

**肥料等試験法
(2021)**

**Testing Methods for Fertilizers
(2021)**

令和3年9月22日 制定

独立行政法人
農林水産消費安全技術センター

肥料等試験法(2021) 目次

1. 総則	1
1.1 共通事項	1
1.2 試験法の妥当性確認	5
1.3 試験法の運用	6
1.3.1 試験室の技能評価	6
1.3.2 試験結果の評価	6
2. 試料の取扱い	7
2.1 サンプリング	7
2.2 試料の保存	8
2.3 分析用試料の調製	9
2.3.1 予備乾燥	10
2.3.2 縮分(分割)	12
2.3.3 粉碎	13
3. 一般項目	15
3.1 水分又は水分含有量	15
3.1.a 乾燥器による乾燥減量法	15
3.1.b 水分計による乾燥減量法	18
3.2 灰分	21
3.2.a 強熱残分法	21
3.3 pH	22
3.3.a ガラス電極法	22
3.4 電気伝導率	24
3.4.a 電気伝導率計による測定法	24
3.5 粒度	26
3.5.a 乾式ふるい分け試験法	26
3.6 油分	28
3.6.a ジエチルエーテル抽出法	28
4. 主成分、保証成分等	30
4.1 窒素	30
4.1.1 窒素全量	30
4.1.1.a ケルダール法	30
4.1.1.b 燃焼法	36
4.1.1.c デバルダ合金-ケルダール法	40
4.1.1.d 還元鉄-ケルダール法	45
4.1.1.e アンモニア性窒素及び硝酸性窒素による算出	51

4.1.2 アンモニア性窒素	52
4.1.2.a 蒸留法	52
4.1.2.b ホルムアルデヒド法	61
4.1.3 硝酸性窒素	66
4.1.3.a デバルダ合金-蒸留法	66
4.1.3.b 還元鉄-蒸留法	71
4.1.3.c フェノール硫酸法	76
4.2 リン酸(P_2O_5)	82
4.2.1 リン酸全量	82
4.2.1.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	82
4.2.1.b キノリン重量法	89
4.2.2 可溶性りん酸	92
4.2.2.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	92
4.2.2.b キノリン重量法	98
4.2.3 可溶性りん酸	102
4.2.3.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	102
4.2.3.b バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法(亜りん酸又はその塩を含む肥料)	108
4.2.3.c キノリン重量法	114
4.2.3.d ICP 発光分光分析法	117
4.2.4 水溶性りん酸	121
4.2.4.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	121
4.2.4.b バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法(亜りん酸又はその塩を含む肥料)	128
4.2.4.c キノリン重量法	134
4.2.4.d ICP 発光分光分析法	137
4.3 加里(K_2O)	142
4.3.1 加里全量	142
4.3.1.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	142
4.3.1.b テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	148
4.3.2 可溶性加里	152
4.3.2.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	152
4.3.2.b テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	156
4.3.2.c テトラフェニルほう酸ナトリウム容量法	159
4.3.2.d ICP 発光分光分析法	162
4.3.3 水溶性加里	166
4.3.3.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	166
4.3.3.b テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	173
4.3.3.c テトラフェニルほう酸ナトリウム容量法	177
4.3.3.d ICP 発光分光分析法	181

4.4	けい酸(SiO_2)	187
4.4.1	可溶性けい酸	187
4.4.1.a	ふっ化カリウム法	187
4.4.1.b	ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料等)	193
4.4.1.c	ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料を含む肥料)	197
4.4.1.d	過塩素酸法	202
4.4.2	水溶性けい酸	205
4.4.2.a	ふっ化カリウム法	205
4.5	石灰(CaO)、カルシウム(Ca)及びアルカリ分	210
4.5.1	石灰全量	210
4.5.1.a	フレイム原子吸光法	210
4.5.2	可溶性石灰	216
4.5.2.a	フレイム原子吸光法	216
4.5.3	く溶性石灰	220
4.5.3.a	フレイム原子吸光法	220
4.5.3.b	ICP 発光分光分析法	225
4.5.4	水溶性カルシウム	229
4.5.4.a	フレイム原子吸光法	229
4.5.4.b	ICP 発光分光分析法	232
4.5.5	アルカリ分	236
4.5.5.a	エチレンジアミン四酢酸塩法	236
4.5.5.b	可溶性石灰及び可溶性苦土による算出	242
4.6	苦土(MgO)	243
4.6.1	苦土全量	243
4.6.1.a	フレイム原子吸光法	243
4.6.2	可溶性苦土	249
4.6.2.a	フレイム原子吸光法	249
4.6.3	く溶性苦土	253
4.6.3.a	フレイム原子吸光法	253
4.6.3.b	ICP 発光分光分析法	258
4.6.4	水溶性苦土	262
4.6.4.a	フレイム原子吸光法	262
4.6.4.b	ICP 発光分光分析法	266
4.7	マンガン(MnO)	271
4.7.1	可溶性マンガン	271
4.7.1.a	フレイム原子吸光法	271
4.7.2	く溶性マンガン	274
4.7.2.a	フレイム原子吸光法	274
4.7.2.b	ICP 発光分光分析法	279

4.7.3 水溶性マンガ	283
4.7.3.a フレーム原子吸光法	283
4.7.3.b ICP 発光分光分析法	288
4.8 ほう素(B ₂ O ₃)	293
4.8.1 く溶性ほう素	293
4.8.1.a アゾメチン H 法	293
4.8.1.b ICP 発光分光分析法	302
4.8.2 水溶性ほう素	306
4.8.2.a アゾメチン H 法	306
4.8.2.b ICP 発光分光分析法	314
4.9 亜鉛	319
4.9.1 亜鉛全量	319
4.9.1.a フレーム原子吸光法	319
4.9.1.b ICP 発光分光分析法	324
4.9.2 水溶性亜鉛	328
4.9.2.a フレーム原子吸光法	328
4.9.2.b ICP 発光分光分析法	332
4.10 銅	336
4.10.1 銅全量	336
4.10.1.a フレーム原子吸光法	336
4.10.1.b ICP 発光分光分析法	341
4.10.2 水溶性銅	344
4.10.2.a フレーム原子吸光法	344
4.10.2.b ICP 発光分光分析法	348
4.11 有機炭素及び炭素窒素比	352
4.11.1 有機炭素	352
4.11.1.a ニクロム酸酸化法	352
4.11.1.b 燃焼法	356
4.11.2 炭素窒素比	360
4.11.2.a 有機炭素及び窒素全量による算出	360
4.12 硫黄	361
4.12.1 硫黄分全量(SO ₃)	361
4.12.1.a 過マンガン酸カリウム法	361
4.12.1.b 塩化バリウム重量法	363
4.12.1.c 透過光測定法	368
4.12.2 可溶性硫黄(S)	372
4.12.2.a イオンクロマトグラフ法	372

4.13 鉄	376
4.13.1 水溶性鉄	376
4.13.1.a フレーム原子吸光法	376
4.13.1.b ICP 発光分光分析法	380
4.14 モリブデン	384
4.14.1 水溶性モリブデン	384
4.14.1.a チオシアン酸ナトリウム吸光光度法	384
4.14.1.b ICP 発光分光分析法	388
4.15 コバルト	392
4.15.1 水溶性コバルト	392
4.15.1.a フレーム原子吸光法	392
4.15.1.b ICP 発光分光分析法	394
5. 有害成分	397
5.1 水銀	397
5.1.a 還元気化原子吸光法	397
5.1.b 還元気化原子吸光法(液状の汚泥肥料)	401
5.2 ひ素	405
5.2.a 水素化物発生原子吸光法	405
5.2.b ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法	410
5.2.c ICP 質量分析法	415
5.3 カドミウム	421
5.3.a フレーム原子吸光法	421
5.3.b ICP 発光分光分析法	425
5.3.c ICP 質量分析法	429
5.3.d 欠番	435
5.4 ニッケル	436
5.4.a フレーム原子吸光法	436
5.4.b ICP 発光分光分析法	440
5.4.c ICP 質量分析法	443
5.4.d 欠番	449
5.5 クロム	450
5.5.a フレーム原子吸光法(有機物を含む肥料)	450
5.5.b フレーム原子吸光法(熔融物、鉍さい等を主体とする肥料)	454
5.5.c フレーム原子吸光法(有機物を含まない肥料)	459
5.5.d ICP 発光分光分析法	465
5.5.e ICP 質量分析法(有機物を含む肥料)	468
5.5.f 欠番	474

