

肥料等試験法
(2013)

Testing Methods for Fertilizers
(2013)

独立行政法人
農林水産消費安全技術センター

序

農林水産省が定めた「肥料分析法」は、肥料の主成分及び有害成分の評価方法として、日本における唯一の分析法として肥料の品質向上と保証成分の確保に貢献してきました。しかしながら「肥料分析法 1992 年版」が発行されて以降新たな改訂版が発行されておりません。その間公定規格への新たな肥料の種類や肥料成分の追加及び分析機器や分析技術が進歩してきていることから、肥料生産業者や検査指導機関など肥料関係各方面から「肥料分析法」の改定が望まれておりました。

独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMIC)は肥料分析法を時代に即応した分析条件や分析方法等を導入したものに書き改めました。また、肥料分析法に掲載されていない新たな有効成分や有害成分と新規肥料等に対応できる分析方法や新たな分析機器の導入などの検討を試み、新規試験法を確立しました。その際 ISO/IEC 17025 の要求事項等に従い妥当性確認試験を実施し、得られた成績と新たな試験法について外部有識者を含む「肥料等技術検討会」で審議・承認されたものを、2008 年に「肥料等試験法(2008)」として FAMIC ホームページに掲載いたしました。その後、毎年追加・更新を行い、本年度は 2012 年度に単一試験室で妥当性確認されたメラミン(高速液体クロマトグラフ法)等 4 試験法を新たに参考法として加え、54 項目(成分等)93 試験法を収載した「肥料等試験法(2013)」を FAMIC のホームページに掲載することにいたしました。

「肥料等試験法」は農林水産省告示で公定法として指定されている「肥料分析法」に代わるものではありませんが、使用する試薬、機器等を JIS 規格等で規定し、IUPAC 等のプロトコールを参照して試験法の妥当性を確認していることと、2010 年 8 月に農林水産省から発行された「汚泥肥料中の重金属管理手引書」にも妥当性が確認された分析法として記載されていることから、肥料等の品質管理・分析業務に携わる方々の実用書として活用していただければ幸いです。

2013 年 5 月

独立行政法人農林水産消費安全技術センター
理事長 木村 真人

2012 年度肥料等技術検討会外部委員

(順不同・敬称略)

相崎 万裕美	埼玉県農林総合研究センター企画・鳥獣害防除担当 室長
上沢 正志	財団法人 日本肥糧検定協会 常務理事
川崎 晃	独立行政法人 農業環境技術研究所 連携推進室長
内藤 成弘	独立行政法人 農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所 食品分析研究領域 上席研究員 (品質情報解析ユニット長)
中村 宗知	財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所 微量試験部 部長
野口 章	学校法人 日本大学 生物資源科学部 生命化学科 植物環境化学研究室 植物栄養生理化学ユニット 准教授
矢島 和幸	社団法人 新潟県環境衛生中央研究所試験検査部 特殊分析課 課長
安井 明美	独立行政法人 農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所企画管理部業務推進室 専門員

目次

1. 総則	1
1.1 共通事項	1
1.2 試験法の妥当性確認	4
2. 試料の取扱い	5
2.1 試料の保存	5
2.2 分析用試料の調製	6
2.2.1 予備乾燥	7
2.2.2 縮分(分割)	9
2.2.3 粉砕	10
3. 一般項目	11
3.1 水分	11
3.1.a 乾燥器による乾燥減量法	11
3.1.b 水分計による乾燥減量法	14
3.2 灰分	17
3.2.a 強熱残分法	17
3.3 pH	18
3.3.a ガラス電極法	18
3.4 電気伝導率	20
3.4.a 電気伝導率計による測定法	20
3.5 粒度	22
3.5.a 乾式ふるい分け試験法	22
3.6 油分	24
3.6.a ジエチルエーテル抽出法	24
4. 主成分、保証成分等	26
4.1 窒素	26
4.1.1 窒素全量	26
4.1.1.a ケルダール法	26
4.1.1.b 燃焼法	32
4.1.1.c デバルダ合金-ケルダール法	37
4.1.1.d 還元鉄-ケルダール法	42
4.1.1.e アンモニア性窒素及び硝酸性窒素よりの算出	47
4.1.2 アンモニア性窒素	48
4.1.2.a 蒸留法	48
4.1.2.b ホルムアルデヒド法	53
4.1.3 硝酸性窒素	57

