、90° 回転させて、ふるい枠を 1 回~2 回強くたたく。
- e) 各ふるい上及びふるい下⁽³⁾をひょう量皿に入れる⁽²⁾。

注(3) ふるい網の裏面に微粉が付着している場合は、目詰まり除去用ブラシで静かに裏面から払い落とし、ふるい下とあわせる。

(4) 粒度分布の測定 分析試料中の粒度分布の算出は次のとおり行う。

- a) 各ふるい上及びふるい下の質量を 0.1 g の桁まで測定する。
- b) ふるい上百分率及びふるい下百分率を次の式によって算出し、結果は小数点第 1 位に丸めて表示する。
- c) 各ふるい上の質量と目開きが最も小さいふるいのふるい下の質量との合計が、(3.1)b)又は(3.2)b)で測定

した試料の質量の±2 %の範囲であることを確認する。

$$\text{ふるい上又はふるい下の質量百分率(\%)} (R) = (A/T) \times 100$$

A: ふるい上又はふるい下の質量(g)

T: ふるい上及びふるい下の質量の合計(g)

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)

(5) **粒度試験法フローシート** 固形肥料の粒度試験法のフローシートを次に示す。

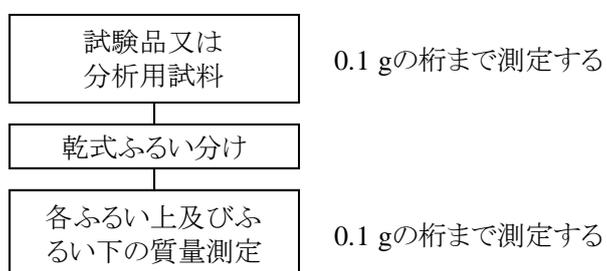


図 固形肥料の粒度試験法フローシート

3.6 油分

3.6.a ジエチルエーテル抽出法

(1) 概要

この試験法は有機質肥料に適用する。この試験法の分類は Type A (Def-M) であり、その記号は 3.6.a-2017 又は Oil.a-1 とする。

ソックスレー抽出装置を用いて、分析試料をジエチルエーテルで抽出し、得られた抽出物を測定し、分析試料中の油分を求める。油分には、脂肪の他に脂溶性色素(カロチノイド、クロロフィル等)、ろう、遊離脂肪酸等が含まれる。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) **ジエチルエーテル**: JIS K 8103 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) **乾燥器**: 試験温度 ± 2 °C に調節できるもの。

b) **ソックスレー抽出装置**: 共通すり合わせのソックスレー抽出器、冷却器及びひょう量瓶。(例 JIS R 3503 付図 71)

c) **水浴**: 60 °C 程度に調節できるもの。

d) **ひょう量瓶**: ソックスレー抽出器に連結できる平底フラスコ。予め 100 °C ~ 105 °C の乾燥器で加熱した後、デシケーター中で放冷し、質量を 1 mg の桁まで測定しておく。

e) **円筒ろ紙**: セルロース製円筒ろ紙。例 外径 22 mm、内径 20 mm、全長 90 mm⁽¹⁾。

備考 1. 試験法の妥当性確認手順(附属書 A)によって要求された精確さ(真度及び精度)等の規準に適合することが確認された装置を用いてもよい。

(4) 測定 測定は、次のとおり行う。

a) 分析試料 2 g ~ 5 g を 1 mg の桁まではかりとり、円筒ろ紙に入れる。

b) 分析試料の上端に脱脂綿を軽く押さえるようにして入れ⁽²⁾、100 °C ~ 105 °C で 2 時間加熱する。

c) 加熱後、速やかに円筒ろ紙をデシケーターに移して放冷する。

d) 放冷後、ソックスレー抽出器に入れ、冷却器に連結する。

e) ジエチルエーテル適量⁽³⁾をひょう量瓶に入れ、ソックスレー抽出器に連結し、8 時間加温⁽⁴⁾して抽出する。

f) ジエチルエーテルを回収する⁽⁵⁾。

g) ソックスレー抽出器からひょう量瓶を外し、ジエチルエーテルを揮散させる⁽⁶⁾。

h) ひょう量瓶⁽⁷⁾を 100 °C ~ 105 °C で 3 時間加熱する。

i) 加熱後、速やかにひょう量瓶をデシケーターに移して放冷する。

j) 放冷後、ひょう量瓶をデシケーターから取り出し、その質量を 1 mg の桁まで測定する。

k) 次の式によって油分を算出する。

$$\text{油分}(\%(\text{質量分率})) = (B/A) \times 100$$

A: 採取した分析試料の質量(g)

B: ジエチルエーテル抽出物の質量(g)

- 注**(1) ソックスレー抽出器の容量に応じて大きさを選択する。
 (2) 分析試料の上部からの流出を防ぐため。
 (3) ジエチルエーテル量はひょう量瓶の容量による。
 (4) 1時間に16回~20回循環する程度の温度に調節する。(目安温度60℃程度。)
 (5) 円筒ろ紙を抜き取る。コック付きのソックスレー抽出器の場合はコックを開き回収する。
 (6) ひょう量瓶を乾燥器に入れた際に、ジエチルエーテルが残留していると危険である。
 (7) ひょう量瓶の外側にゴミ、汚れ等が付着するおそれがあるのでガーゼ等で拭き取る。

参考文献

- 1) 日本油化学会: 基準油脂分析試験法 2003年版, 1.5 油分 p.1~2, 財団法人日本油化学会, 東京 (2009)
 2) 飼料分析基準研究会: 飼料分析法・解説 -2009- I, p.37~39, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター, 埼玉 (2009)

(5) **油分試験法フローシート** 有機質肥料中の油分試験法のフローシートを次に示す。

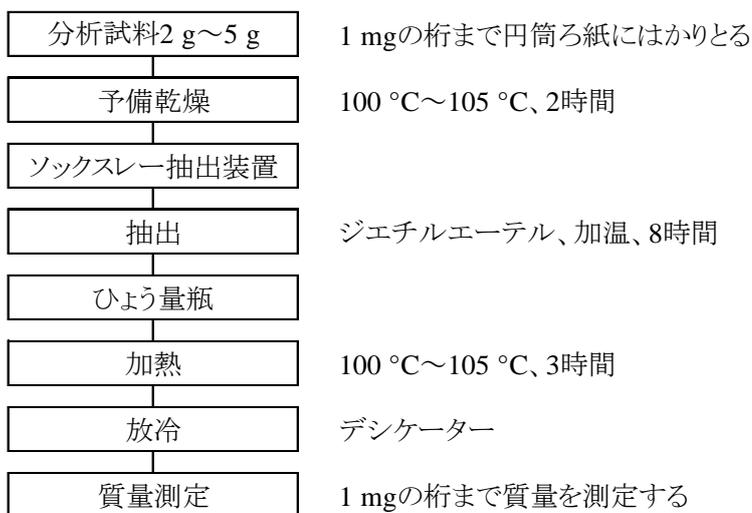


図 有機質肥料中の油分試験法フローシート