5.6 鉛	475
5.6.a フレーム原子吸光法	475
5.6.b ICP 発光分光分析法	479
5.6.c ICP 質量分析法	482
5.6.d 欠番	488
5.7 スルファミン酸(アミド硫酸)	489
5.7.a イオンクロマトグラフ法	489
5.7.b 高速液体クロマトグラフ質量分析法	493
5.8 チオシアン酸アンモニウム(硫青酸化物)	499
5.8.a イオンクロマトグラフ法	499
5.8.b 高速液体クロマトグラフ法	503
5.9 亜硝酸	509
5.9.a 高速液体クロマトグラフ法	509
5.10 ビウレット性窒素	515
5.10.a 高速液体クロマトグラフ法	515
5.11 チタン	521
5.11.a ICP 発光分光分析法(1)	521
5.11.b ICP 発光分光分析法(2)	525
5.12 亜硫酸	528
5.12.a ヨウ素法	528
6. その他の制限事項に係る試験	529
6.1 ジシアンジアミド性窒素	529
6.1.a 高速液体クロマトグラフ法(1)	529
6.1.b 高速液体クロマトグラフ法(2)	533
6.2 塩素	538
6.2.a イオンクロマトグラフ法	538
6.2.b 硝酸銀法	543
6.3 尿素性窒素	546
6.3.a ウレアーゼ法	546
6.3.b 高速液体クロマトグラフ法	554
6.3.c <i>p</i> -ジメチルアミノベンズアルデヒド吸光光度法	560
6.4 グアニジン性窒素	563
6.4.a 高速液体クロマトグラフ法	563
6.5 冷緩衝液可溶性窒素(水に溶ける窒素)	568
6.5.a 冷緩衝液法	568
6.6 熱緩衝液可溶性窒素(熱水に溶出する窒素)	574
6.6.a 熱緩衝液法	574
6.7 窒素の活性係数	580
6.7.a 緩衝液法	580

6.8 初期溶出率	587
6.8.a 水中静置法	587
6.9 腐植酸(酸不溶アルカリ可溶分)	589
6.9.a 重量法	589
6.10 硫酸	593
6.10.1 欠番	593
6.10.2 硫酸塩	594
6.10.2.a 塩化バリウム法	594
6.11 二酸化炭素	595
6.11.a 塩化バリウム法	595
7. 硝酸化成抑制材	596
7.1 2-アミノ-4-クロロ-6-メチルピリミジン(AM)	596
7.1.a 高速液体クロマトグラフ法	596
7.2 1-アミジノ-2-チオ尿素(ASU)	600
7.2.a 高速液体クロマトグラフ法	600
7.3 4-アミノ-1,2,4-トリアゾール塩酸塩(ATC)	604
7.3.a 高速液体クロマトグラフ法	604
7.4 N-2,5-ジクロロフェニルスクシナミド酸(DCS)	607
7.4.a 高速液体クロマトグラフ法	607
7.5 ジシアンジアミド(Dd)	611
7.5.a 高速液体クロマトグラフ法	611
7.6 2-スルファニルアミドチアゾール(ST)	616
7.6.a 高速液体クロマトグラフ法	616
7.7 3,4-ジメチルピラゾールりん酸塩(DMPP)	620
7.7.a 高速液体クロマトグラフ法	620
8. その他	624
8.1 メラミン及びその関連物質	624
8.1.a ガスクロマトグラフ質量分析法	624
8.1.b 欠番	630
8.1.c 高速液体クロマトグラフ法(有機物を含まない肥料)	631
8.1.d 高速液体クロマトグラフ法(有機物を含む肥料)	636
8.2 クロピラリド及びその関連物質	640
8.2.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(クロピラリド等3成分同時分析法)	640
8.2.b 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(微量クロピラリド分析法(1))	648
8.2.c 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(微量クロピラリド分析法(2))	658
8.3 残留農薬(多成分)	666
8.3.1 残留農薬多成分分析(その1)	666
8.3.1.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法	666

8.3.2 残留農薬多成分分析(その2) 675
8.3.2.a ガスクロマトグラフ法 675
8.4 ナトリウム 682
8.4.a フレーム原子吸光法 682
8.5 グアニル尿素性窒素 686
8.5.a 高速液体クロマトグラフ法 686
8.6 尿酸 691
8.6.a 高速液体クロマトグラフ法 691
8.7 有機ふっ素化合物 695
8.7.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 695
肥料等試験法(2021)の解説	解説-1

1. 総則

1.1 共通事項

(1) 適用範囲

この肥料等試験法は、肥料等の試験方法について規定する。なお、各試験における対象試料は、各試験項目の概要に記載する。

参考 肥料等試験法が採用されている農林水産省告示を次に示す。

- 1) 農林水産省告示：特殊肥料の品質表示基準を定める件，平成12年8月31日，農林水産省告示第1163号，改正令和2年10月27日，農林水産省告示第2087号(2020)
- 2) 農林水産省告示：肥料取締法施行規則第11条の2第1項及び第2項に基づき普通肥料の原料の種類並びに材料の種類、名称及び使用量の保証票への記載に関する事項を定める件，昭和59年3月16日，農林水産省告示第700号，改正令和2年10月27日，農林水産省告示第2085号(2020)
- 3) 農林水産省告示：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2年10月30日，農林水産省告示第2126号(2020)
- 4) 農林水産省告示：肥料取締法第十七条第一項第三号の規定に基づき，肥料取締法第四条第一項第三号に掲げる普通肥料の保証票にその含有量を記載する主要な成分を定める件，平成12年1月27日，農林水産省告示第96号，改正令和2年10月27日，農林水産省告示第2086号(2020)

(2) 共通する一般事項、操作方法及び用語

(2.1) 法令に関わる用語

- a) **主成分又は主要な成分** 表1の肥料中の主成分又は主要な成分は、農林水産省告示で算出する成分が規定されている。

表1 肥料中の主成分又は主要な成分を算出する成分

主成分又は主要な成分	算出する成分
りん酸	五酸化りん(P_2O_5)
加里	酸化カリウム(K_2O)
けい酸	二酸化けい素(SiO_2)
苦土	酸化マグネシウム(MgO)
マンガン	酸化マンガン(MnO)
ほう素	三酸化二ほう素(B_2O_3)
硫黄分	三酸化硫黄(SO_3)
石灰	酸化カルシウム(CaO)

(2.2) 日本産業規格(JIS規格)を引用する一般事項及び用語

- a) **通則** 化学分析に共通する一般事項は、JIS K 0050による。
- b) **定義** 肥料等試験法で用いる主な用語の定義は、JIS K 0211、JIS K 0214、JIS K 0215、JIS Z 8101-1、JIS Z 8101-2 又は JIS Z 8101-3による。

- 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。
- g) **数値の丸め方** 数値の丸め方は、JIS Z 8401 による。
- h) **吸光光度法** 吸光光度法に共通する一般事項は、JIS K 0115 による。
- i) **原子吸光法** 原子吸光法には、フレイム原子吸光法、電気加熱方式原子吸光法(以下、電気加熱原子吸光法という。)及びその他の原子吸光法がある。これらに共通する一般事項は、JIS K 0121 による。
- j) **ガスクロマトグラフ法** ガスクロマトグラフ法に共通する一般事項は、JIS K 0114 による。
- k) **ガスクロマトグラフ質量分析法** ガスクロマトグラフ質量分析法に共通する一般事項は、JIS K 0123 による。
- l) **電気伝導率測定法** 電気伝導率測定法に共通する一般事項は、JIS K 0130 による。
- m) **ふるい分け試験法** ふるい分け試験法に共通する一般事項は、JIS Z 8815 による。
- n) **高速液体クロマトグラフ法** 高速液体クロマトグラフ法に共通する一般事項は、JIS K 0124 による。
- o) **高速液体クロマトグラフ質量分析法** 高速液体クロマトグラフ質量分析法に共通する一般事項は、JIS K 0136 による。
- p) **ICP 発光分光分析法** ICP 発光分光分析法に共通する一般事項は、JIS K 0116 による。
- q) **ICP 質量分析法** ICP 質量分析法に共通する一般事項は、JIS K 0133 による。
- r) **イオンクロマトグラフ法** イオンクロマトグラフ法に共通する一般事項は、JIS K 0127 による。