4.1.3.a	デバルダ合金－蒸留法	57
4.1.3.b	還元鉄－蒸留法	62
4.1.3.c	フェノール硫酸法	67
4.2	りん酸	71
4.2.1	りん酸全量	71
4.2.1.a	バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	71
4.2.1.b	キノリン重量法	76
4.2.2	可溶性りん酸	79
4.2.2.a	バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	79
4.2.2.b	キノリン重量法	83
4.2.3	く溶性りん酸	86
4.2.3.a	バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	86
4.2.3.b	キノリン重量法	90
4.2.4	水溶性りん酸	93
4.2.4.a	バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	93
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液状複合肥料)	97
4.2.4.c	キノリン重量法	101
4.3	加里	104
4.3.1	加里全量	104
4.3.1.a	フレイム原子吸光法又はフレイム光度法	104
4.3.1.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	107
4.3.2	く溶性加里	110
4.3.2.a	フレイム原子吸光法又はフレイム光度法	110
4.3.2.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	113
4.3.2.c	テトラフェニルほう酸ナトリウム容量法	116
4.3.3	水溶性加里	119
4.3.3.a	フレイム原子吸光法又はフレイム光度法	119
4.3.3.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法	123
4.3.3.c	テトラフェニルほう酸ナトリウム容量法	127
4.4	けい酸	130
4.4.1	可溶性けい酸	130
4.4.1.a	ふっ化カリウム法	130
4.4.1.b	ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料等)	134
4.4.1.c	ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料を含む肥料) <参考法>	138
4.4.1.d	過塩素酸法	142
4.5	石灰、カルシウム及びアルカリ分	145
4.5.1	石灰全量	145
4.5.1.a	フレイム原子吸光法	145
4.5.2	可溶性石灰	148

4.5.2.a	フレイム原子吸光法	148
4.5.3	水溶性カルシウム	151
4.5.3.a	フレイム原子吸光法	151
4.5.4	アルカリ分	154
4.5.4.a	エチレンジアミン四酢酸塩法	154
4.5.4.b	可溶性石灰及び可溶性苦土よりの算出	161
4.6	苦土	162
4.6.1	可溶性苦土	162
4.6.1.a	フレイム原子吸光法	162
4.6.2	く溶性苦土	165
4.6.2.a	フレイム原子吸光法	165
4.6.3	水溶性苦土	168
4.6.3.a	フレイム原子吸光法	168
4.7	マンガン	171
4.7.1	可溶性マンガン	171
4.7.1.a	フレイム原子吸光法	171
4.7.2	く溶性マンガン	174
4.7.2.a	フレイム原子吸光法	174
4.7.3	水溶性マンガン	177
4.7.3.a	フレイム原子吸光法	177
4.8	ほう素	180
4.8.1	く溶性ほう素	180
4.8.1.a	アゾメチン H 法	180
4.8.2	水溶性ほう素	183
4.8.2.a	アゾメチン H 法	183
4.9	亜鉛	186
4.9.1	亜鉛全量	186
4.9.1.a	フレイム原子吸光法	186
4.9.1.b	ICP 発光分光分析法 <参考法>	189
4.9.2	水溶性亜鉛	193
4.9.2.a	フレイム原子吸光法	193
4.10	銅	196
4.10.1	銅全量	196
4.10.1.a	フレイム原子吸光法	196
4.10.1.b	ICP 発光分光分析法 <参考法>	199
4.10.2	水溶性銅	203
4.10.2.a	フレイム原子吸光法	203
4.11	有機炭素及び炭素窒素比	206
4.11.1	有機炭素	206
4.11.1.a	二クロム酸酸化法	206

