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) 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 7 年 8 月 28 日, 農林水産省告示第 1301 号(2025)

2) 肥料の品質の確保等に関する法律施行規則第 11 条の 2 第 1 項、第 2 項、第 3 項及び第 4 項の規定に基づき普通肥料の原料の種類等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 5 年 9 月 1 日, 農林水産省告示第 1055 号(2023)

3) 肥料の品質の確保等に関する法律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 8 年 2 月 26 日, 農林水産省告示第 243 号(2026)

4) 肥料の品質の確保等に関する法律第 17 条第 1 項第 3 号の規定に基づき, 同法第 4 条第 1 項第 3 号並びに同条第 2 項第 3 号及び第 4 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 3 年 6 月 14 日, 農林水産省告示第 1011 号(2021)

5) 肥料の品質の確保等に関する法律施行規則第 11 条第 8 項ただし書及び同条第 9 項ただし書の規定に基づき指定混合肥料の保証又は主要な成分の含有量の記載の方法の特例を定める件, 昭和 59 年 3 月 16 日, 農林水産省告示第 699 号, 改正令和 3 年 6 月 14 日, 農林水産省告示第 1008 号(2021)

6) 肥料の品質の確保等に関する法律施行規則別表第 1 号ニ及び第 2 号の規定に基づき、化学的変化により品質が低下するおそれがないものとして農林水産大臣が定める要件を定める件, 令和 2 年 11 月 5 日, 農林水産省告示第 2159 号, 改正令和 3 年 6 月 14 日, 農林水産省告示第 1014 号(2021)

(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 表 1 の肥料中の主成分、農林水産省告示で算出する成分が規定されている。

表1 肥料中の主成分を算出する成分

主成分	算出する成分
りん酸全量 可溶性りん酸 く溶性りん酸 水溶性りん酸	五酸化りん(P_2O_5)
加里全量 く溶性加里 水溶性加里	酸化カリウム(K_2O)
アルカリ分	酸化カルシウム(CaO)及び酸化マグネシウム(MgO)
石灰全量 可溶性石灰 く溶性石灰 水溶性石灰	酸化カルシウム(CaO)
硫黄分全量	三酸化硫黄(SO_3)
可溶性硫黄	硫黄(S)
可溶性けい酸 水溶性けい酸	二酸化けい素(SiO_2)
可溶性苦土 く溶性苦土 水溶性苦土	酸化マグネシウム(MgO)
可溶性マンガン く溶性マンガン 水溶性マンガン	酸化マンガン(MnO)
く溶性ほう素 水溶性ほう素	三酸化二ほう素(B_2O_3)

備考 1. 表 1 の主成分の表記については以下のとおり。可溶性りん酸の「可溶性」は「アンモニアアルカリ性くえん酸アンモニウム溶液(ペーテルマンくえん酸塩液)可溶性」を表す。く溶性りん酸、く溶性加里、く溶性石灰、く溶性苦土、く溶性マンガン及びく溶性ほう素の「く溶性」は「くえん酸溶液(20 g/L)可溶性」を表す。可溶性石灰、可溶性硫黄、可溶性苦土及び可溶性マンガンの「可溶性」は「塩酸(1+23)可溶性」を表す。可溶性けい酸の「可溶性」は肥料の原料により「塩酸(1+23)可溶性」、「水酸化ナトリウム溶液(20 g/L)可溶性」又は「塩酸(1+23)可溶性及び水酸化ナトリウム溶液(20 g/L)可溶性を合わせたもの」を表す。

(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 0067、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　試験品を粉砕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、フレーム原子吸光法、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タンデム質量分析法　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）　原子量　各元素の原子量は日本化学会原子量専門委員会が作成した「4 桁の原子量表」による。換算係数についてはそれより算出し、有効数字 4 桁とする。

b）　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。

c）　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。

d）　現物　有姿（試験品）の状態のものをいう。

e）　乾物　現物から乾燥減量を除いたものをいう。

f）　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。

g）　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。

h）　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〕

5) 王水 硝酸の体積 1 と塩酸の体積 3 とを合わせたことを示す。

i) 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。

j) 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 JIS K 0557 に規定する A2、A3 又は A4 の水で十分に洗浄する。

k) 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。

l) 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。その場合、明示された濃度又はファクターを定量値の算出に使用すること。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 Guide 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、μg/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の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の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の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のプロトコールなど）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）	HCV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「附属書A 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「附属書A 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の成績が「附属書A 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、試験ごと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） 肥料等試験法の附属書 A 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。