(2.3) 肥料等試験法における記述方法、操作方法及び用語

- a) **試薬類の名称** 特に断らない限り公益社団法人日本化学会が定めた化合物命名法[国際純正及び応用化学連合(IUPAC)無機化学命名法及び有機化学命名法によったもの]及び JIS 試薬の名称に整合させる。
- 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。
- e) **注、備考、図、表及び式** 注、備考、図、表及び式は、試験項目ごとに一連番号を付ける。
- f) **溶液の希釈** 「一定量を(容器に)とり」とは、溶液の任意の容量を JIS K 0050 に規定する計量器で(容器に)はかりとる操作をいう。

また、「一定量を(溶媒又は溶液で)正確に希釈し」とは、溶液の任意の容量を JIS K 0050 に規定する計量器で任意の容量の全量フラスコにはかりとり、標線まで(溶媒又は溶液を)加える操作⁽¹⁾をいう。

- g) **混合溶液の記述** 混合溶液については、1)～4)のとおり記述する。
 - 1) **試薬+試薬** 試薬名 1－試薬名 2(V_1+V_2)と記述する。この場合は、試薬名 1 の体積 V_1 と試薬名 2 の体積 V_2 とを混合したことを示す。
例：アセトニトリル－水(1+1)、ヘキササン－酢酸エチル(2+1)、メタノール－緩衝液(3+1)
 - 2) **試薬+水** 試薬名 1(V_1+V_2)と記述する。JIS K 0050 表 1 に記載されている試薬の場合は、試薬名 1 の体積 V_1 と水の体積 V_2 とを混合して希釈したことを示す。
例：塩酸(1+1)、硫酸(1+2)、アンモニア水(1+3)
 - 3) **溶液+試薬** 溶液名 a(濃度)－試薬名 b[V_1+V_2]と記述する。この場合は、一定の濃度の溶液名 a の体

積 V_1 と試薬名 b の体積 V_2 とを混合したことを示す。

例：水酸化ナトリウム溶液(4 g/L)－メタノール[1+4]

- 4) **希釈された試薬＋試薬** 試薬名 $a(V_1+V_2)$ －試薬名 $b[V_3+V_4]$ と記述する。この場合は、JIS K 0050 表 1 に記載されている試薬名 a の体積 V_1 と水の体積 V_2 とを混合して希釈された溶液の体積 V_3 と試薬名 b の体積 V_4 とを混合したことを示す。

例：塩酸(1+100)－メタノール[2+3]

- h) **検量線の作成** 「標準液 A mL～B mL を全量フラスコに段階的にとる。」とは、A mL から B mL の範囲で 4～6 段階⁽²⁾の量の標準液をそれぞれの全量フラスコに段階的にとる操作をいう。
検量線は試験を実施する都度作成する。また、同一試験項目を同一条件で多検体の試料について連続して測定する場合は、一定の間隔で標準液を測定して指示値の確認を行う。
- i) **器具の洗浄** 容器は使用前に、洗剤、水道水で洗浄し、JIS K 0557 に規定する A2 の水又は定量値に影響しないことを確認した水で十分に洗浄する。金属元素及び有機物を試験する試料を採取する場合は前記洗浄の後、必要に応じて硝酸(1+9)又は塩酸(1+9)による浸漬を行い、更に A2、A3 又は A4 の水で十分に洗浄する。
- j) **試薬類及び廃液などの取扱い** 関係法令規則などに従い十分に注意すること。また、各項目中で処理方法が規定されている場合には、その方法に従って処理する。
- k) **試験法の妥当性に関する参考事項** それぞれの試験法の定量範囲(定量下限等)、平均回収率、併行精度、中間精度、再現精度等の試験法の妥当性に関する情報を備考等に記載する。ただし、定量下限等のこれらの数値は例示であって、目標とする規準ではない。

注(1) 希釈倍率が大きい場合は、希釈操作を繰り返す等の操作を行って正確さを確保する。

(2) 使用する測定機器の仕様及び操作方法によって設定する。肥料等試験法に記述された検量線範囲の最小値及び最大値を含める必要はない。

(3) 水

- a) **水** この肥料等試験法で用いる水は、JIS K 0557 に規定する A2 の水又は定量値に影響しないことを確認した水とする。ただし、各項目中で規定されている場合には、それに従う。

(4) 試薬

- a) **試薬** 品目指定されている場合には、JIS マーク表示品の最上級品質のものをを用い、JIS マーク表示品がない場合には、試験に支障のない品質のものをを用いる。滴定液類の標定には、JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質を用いる。なお、指示薬等の調製に用いる JIS K 8102 に規定されるエタノール(95)は、JIS K 8101 に規定されるエタノール(99.5)及び水により調製したエタノール－水(19+1)を用いてもよい。
- b) **標準物質** 各試験項目で規定するもののほか、1)～2)の標準物質を用いて標準液の調製又は滴定液の標定をすることもできる。
- 1) **国家計量標準機関が供給する標準物質** CIPM MRA(メートル条約に基づく国際相互承認協定)に署名した国家計量標準機関(NMI: 国立研究開発法人産業技術総合研究所 NMIJ、NIST、BAM 等)が供給する国際単位系(SI)にトレーサブルな標準物質。
- 2) **容量分析用標準物質** JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- c) **標準液** 各試験項目で調製方法を規定するもののほか、その項目の備考に規定する場合、1)～3)の国家

計量標準にトレーサブルな標準液を用いて検量線用標準液を調製することもできる。ただし、調製に用いた化合物、添加してある酸などの種類及び濃度が試験に支障しないものを用いる。なお、(2.1 a)の主成分又は主要な成分の場合、その項目の備考で規定する換算係数を用いて主成分又は主要な成分を算出する。

- 1) **国家計量標準機関が供給する標準液** CIPM MRA に署名した国家計量標準機関(NMI: 国立研究開発法人産業技術総合研究所 NMIJ、NIST、BAM 等)が供給する国際単位系(SI)にトレーサブルな標準液。
 - 2) **JCSS(計量法校正事業者登録制度)標準液** JCSS(計量法校正事業者登録制度)登録事業者が調製した計量法第 134 条に基づく特定標準物質(国家計量標準)にトレーサブルな化学分析用、原子吸光用、ICP 用又はイオンクロマトグラフ用標準液。なお、濃度又はファクターに不確かさが明示された標準液を使用することを推奨する。
 - 3) **国家計量標準にトレーサブルな標準液** CIPM MRA に署名した国家計量標準機関が供給する国家計量標準(国際単位系(SI)にトレーサブルな国立研究開発法人産業技術総合研究所 NMIJ 標準物質、NIST 標準物質、BAM 標準物質等)にトレーサブルであり、ISO Guid 34(JIS Q 0034: 標準物質生産業者の能力に関する一般要求事項)の認定を取得した事業者が調製した化学分析用、原子吸光用、ICP 用又はイオンクロマトグラフ用標準液。なお、濃度又はファクターに不確かさが明示された標準液を使用することを推奨する。
- d) **滴定液** 試験項目の備考に規定する場合、1)の滴定液を用いることができる。なお、必要に応じて 1)の滴定液を一定濃度に希釈したものを用いてもよい。ただし、希釈操作は使用時に実施し、ファクターは希釈前の滴定液のものを用いる。
- 1) **ISO/IEC 17025 対応の滴定液** ISO/IEC 17025 に基づく認定(認定範囲: JIS K 8001 JA.5 滴定用溶液)を取得した試験所で調製、標定及びファクター計算された滴定液。なお、ファクターに不確かさが明示された滴定液を使用することを推奨する。
- e) **試薬類の溶液の濃度** 特に断らない限り、質量濃度は g/L 又は mg/L、モル濃度は mol/L 又は mmol/L で示す。標準液の濃度は、イオン電極法以外は、1 mL 中の質量(mg/mL、 $\mu\text{g/mL}$ 又は ng/mL)で表す。
- f) **試薬類の溶液名称の後に括弧で示されている濃度** 標準液以外はおおむねの濃度であることを意味する。例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.1 mol/L)は約 0.1 mol/L の水酸化ナトリウム溶液であることを示す。また、溶液名の前に示される濃度は、正確な濃度を意味する。ただし、一般には、端数のない数値で示し、別にファクターを求めておく。
- (5) **器具類**
- a) **ガラス器具** 特に断らない限り JIS R 3503、及び JIS R 3505 に規定するものを使用する。また、加熱操作を伴う場合には、JIS R 3503 に規定するほうけい酸ガラス-1 を用いる。
 - b) **非ガラス器具** 特に断らない限りプラスチック製器具を使用する。
 - c) **デシケーターに用いる乾燥剤** 特に断らない限りシリカゲルとする。
 - d) **磁器るつぼ及び磁器蒸発皿** JIS R 1301 及び JIS R 1302 に規定するものを使用する。
 - e) **白金るつぼ及び白金蒸発皿** JIS H 6201 及び JIS H 6202 に規定するものを使用する。
 - f) **ろ紙** JIS P 3801 に規定するものを使用する。ただし、ろ紙の種類は、各項目で規定する。
 - g) **吸光度の測定(吸光光度法)吸収セル** 特に記載がない場合には、光路長が 10 mm のものを用いる。