4.11.1.b 燃焼法 <参考法>	209
4.11.2 炭素窒素比	213
4.12 硫黄	214
4.12.1 硫黄分全量	214
4.12.1.a 滴定法 <参考法>	214
4.12.1.b 塩化バリウム重量法 <参考法>	216
4.12.1.c 透過光測定法 <参考法>	220
4.13 鉄	224
4.13.1 水溶性鉄	224
4.13.1.a フレーム原子吸光法	224
4.14 モリブデン	227
4.14.1 水溶性モリブデン	227
4.14.1.a チオシアン酸ナトリウム吸光光度法	227
5. 有害成分	230
5.1 水銀	230
5.1.a 還元気化原子吸光法	230
5.2 ひ素	234
5.2.a 水素化物発生原子吸光法	234
5.2.b ジエチルジチオカルバミン酸銀吸光光度法	239
5.3 カドミウム	243
5.3.a フレーム原子吸光法	243
5.3.b ICP 発光分光分析法 <参考法>	247
5.4 ニッケル	251
5.4.a フレーム原子吸光法	251
5.4.b ICP 発光分光分析法 <参考法>	255
5.5 クロム	259
5.5.a フレーム原子吸光法(有機物を含む肥料)	259
5.5.b フレーム原子吸光法(有機物を含まない肥料)	263
5.5.c フレーム原子吸光法(焼成汚泥肥料)	267
5.5.d ICP 発光分光分析法 <参考法>	271
5.6 鉛	275
5.6.a フレーム原子吸光法	275
5.6.b ICP 発光分光分析法 <参考法>	279
5.7 スルファミン酸(アミド硫酸)	283
5.7.a イオンクロマトグラフ法 <参考法>	283
5.8 硫青酸化物(チオシアン酸アンモニウム)	287
5.8.a イオンクロマトグラフ法 <参考法>	287
6. 制限事項に係る試験	291

6.1	ジシアンジアミド性窒素	291
6.1.a	高速液体クロマトグラフ法	291
7.	硝酸化成抑制材	295
7.1	2-アミノ-4-クロロ-6-メチルピリミジン(AM)	295
7.1.a	高速液体クロマトグラフ法	295
7.2	1-アミジノ-2-チオ尿素(ASU)	299
7.2.a	高速液体クロマトグラフ法	299
7.3	4-アミノ-1,2,4-トリアゾール塩酸塩(ATC)	303
7.3.a	高速液体クロマトグラフ法	303
7.4	N-2,5-ジクロロフェニルスクシナミド酸(DCS)	306
7.4.a	高速液体クロマトグラフ法	306
7.5	ジシアンジアミド(Dd)	309
7.5.a	高速液体クロマトグラフ法	309
7.6	2-スルファニルアミドチアゾール(ST)	314
7.6.a	高速液体クロマトグラフ法	314
8.	その他	318
8.1	メラミン及びその関連物質	318
8.1.a	ガスクロマトグラフ質量分析法 <参考法>	318
8.1.b	高速液体クロマトグラフ法 (石灰窒素) <参考法>	324
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) <参考法>	328
8.2	クロピラリド	332
8.2.a	高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 <参考法>	332
8.3	残留農薬多成分分析	338
8.3.a	高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法	338

1. 総則

1.1 共通事項

(1) 適用範囲

この肥料等試験法は、肥料及び肥料原料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。

(2) 共通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 又は JIS K 0215 による。
- c) **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)

- d) **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。
- e) **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。
- f) **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。
- g) **試料** この試験法における試料とは、試験品、分析用試料又は分析試料を示す。
- h) **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。
- 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) **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。
- k) **数値の丸め方** 数値の丸め方は、JIS Z 8401 による。
- l) **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。
- m) **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。

- n) **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。
- o) **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。
- p) **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。
- q) **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。
- r) **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。
- s) **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。
- t) **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。
- u) **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。
- v) **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、定量上限)、平均回収率、併行精度、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、目標とする基準ではない。
- w) **有機物** 有機質肥料、汚泥肥料、たい肥等の肥料及び肥料原料をいう。ただし、尿素等の有機化合物を除く。

