2. 試料の取扱い

2.1 サンプリング

「肥料のサンプリング方法(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)

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 ℃～30 ℃)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 ℃～8 ℃ 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 ℃～8 ℃ 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、粉砕して分析用試料を調製する。

b） 湿潤な試験品で粉砕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、粉砕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砕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 ℃ 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) 次の式(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、次の式(2)によって換算係数(現物)を算出する。

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

$$換算係数(現物) = A/W_1 \quad \cdots\cdots (2)$$

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 ℃ で 70 時間程度、65 ℃ で 5 時間以上

(2) 放置時間例: 20 分間程度

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試料中の成分含有量を換算する。

$$試験品(現物)中の成分含有量 = B \times C$$

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。

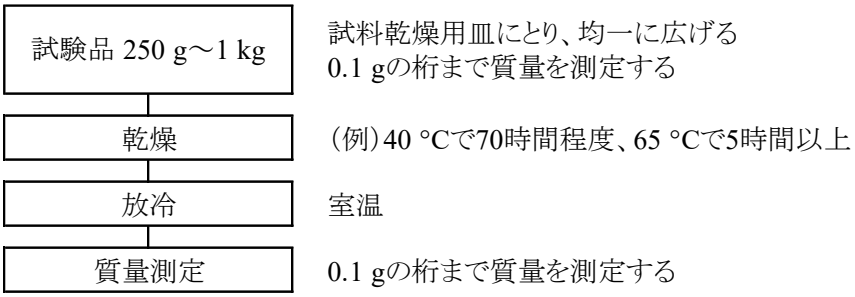


図　予備乾燥操作フローシート

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 粉砕

(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、試験品を適切な粉砕機を用いて所定の粒度を全量通過するまで粉砕する。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) 粉砕機: 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)の粉砕機(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) 遠心型粉砕機、カッティングミル、振動ミル型粉砕機等。

(4) カッターを装着できるブレンダー等。

(3) 操作 粉砕は次のとおり行う。

(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砕機で粉砕する。

c) 粉砕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、乳棒等を用いて圧し砕いて分析用試料とする。

(3.2) 熔成りん肥、鉱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砕機等で粉砕する。

b) 粉砕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 回～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、鉱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－第 1 部：金属製網ふるい (2019)

2） JIS Z 8801-2： 試験用ふるい－第 2 部：金属製板ふるい (2022)

3） JIS M 8100： 粉塊混合物－サンプリング方法通則 (1992)

4） JIS Z 8815： ふるい分け試験方法通則 (1994)