1.2 試験法の妥当性確認

この肥料等試験法は、肥料等技術検討会において試験法の妥当性について審議を受けて承認された方法又は肥料分析法(1992年版)の分析法のうち性能を評価してこの様式に書き替えた方法である。今後、分析技術の進歩、社会情勢の変化等に伴う要請等により、肥料等技術検討会の承認を受けた場合は、この肥料等試験法は試験法の追加、改正、削除等の改訂が行われる。

試験法の妥当性確認の手順をこの肥料等試験法の附属書 A に示した。この手順は、JIS Q 17025「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」の 7.2.2 方法の妥当性確認又は農林水産省が発行した「サーベイランス・モニタリングの計画・実施及び結果の評価・公表に関するガイドライン」の 2.4 妥当性確認の要求事項に基づき、コーデックス委員会(国際食品規格委員会、CAC)のガイドライン、IUPAC のプロトコル、AOAC INTERNATIONAL のガイドライン等を参考に作成した。妥当性が確認された試験法とは、この手順に準じて試験を実施し、要求された精確さ(真度及び精度)、定量範囲(定量上限及び定量下限)等の規準に適合することが確認された方法である。

なお、表 1 の妥当性確認のレベルに応じて、個別の試験法を表 2 の Type A~Type E に分類した。

表1 試験法妥当性確認レベル

妥当性確認等の記号	妥当性確認方法等
Def-M (Defining method)	試験法の操作が測定項目を定義する試験法で妥当性確認レベルと無関係
Def-C (Defining calculation)	計算方法のみが測定項目を定義する試験法でその定義箇所は妥当性確認レベルと無関係
Def-E (Defining extraction)	抽出操作のみが測定項目を定義する試験法でその定義箇所は妥当性確認レベルと無関係
HCV (Harmonized collaborative validation)	国際的に標準とされる試験法の妥当性確認方法(AOAC-Internationalのガイドライン、IUPACのプロトコルなど)での 8 試験室以上で 5 濃度以上の試料を用いた共同試験による評価
MLV (Multi laboratory validation)	MLV(H)の規準に達しないが、複数の試験室による妥当性確認の評価
SLV (Single laboratory validation)	国際的な標準とされる試験法の妥当性確認方法(IUPAC/ISO/AOAC-Internationalハーモナイズドガイドラインなど)での単一試験室による妥当性確認の評価
RNV (Research non validated)	SLV以上の妥当性確認がなされていない試験法

表2 個別の試験法の分類

分類記号	妥当性確認レベル
Type A	定義となる方法
Type B	HCV及びSLVの成績が「別添 試験法の妥当性確認の手順」の要求事項を満たした試験法
Type C	MLV及びSLVの成績が「別添 試験法の妥当性確認の手順」の要求事項を満たした試験法
Type D	SLVの成績「別添 試験法の妥当性確認の手順」の要求事項を満たした試験法
Type E	SLV以上の妥当性確認がされていない試験法

1.3 試験法の運用

1.3.1 試験室の技能評価

個別の試験法を運用するにあたり、次の試験室の技能評価を行うことを推奨する。

事前に Type A、Type B 及び Type C の試験法は測定成分濃度が既知の試料(認証標準物質、標準液を添加した試料等)を用いて 5 点併行で併行試験を行い、真度及び精度を確認する。Type D 及び Type E の試験法は試験法の単一試験室の妥当性確認を新たに実施する。

一連の試験の信頼性を確保するため、試験毎に測定成分濃度が既知の試料を用いて 2 点併行試験による内部質管理(内部品質管理、内部精度管理)を実施し、真度及び精度を確認する。

可能な場合は、他の試験室の試験成績との整合性を評価するため、外部質査定(外部精度管理、技能試験)に参加し、 z スコアによる評価を確認する。

1.3.2 試験結果の評価

本試験法に代わる方法であって、試験法の妥当性確認の手順で要求する規準に適合する場合は、その方法の試験結果を用いることができる。ただし、その試験結果と本試験法による試験結果が一致しない場合⁽¹⁾は本試験法の試験結果で最終判定を行うものとする。なお、複数の試験法が記述されている試験成分の場合、最終判定には Type A、Type B、Type C、Type D、Type E の試験法の試験結果の順で優先的に使用することを推奨する。

注(1) 別紙 各濃度レベルにおける真度の目標及び精度の目安又は各試験方法の室間再現精度を参考に一致・不一致を判断する。

2. 試料の取扱い

2.1 サンプルング

「肥料のサンプルング方法(2020)」を参照する。

参考文献

- 1) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター：肥料のサンプルング方法 (2020)
- 2) JIS M 8100：粉塊混合物ーサンプルング方法通則 (1992)
- 3) JIS K 0060：産業廃棄物のサンプルング方法 (1992)
- 4) JIS Z 8816：粉体試料サンプルング方法通則 (2001)
- 5) 越野正義：第二改訂詳解肥料分析法, p.12~17, 養賢堂, 東京 (1988)

2.2 試料の保存

(1) 概要

試料の性状に適した容器に密閉し、常温(10 °C~30 °C)又は冷蔵で保存する。なお、冷蔵で保存する場合は凍結させないように注意する。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **冷蔵庫:** 1 °C~8 °C に調節できるもの。
- b) **試料保存容器:** 試料を入れる容器は、清潔で、丈夫で、かつ確実に蓋又は封ができるものでなければならない。特に、原料用汚泥等の容器としては、試料が変質や吸着しない材質のものをを用い、気密なもので、水漏れせず、水分が揮散せず、内面が腐食しないものとする。

(3) 操作 保存は次のとおり行う。

- a) 比較的安定な試料は、直射日光を避けて密閉した容器で保存する。
- b) 吸湿することにより試験値に影響する試料は、密閉してデシケーター等を用いて保存する。
- c) 湿潤で変質しやすい試料は、密閉した容器で1 °C~8 °C の暗所に保存する。

2.3 分析用試料の調製

(1) 概要

- a) 必要に応じて、試験品を予備乾燥、縮分、粉碎して分析用試料を調製する。
- b) 湿潤な試験品で粉碎等の操作が困難な場合は、予備乾燥を実施する。
- c) 液状肥料及び微粒子の肥料等の十分に均質な肥料は、試験品を分析用試料とすることができる。
- d) 器具等からの汚染が試験結果に影響する場合は、予備乾燥、縮分、粉碎等の操作を行ってはならない。
- e) 分析用試料の調製中に試料の一部が飛散したり、周囲の粉じん、その他の異物が混入したりしないように注意する。

2.3.1 予備乾燥

(1) 概要

この操作は湿潤な試験品で粉碎等の操作が困難な肥料に適用する。この操作の記号は 2.3.1-2017 又は PD.-1 とする。

試験品を乾燥器で予備乾燥を実施し、この操作における乾燥減量を測定する。また、必要に応じて各試験で得られた成分含有量を試験品(現物)中の成分含有量に換算するための換算係数(現物)を算出する。

(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**: 予備乾燥温度 ± 2 °C に調節できるもの。
- b) **試料乾燥用皿**: 予め質量を 0.1 g の桁まで測定しておく。なお、試験成分の測定に影響しない材質のものを使用する。