注(1) 希釈倍率が高い場合は、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。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。
- b) **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、1mL 中の質量(mg/mL、 μ g/mL 又は ng/mL)で表す。
- c) **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。
- d) **混合溶液の記述** 混合溶液については、1)～4)のとおり記述できる。
 - 1) **試薬+試薬**： 試薬名 a—試薬名 b(V_a+V_b)と記述する。この場合は、試薬名 a の体積 V_a と試薬名 b の体積 V_b 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 a(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 a 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]

- e) **試薬類の調製に用いる水** (3)a)の水とする。ただし、各項目中で規定されている場合には、それに従う。
- f) **試薬類の名称** 特に断らない限り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。
- g) **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。

(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) **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。
- c) **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。
- d) **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。
- e) **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。
- f) **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、承認された方法である。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。

なお、妥当性が確認されたその他の試験法はこの試験法に代えて使用することができるが、その結果について疑いがある場合は規定の方法で最終判定を行うものとする。

備考 妥当性が確認された試験法とは、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 5.4.5 方法の妥当性確認又は「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関する試験を実施し、この肥料等試験法に準拠する精確さ(真度及び精度)、定量範囲(定量上限及び定量下限)等が確認された方法である。

2. 試料の取扱い

2.1 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～5 °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～5 °Cの暗所に保存する。

2.2 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、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。

参考文献

- 1) JIS M 8100:粉塊混合物－サンプリング方法通則 (1992)
- 2) JIS K 0060:産業廃棄物のサンプリング方法 (1992)

2.2.1 予備乾燥

(1) 概要

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。揮発分の割合を測定し、各試験で得られた分析値を試験品(現物)の含有量に換算する。

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)

(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のけたまで測定しておく。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~500 gを試料乾燥用皿にとり、均一に広げ、0.1 gのけた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のけたまで測定する。
- 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。

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

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

A: 採取した試験品の質量(g)

B: 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

(4) 予備乾燥操作フローシート 汚泥肥料の予備乾燥操作のフローシートを次に示す。

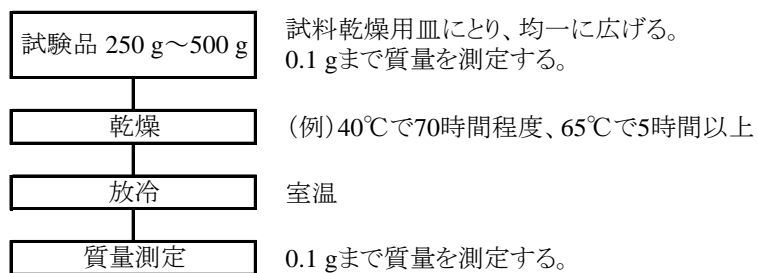


図 予備乾燥操作フローシート

2.2.2 縮分(分割)

(1) 概要

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**: JIS M 8100 の付図 1 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**: JIS M 8100 の付図 3 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** JIS M 8100 の 6.5.2 のとおり行う。
- b) **二分器による方法** JIS M 8100 の 6.5.3 のとおり行う。
- c) **円すい四分方法** JIS M 8100 の 6.5.4 のとおり行う。

2.2.3 粉碎

(1) 概要

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・能力を持つ粉碎機⁽²⁾を用いる。
- b) **粗砕機**: 大きな塊を粗砕できるもの⁽³⁾。
- 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) 遠心型粉碎機、カッティングミル、振動ミル型粉碎機等。

(3) 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。

(3.2) **熔成りん肥、焼成りん肥、けい酸質肥料、石灰質肥料、苦土肥料、マンガン質肥料等** 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 1. b)～d) の操作は、JIS Z 8815 の 6.1.3(1.4) の操作である。

3. 一般項目

3.1 水分

3.1.a 乾燥器による乾燥減量法

(1) 概要

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、乾燥減量を測定する。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。