(3) 操作 予備乾燥は、次のとおり行う。

- a) 試験品 250 g～1 kg を試料乾燥用皿にとり、均一に広げ、0.1 g の桁まで質量を測定する。
- b) 試験品を入れた試料乾燥用皿を乾燥器に入れ、乾燥する⁽¹⁾。
- c) 試料乾燥用皿を乾燥器から取り出し、室温で空気中の温度と平衡になるまで放置する⁽²⁾。
- d) 放置後、c) の質量を 0.1 g の桁まで測定する。
- e) 次式(1)によって予備乾燥における乾燥減量を算出する。必要に応じて、次式(2)によって換算係数(現物)を算出する。

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

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

W_1 : 採取した試験品の質量(g)

A : 乾燥後の試験品の質量(g)

注(1) 乾燥温度及び乾燥時間例: 40 °C で 70 時間程度、65 °C で 5 時間以上

(2) 放置時間例: 20 分程度

備考 1. 予備乾燥を実施して分析用試料を調製した堆肥、汚泥肥料等の試験品(現物)中の主要な成分量を算出する場合は、次式によって各試験で得られた分析試料中の成分含有量を換算する。

$$\text{試験品(現物)中の成分含有量} = B \times C$$

B : 各試験で得られた分析試料中の成分含有量

C : 換算係数(現物)

参考文献

- 1) 相澤真理子, 白井裕治, 杉村 靖, 高橋雄一, 大木 純, 福地幸夫, 引地典雄: 汚泥肥料の予備乾燥方

法の評価, 肥料研究報告, 1, 122~128 (2008)

(4) **予備乾燥操作フローシート** 湿潤な試験品の予備乾燥操作のフローシートを次に示す。

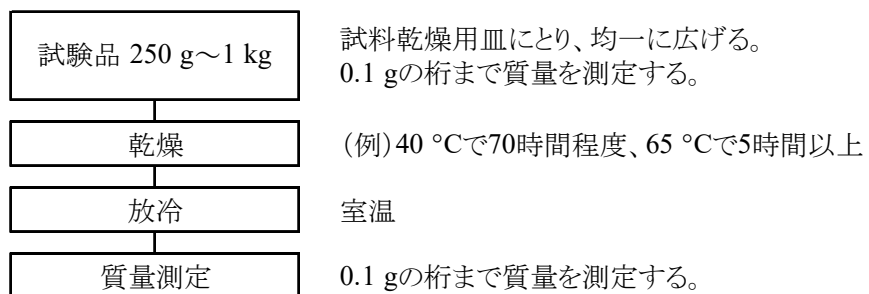


図 予備乾燥操作フローシート

2.3.2 縮分(分割)

(1) 概要

この操作は肥料に適用する。この操作の記号は 2.3.2-2017 又は Red.-1 とする。

粒度試験用試料、物理特性試験用試料等と分析用試料を区分するため、試験品をインクリメント縮分方法、二分器による方法又は円すい四分方法により縮分(分割)する。

(2) 器具

- a) **インクリメント縮分用スコップ**: 「肥料のサンプリング方法(2020)」に規定されているインクリメント縮分用スコップ。
- b) **二分器**: 「肥料のサンプリング方法(2020)」に規定されている二分器。

(3) 操作 縮分(分割)操作は、次のとおり行う。

- a) **インクリメント縮分方法** 「肥料のサンプリング方法(2020)」4.2(2) インクリメント縮分方法を参照する。
- b) **二分器による方法** 「肥料のサンプリング方法(2020)」4.2(3) 二分器による方法を参照する。
- c) **円すい四分方法** 「肥料のサンプリング方法(2020)」4.2(4) 円すい四分方法を参照する。

参考文献

- 1) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター: 肥料のサンプリング方法 (2020)
- 2) JIS M 8100: 粉塊混合物—サンプリング方法通則 (1992)
- 3) JIS K 0060: 産業廃棄物のサンプリング方法 (1992)
- 4) JIS Z 8816: 粉体試料サンプリング方法通則 (2001)

2.3.3 粉碎

(1) 概要

この操作は肥料に適用する。この操作の記号は 2.3.3-2017 又は GRD.-1 とする。

均質な分析用試料を調製するため、試験品を適切な粉碎機を用いて所定の粒度を全量通過するまで粉碎する。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **粉碎機**: 試験品の粒度及び物理的性質⁽¹⁾に適した型式・能力を有し、試験品と接触する器具が分析値に影響しない素材⁽²⁾の粉碎機⁽³⁾を用いる。
- b) **粗砕機**: 大きな塊を粗砕できるもの⁽⁴⁾。
- c) **裁断機**: 長い茎等を裁断できるもの。
- d) **ふるい**: JIS Z 8801-1又はJIS Z 8801-2に規定する試験用ふるい若しくは同等の品質のもの。

注(1) 試験品の物理的性質とは、硬さ、強じん性、比重、粘着性等をいう。

(2) (例)クロム又はニッケルを試験する分析用試料の調製にはステンレス製の器具を使用しない。

(3) 遠心型粉碎機、カッティングミル、振動ミル型粉碎機等。

(4) カッターを装着できるブレンダー等。

(3) 操作 粉碎は次のとおり行う。

(3.1) (3.2)の規定以外の肥料 JIS M 8100 の 6.4 及び次のとおり行う。

- a) 必要に応じて、試験品を粗砕機又は裁断機で粗砕又は裁断する。
- b) 目開き 500 μm ～1 mm のふるいを全量通過するまで粉碎機で粉碎する。
- c) 粉碎された試料を混合し、分析用試料とする。

備考 1. 分析試料の採取量が 1 g 未満の場合は、目開き 500 μm のふるいを全量通過する分析用試料を用いる。なお、潮解性のある試験品等で前記に適合する分析用試料を得られない場合は、目開き 1 mm のふるいを全量通過する分析用試料 5 g 以上を乳鉢、乳棒等を用いて押し砕いて分析用試料とする。

(3.2) 熔成りん肥、鉍さいけい酸質肥料等 JIS M 8100 の 6.4 及び次のとおり行う。

- a) 試験品を振動ミル型粉碎機等で粉碎する。
- b) 粉碎された試験品を目開き 212 μm のふるいに入れる。
- c) 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。この間、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 1～2 回強くたたく。
- d) ふるい網の裏面に微粉が付着している場合には、適当なブラシで静かにふるいの裏面から除去し、その微粉はふるい下とする。
- e) ふるい上の試料について、a)～d)の操作を繰返し、ふるいを通過させる。
- f) ふるいを通過した試料を合わせて混合し、分析用試料とする。

備考 2. (3.2)の操作は、く溶性主成分の測定値を安定的に得るために実施する。適用する試験品の例とし

て、熔成りん肥、鉍さいけい酸質肥料等の溶融物、溶融物を原料とする肥料、焼成りん肥等があげられる。

備考 3. b)～d)の操作は、JIS Z 8815 の 6.1.3(1.4)の操作である。

参考文献

- 1) JIS Z 8801-1: 試験用ふるいー第 1 部: 金属製網ふるい (2019)
- 2) JIS Z 8801-2: 試験用ふるいー第 2 部: 金属製板ふるい (2020)
- 3) JIS M 8100: 粉塊混合物ーサンプリング方法通則 (1992)

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) 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、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。
- 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。

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.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)
- 3) JIS Z 0701: 包装用シリカゲル乾燥剤 (1997)

(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。

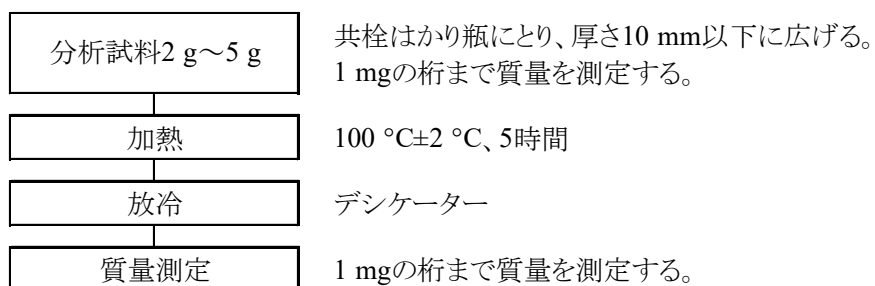


図 乾燥器を用いた乾燥減量法による肥料中の乾燥減量試験法フローシート(一例)

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 r
乾燥器 法 ¹⁾	水分計 法 ²⁾	種類	試料数		a	b	
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、たい肥、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	21.93	0.32	1.4	0.47	2.1
し尿汚泥肥料	8	13.36	0.14	1.1	0.37	2.8
工業汚泥肥料	9	34.28	0.21	0.6	0.50	1.5
焼成汚泥肥料	9	38.75	0.59	1.5	0.59	1.5
汚泥発酵肥料	9	27.10	0.26	0.9	0.60	2.2

- 1) 解析に用いた試験室数
- 2) 平均値($n = \text{試験室数} \times \text{試料数}(2)$)
- 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。

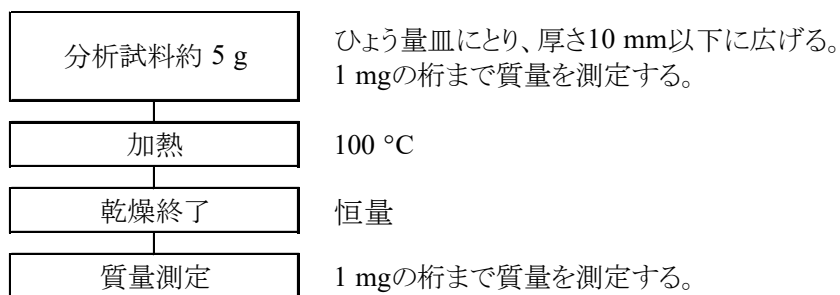


図 水分計を用いた乾燥減量法による汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法フローシート

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。

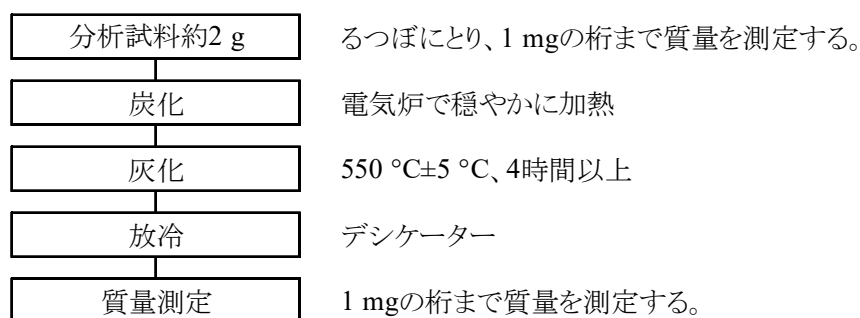


図 肥料中の灰分試験法フローシート

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、5～10 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。

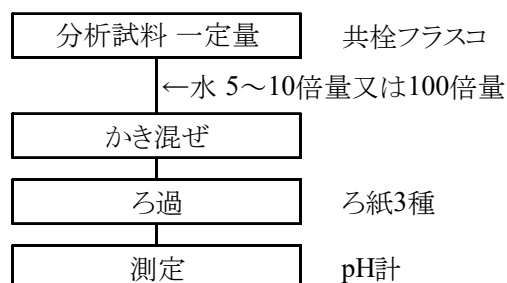


図 肥料のpH試験法フローシート

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、デン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全量フラスコ 1000 mL 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。

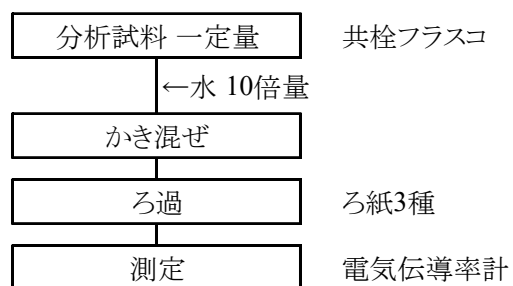


図 肥料の電気伝導率試験法フローシート

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、振幅約 70 mm、1 分間約 60 往復の割合で振動させる⁽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 1~2 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。

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。

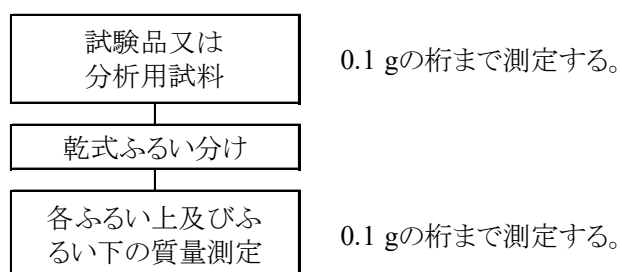


図 固形肥料の粒度試験法フローシート

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⁾。

(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16~20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ごみ、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。

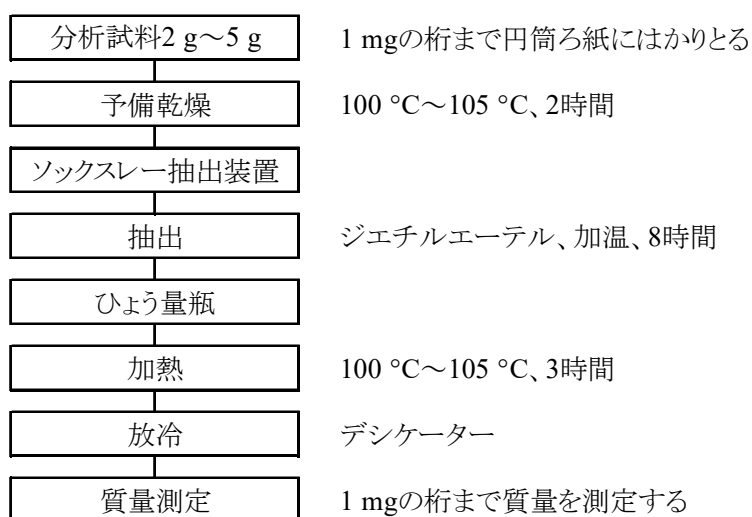


図 有機質肥料中の油分試験法フローシート

4. 主成分、保証成分等

4.1 窒素

4.1.1 窒素全量

4.1.1.a ケルダール法

(1) 概要

この試験法は硝酸性窒素を含まない肥料に適用する。この試験法の分類は Type C であり、その記号は 4.1.1.a-2017 又は T-N.a-1 とする。

分析試料に硫酸、硫酸カリウム及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物を加え、ケルダール法で前処理して窒素全量(T-N)をアンモニウムイオンにし、水酸化ナトリウム溶液を加えて水蒸気蒸留する。分離したアンモニアを 0.25 mol/L 硫酸で捕集し、余剰の硫酸を 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で(中和)滴定し、分析試料中の窒素全量(T-N)を求める。又は、分離したアンモニアをほう酸溶液で捕集し、アンモニウムイオンを 0.25 mol/L 硫酸で(中和)滴定し、分析試料中の窒素全量(T-N)を求める。この試験法は、肥料分析法(1992年版)の硫酸法に対応する。なお、この試験法の性能は備考 8 に示す。

(2) 試薬 試薬は、次による。

a) **0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液⁽¹⁾**: 水約 30 mL をポリエチレン瓶にとり、冷却しながら JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム約 35 g を少量ずつ加えて溶かし、密栓して 4～5 日間放置する。その上澄み液 5.5 mL～11 mL を共栓保存容器にとり、水 1000 mL を加える。

標定: JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質のアミド硫酸をデシケーター中に 2 kPa 以下で約 48 時間放置して乾燥した後、約 2.5 g をひょう量皿にとり、その質量を 0.1 mg の桁まで測定する。少量の水で溶かし、全量フラスコ 250 mL に移し入れ、標線まで水を加える⁽¹⁾。この液一定量を三角フラスコ 200 mL～300 mL にとり、指示薬としてプロモチモールブルー溶液(0.1 g/100 mL)数滴を加え、0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が緑色になるまで滴定する。次の式によって 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクターを算出する。

$$\begin{aligned} & \text{0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター}(f_1) \\ & = (W_1 \times A \times 0.01/97.095) \times (V_1/V_2) \times (1000/V_3) \times (1/C_1) \end{aligned}$$

W_1 : 採取したアミド硫酸の質量(g)

A : アミド硫酸の純度(%(質量分率))

V_1 : 分取したアミド硫酸溶液の容量(mL)

V_2 : アミド硫酸溶液の定容量(250 mL)

V_3 : 滴定に要した 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(mL)

C_1 : 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度(mol/L)

b) **硫酸**: JIS K 8951 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

c) **0.25 mol/L 硫酸⁽¹⁾⁽²⁾**: 硫酸約 14 mL をあらかじめ水 100 mL を入れたビーカーに加えて良くかき混ぜ、水で 1000 mL とする。