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)

(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のけたまで測定しておく。

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以下になるように拡げ、1 mgのけた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のけたまで測定する。
- 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。

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

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

- A: 採取した分析試料の質量(g)
B: 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. 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。

$$\text{試験品(現物)中の総水分量}(\%(\text{質量分率})) = A + B \times ((100 - A) / 100)$$

A: 予備乾燥操作における試験品(現物)の乾燥減量(%(質量分率))

B: 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. 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

備考 3. 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。

備考 4. 全国肥料品質保全協議会主催で実施された手合わせ分析(技能試験、外部精度管理試験)の成績について、ロバスト法を用いて解析した結果を表 2 に示す。

表2 全国肥料品質保全協議会主催の水分の手合わせ分析¹⁾の成績及び解析結果

実施年	試料	試験室数	中央値(M) ²⁾ (%) ³⁾	NIQR ⁴⁾ (%) ³⁾	RSD _{rob} ⁵⁾ (%)
2006	高度化成肥料	147	1.70	0.30	17.6
2007	有機入り化成肥料	146	4.99	0.35	7.0
2008	高度化成肥料	145	2.87	0.24	8.5
2009	普通化成肥料	145	3.53	0.15	4.2
2010	高度化成肥料	143	1.58	0.41	26.0
2011	高度化成肥料	137	2.03	0.09	12.0

1) 技能試験、外部精度管理試験

2) 中央値(M)は正規分布において平均値と一致する。

3) 質量分率

4) 標準化された四分位範囲(NIQR)は正規分布において標準偏差と一致する。

5) RSD_{rob}は、ロバスト法から求めた相対標準偏差の表現であり、次式により算出した。

$$RSD_{rob} = (NIQR/M) \times 100$$

(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。

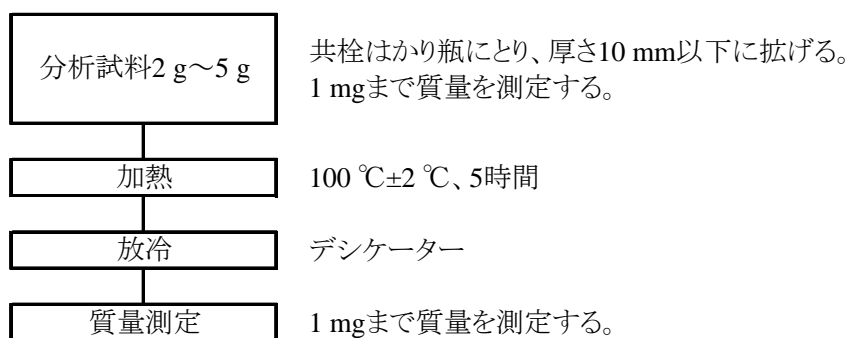


図 乾燥器を用いた乾燥減量法による肥料中の水分試験法フローシートの一例

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。

加熱乾燥方式の水分計を用いて分析試料中の水分を定量する。

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)

(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内蔵天秤⁽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 乾燥器による加熱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 のけた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 のけたまで質量を測定する。
- d) 次式(1)によって分析試料中の乾燥減量を算出、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。

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

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

A: 採取した分析試料の質量(g)

B: 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)の水分量を算出する。

試験品(現物)中の総水分量(%(質量分率)) = $A + B \times ((100 - A) / 100)$

A: 予備乾燥操作における試験品(現物)の乾燥減量(%(質量分率))

B: 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. 有機質肥料、堆肥及び汚泥肥料を用いて併行試験を実施した結果を表 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 水分計による汚泥肥料等中の水分の併行試験