標定: 0.25 mol/L 硫酸一定量⁽³⁾を三角フラスコ 200 mL～300 mL にとり、メチルレッドーメチレンブルー混合溶液数滴を加え、0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が灰緑色⁽⁴⁾になるまで滴定する。

次の式(1)によって0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量を算出する。又は、次の式(2)によって0.25 mol/L 硫酸のファクターを算出する。

$$\begin{aligned} & \text{0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(B)} \\ & = V_4/V_5 \quad \dots\dots (1) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{0.25 mol/L 硫酸のファクター}(f_2) \\ & = (f_1 \times C_1 \times V_4/V_5)/(C_2 \times 2) \quad \dots\dots (2) \end{aligned}$$

V_4 : 滴定に要した0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(mL)

V_5 : 標定に供した0.25 mol/L 硫酸の容量(mL)

C_1 : 0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度(mol/L)

C_2 : 0.25 mol/L 硫酸の設定濃度(0.25 mol/L)

- d) **ほう酸溶液(40 g/L)**: JIS K 8863 に規定するほう酸 40 g を水に溶かして 1000 mL とする。
- e) **分解促進剤⁽⁵⁾**: JIS K 8962 に規定する硫酸カリウムと JIS K 8983 に規定する硫酸銅(Ⅱ)五水和物⁽⁶⁾を9対1の割合で混合する。
- f) **水酸化ナトリウム溶液(200 g/L～500 g/L)⁽¹⁾**: JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 100 g～250 g を水に溶かして 500 mL とする。
- g) **プロモチモールブルー溶液(0.1 g/100 mL)**: JIS K 8842 に規定するプロモチモールブルー0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)20 mL で溶かし、水で 100 mL とする。
- h) **メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)**: JIS K 8896 に規定するメチルレッド 0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。
- i) **メチレンブルー溶液(0.1 g/100 mL)**: JIS K 8897 に規定するメチレンブルー0.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。
- j) **メチルレッドーメチレンブルー混合溶液**: メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)2 容量に対し、メチレンブルー溶液(0.1 g/100 mL)1 容量を加える。
- k) **ブロムクレゾールグリーン溶液(0.5 g/100 mL)**: JIS K 8840 に規定するブロムクレゾールグリーン 0.5 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95)100 mL に溶かす。
- l) **メチルレッドーブロムクレゾールグリーン混合溶液**: メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)に同量のブロムクレゾールグリーン溶液(0.5 g/100 mL)を加える。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 肥料分析法(1992年版)の標準硫酸液 0.5 M(1/2 硫酸)溶液に対応する。

(3) 5 mL～10 mL

(4) 青紫色から暗青色を経て灰緑色になった時を終点とする。

(5) 錠剤が市販されている。

(6) 必要に応じて粉末にする。

備考 1. (2)a)の0.1 mol/L～0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に換えて、ISO/IEC 17025 対応の0.1 mol/L 水

酸化ナトリウム溶液又は 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いることもできる。

備考 2. (2)c) の 0.25 mol/L 硫酸に換えて、ISO/IEC 17025 対応の 0.25 mol/L 硫酸を用いることもできる。

(3) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) **水蒸気蒸留装置**

b) **分解フラスコ:** ケルダールフラスコ

c) **蒸留フラスコ:** 水蒸気蒸留装置に連結できるケルダールフラスコ又は丸底フラスコ

(4) **試験操作**

(4.1) **ケルダール分解** 分解は、次のとおり行う。

a) 分析試料 0.5 g～5 g を 1 mg の桁まではかりとり、分解フラスコ 300 mL～500 mL に入れる。

b) 分解促進剤 5 g～10 g を加え、更に硫酸 20 mL～40 mL を加えて振り混ぜ⁽⁷⁾、穏やかに加熱する。

c) 泡が生じなくなってから硫酸の白煙が発生するまで加熱する。

d) 有機物が完全に分解するまで強熱する⁽⁸⁾。

e) 放冷後、少量の水を加えて良く振り混ぜ、水で全量フラスコ 250 mL～500 mL に移し入れ⁽⁹⁾、更に振り混ぜる。

f) 冷却した後、標線まで水を加え、分解液とする。

注(7) 一夜放置するとよい。

(8) 溶液の色が変化しなくなってから、更に 2 時間以上加熱する。

(9) 測定で試料溶液を全量使用する場合は、全量フラスコに移し入れる操作は必要ない。

備考 3. (4.1) の操作で得た分解溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

備考 4. 難分解性アミノ酸を含む魚粉等の場合は、分析試料 0.5 g～1 g、分解促進剤 10 g 及び硫酸 30 mL～40 mL とする。

備考 5. 石灰窒素の場合は、(4.1)b) の操作の前に、少量の水を入れて潤す。硫酸を加えた際、発泡するので注意する。

(4.2) **蒸留** 蒸留は、次のとおり行う。具体的な蒸留操作は、測定に使用する水蒸気蒸留装置の操作方法による。

a) 0.25 mol/L 硫酸の一定量⁽¹⁰⁾を受器⁽¹¹⁾にとり、メチルレッドーメチレンブルー混合溶液数滴を加え、この受器を水蒸気蒸留装置に連結する。又は、ほう酸溶液(40 g/L)の一定量⁽¹⁰⁾を受器⁽¹¹⁾にとり、メチルレッドーブROMクレゾールグリーン混合溶液数滴を加え、この受器を水蒸気蒸留装置に連結する。

b) 分解液の一定量を蒸留フラスコ 300 mL にとり、水酸化ナトリウム溶液(200 g/L～500 g/L) 適量⁽¹²⁾を加え、この蒸留フラスコを水蒸気蒸留装置に速やかに連結する。

c) 水蒸気を蒸留フラスコに送り、蒸留フラスコ内の溶液を加熱し、留出速度 5 mL/min～7 mL/min で蒸留を行う。

d) 120 mL～160 mL が留出したら蒸留を止める。

e) 受器内の溶液と接した水蒸気蒸留装置の部分を少量の水で洗い、洗液を留出液と合わせる。

注(10) 5 mL～20 mL

- (11) 受器は水蒸気蒸留装置の留出液の出口を 0.25 mol/L 硫酸又はほう酸溶液(40 g/L)に浸せる三角フラスコ 200 mL~300 mL 又はビーカー200 mL~300 mL を用いる。
- (12) 溶液を強アルカリ性にするために十分な量。青色が生ずる。

(4.3) 測定 測定は、次のとおり行う。

(4.3.1) (4.2)で 0.25 mol/L 硫酸を用いた場合

- a) 留出液を 0.1 mol/L~0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶液の色が灰緑色⁽⁴⁾になるまで滴定する。
- b) 次の式によって分析試料中の窒素全量(T-N)を算出する。

$$\begin{aligned} & \text{分析試料中の窒素全量(T-N) (\% (質量分率))} \\ & = (B \times V_6 - V_7) \times C_1 \times f_1 \times (V_8/V_9) \times (14.007/W_3) \times (100/1000) \\ & = (B \times V_6 - V_7) \times C_1 \times f_1 \times (V_8/V_9) \times (1.4007/W_3) \end{aligned}$$

B: 0.25 mol/L 硫酸 1 mL に相当する 0.1 mol/L~0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量

V₆: (4.2) a)において受器にとった 0.25 mol/L 硫酸の容量(mL)

V₇: 滴定に要した 0.1 mol/L~0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の容量(mL)

C₁: 0.1 mol/L~0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の設定濃度(mol/L)

f₁: 0.1 mol/L~0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

V₈: (4.1) f)における分解液の定容量(mL)

V₉: (4.2) b)において蒸留に供した分解液の分取量(mL)

W₃: 分析試料の質量(g)

(4.3.2) (4.2)でほう酸溶液(40 g/L)を用いた場合

- a) 留出液を 0.25 mol/L 硫酸で溶液の色がうすい紅色⁽¹³⁾になるまで滴定する。
- b) 次の式によって分析試料中の窒素全量(T-N)を算出する。

$$\begin{aligned} & \text{分析試料中の窒素全量(T-N) (\% (質量分率))} \\ & = V_{10} \times C_2 \times 2 \times f_2 \times (V_{11}/V_{12}) \times (14.007/W_2) \times (100/1000) \\ & = V_{10} \times C_2 \times f_2 \times (V_{11}/V_{12}) \times (2.8014/W_2) \end{aligned}$$

V₁₀: 滴定に要した 0.25 mol/L 硫酸の容量(mL)

C₂: 0.25 mol/L 硫酸の設定濃度(0.25 mol/L)

f₂: 0.25 mol/L 硫酸のファクター

V₁₁: (4.1) f)における分解液の定容量(mL)

V₁₂: (4.2) b)において蒸留に供した分解液の分取量(mL)

W₂: 分析試料の質量(g)

注(13) 緑色からうすい紅色になった時を終点とする。

備考 6. 自動滴定装置を用いて(2) a) 標定、(2) c) 標定及び(4.3)の滴定操作を実施することができる。滴定

プログラム及び終点判定パラメーターの設定並びに受器等の容器は、使用する自動滴定装置の仕様及び操作方法による。

備考 7. (4)の試験操作に代えて自動窒素測定装置(ケルダール分解方式)を用いて分析試料中の窒素量を測定することができる。装置のプログラム及びパラメーターの設定並びに容器等は、使用する自動窒素測定装置の仕様及び操作方法による。ただし、予め硝酸性窒素を含まない肥料を用いて(4)の試験操作との比較試験を行い、窒素全量の定量値に差がないことを確認する。

備考 8. 真度の評価のため、調製試料を用いて回収試験を実施した結果、窒素全量(T-N)として10%(質量分率)~20%(質量分率)及び1%(質量分率)~5%(質量分率)の含有量レベルでの平均回収率はそれぞれ98.5%~100.6%及び97.1%~99.2%であった。

肥料認証標準物質値付けのための共同試験成績(ケルダール法の報告値に限る)について3段枝分かれ分散分析を用いて解析し、室間再現精度、中間精度及び併行精度を算出した結果を表1に示す。

なお、この試験法の定量下限は、固形肥料で0.2%(質量分率)及び液状肥料で0.02%(質量分率)程度と推定された。

表1 肥料認証標準物質の窒素全量の値付けのための共同試験成績の解析結果

肥料認証標準物質の名称	試験室数(p) ¹⁾	平均値 ²⁾ (%) ³⁾	s_r ⁴⁾ (%) ³⁾	RSD_r ⁵⁾ (%)	$s_{I(T)}$ ⁶⁾ (%) ³⁾	$RSD_{I(T)}$ ⁷⁾ (%)	s_R ⁸⁾ (%) ³⁾	RSD_R ⁹⁾ (%)
FAMIC-A-10	11	14.68	0.07	0.5	0.07	0.5	0.13	0.9

- | | |
|--------------------------------------|---------------|
| 1) ケルダール法を実施して解析に用いられた試験室数 | 6) 中間標準偏差 |
| 2) 平均値(試験室数(p)×試験日数(2)×併行試験数(3)) | 7) 中間相対標準偏差 |
| 3) 質量分率 | 8) 室間再現標準偏差 |
| 4) 併行標準偏差 | 9) 室間再現相対標準偏差 |
| 5) 併行相対標準偏差 | |

参考文献

- 1) 越野正義：第二改訂詳解肥料分析法，p.27~31，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.28~33，独立行政法人農林水産消費安全技術センター，埼玉（2009）
- 3) 久保田貴志，押田智子，矢内こずえ，井上 譲，松井精司，松本孝春，石黒瑛一，安井明美：ケルダール法における魚粉中の全窒素測定条件の検討及び燃焼法との比較，分析化学，**60**，67~74（2011）
- 4) 加藤公栄，千田正樹，渡部絵里菜：窒素全量試験法の性能調査 -ケルダール法-，肥料研究報告，**5**，156~166（2012）

(5) 窒素全量試験法フローシート 肥料中の窒素全量試験法のフローシートを次に示す。

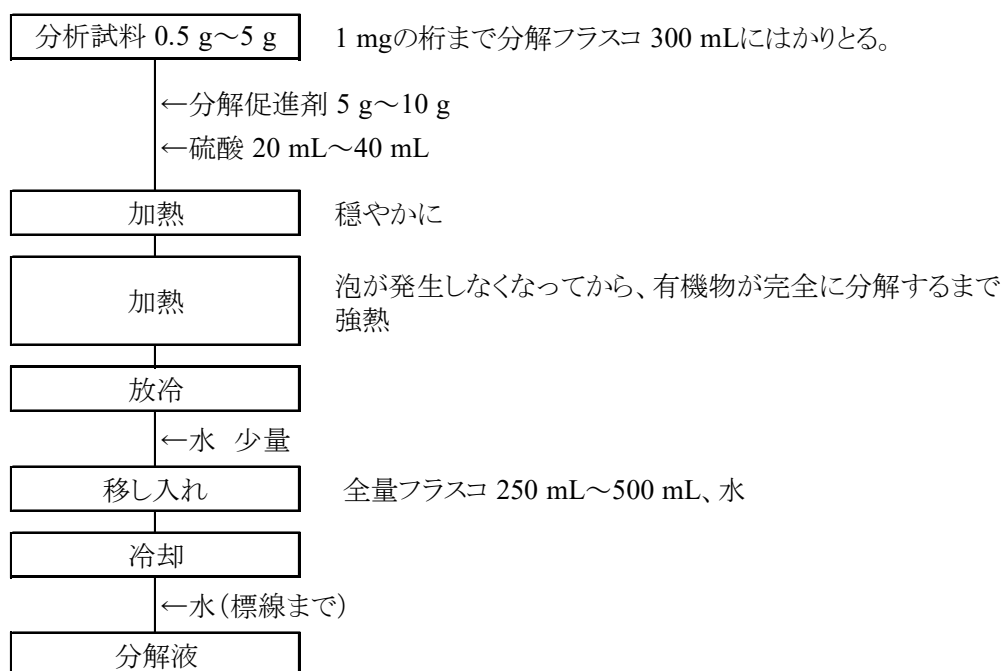


図1 肥料中の窒素全量試験法フローシート(ケルダール分解操作)

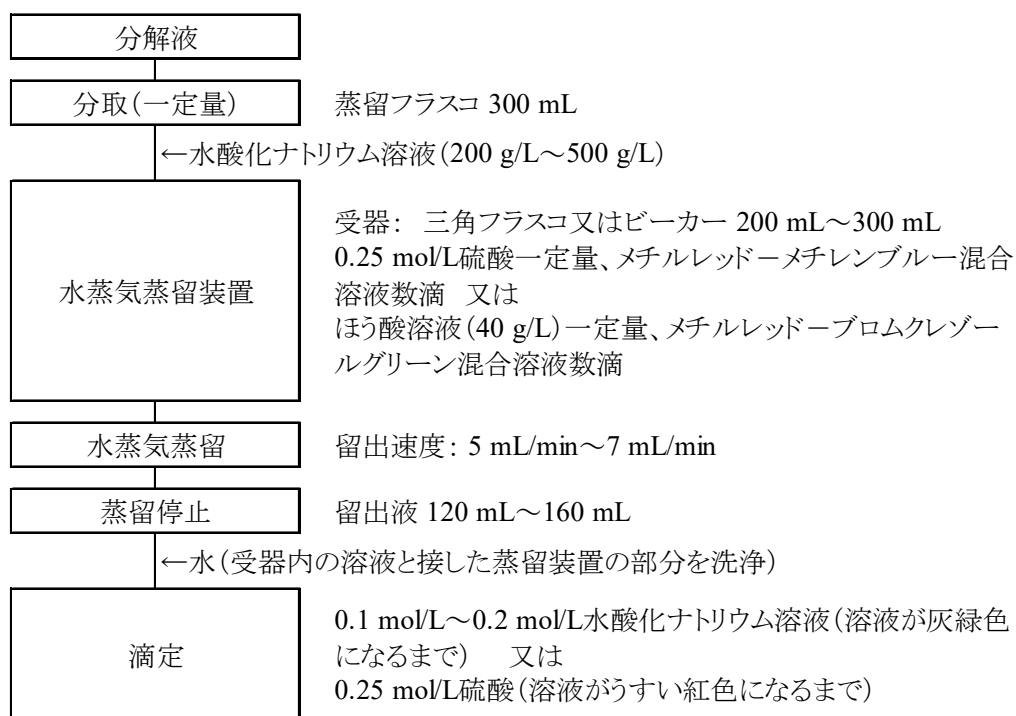


図2 肥料中の窒素全量試験法フローシート(蒸留及び測定操作)