肥料の名称	平均値 ¹⁾ (%) ²⁾	標準偏差 (%) ²⁾	相対標準偏差 (%)
下水汚泥肥料	24.40	0.29	1.2
し尿汚泥肥料A	5.50	0.03	0.6
し尿汚泥肥料B	13.63	0.09	0.7
工業汚泥肥料A	13.39	0.11	0.8
工業汚泥肥料B	90.61	0.14	0.2
汚泥発酵肥料A	33.92	0.20	0.6
汚泥発酵肥料B	63.14	0.21	0.3
魚かす粉末	6.27	0.01	0.2
蒸製皮革粉	8.03	0.11	1.4
なたね油かす及びその粉末	8.85	0.03	0.3
米ぬか油かす及びその粉末	9.05	0.01	0.1
副産植物質肥料	6.26	0.07	1.0
混合有機質肥料	6.47	0.02	0.3
堆肥	10.19	0.04	0.4

1) 3点併行試験の平均値

2) 質量分率

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⁾	SD _r ⁴⁾ (%) ³⁾	RSD _r ⁵⁾ (%)	SD _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

(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。

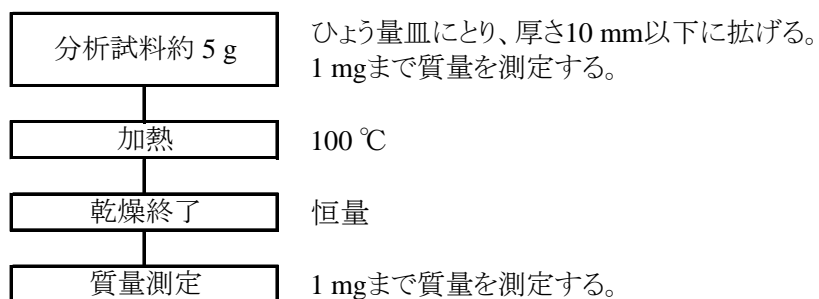


図 水分計を用いた加熱乾燥法による汚泥肥料、堆肥、有機質肥料等中の水分試験法フローシート

3.2 灰分

3.2.a 強熱残分法

(1) 概要

有機質肥料及び有機物を含む肥料に適用する。
分析試料を電気炉で強熱し、強熱残分を測定する。

(2) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **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 のけたまで測定しておく。

(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 のけた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。
- 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 のけたまで測定する。
- 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。

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

A: 採取した分析試料の質量(g)

B: 強熱後の分析試料の質量(g)

注(1) 炭化操作例: 煙が出なくなるまで約 250 °Cで加熱する。

(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。

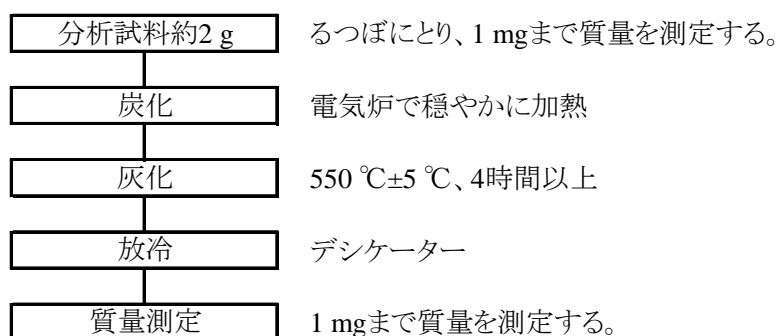


図 肥料中の灰分試験法フローシート

3.3 pH

3.3.a ガラス電極法

(1) 概要

ガラス電極を用いた pH 計によって測定する。

参考文献

- 1) JIS Z 8802: pH 測定方法 (1984)

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **しゅう酸塩 pH 標準液**: 計量法第 134 条に基づく特定標準物質(国家計量標準)にトレーサブルなしゅう酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- b) **フタル酸塩 pH 標準液**: 計量法第 134 条に基づく特定標準物質(国家計量標準)にトレーサブルなフタル酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- c) **中性りん酸塩 pH 標準液**: 計量法第 134 条に基づく特定標準物質(国家計量標準)にトレーサブルな中性りん酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- d) **ほう酸塩 pH 標準液**: 計量法第 134 条に基づく特定標準物質(国家計量標準)にトレーサブルなほう酸塩 pH 標準液 第 2 種。
- e) **炭酸塩 pH 標準液**: 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。
- 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。

(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などでぬぐっておく。
- b) 試料溶液をビーカーにとり⁽²⁾、検出部を浸し、pH 値を測定する。

注(2) 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。

(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。

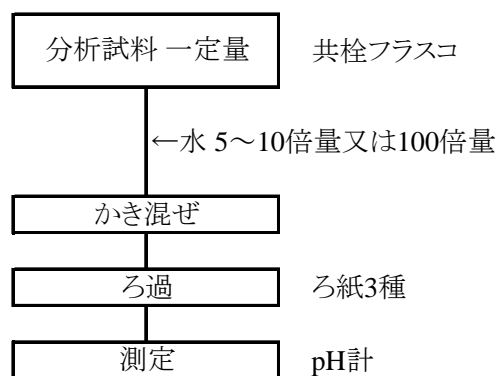


図 肥料のpH試験法フローシート

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

堆肥、汚泥肥料等の有機質肥料の電気伝導率を電気伝導率計によって測定する。

参考文献

1) JIS K 0130: 電気伝導率測定法通則 (2008)

(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全量フラスコ 1,000 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。

(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。

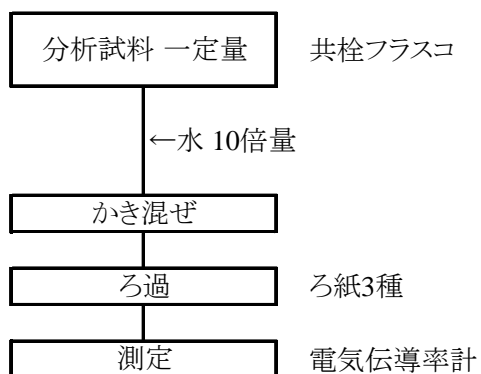


図 肥料の電気伝導率試験法フローシート

3.5 粒度

3.5.a 乾式ふるい分け試験法

(1) 概要

乾式のふるい分けにより、粒子状又は粉状肥料の粒径分布を測定する。

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) **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 のけたまで測定しておく。

(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) 試験品又は分割した分析用試料⁽¹⁾の全量⁽²⁾の質量を 0.1 g のけたまではかり、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⁽³⁾。
- d) 各ふるい上及びふるい下をひょう量皿に入れる⁽⁴⁾。

注(1) 試料の分割は 2.2.2(3) のとおり行う。

(2) 分割した分析用試料の場合は、250 g を最小量とする。

(3) 必要に応じて、1 分間に約 3 回の円運動を加える。

(4) 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、分割した分析用試料⁽¹⁾又は(3.1)c)のふるい下の全量⁽²⁾の質量を 0.1 g のけたまではかり、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⁽⁵⁾をひょう量皿に入れる⁽⁴⁾。

注(5) 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 のけたまで測定する。
- b) ふるい上百分率及び積算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。

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

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)

(5) **粒度試験法フローシート** 粒子状又は粉状肥料の粒度試験法のフローシートを次に示す。

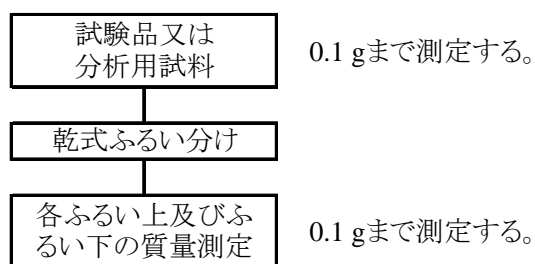


図 粒子状又は粉状肥料の粒度試験法フローシート

3.6 油分

3.6.a ジエチルエーテル抽出法

(1) 概要

有機質肥料に適用する。

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する。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。

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)

(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**: 共通摺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 のけたまで測定しておく。
- 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 のけたまではかりとり、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) ひょう量瓶からソックスレー抽出器を外し、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 のけたまで測定する。
- 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。

(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。

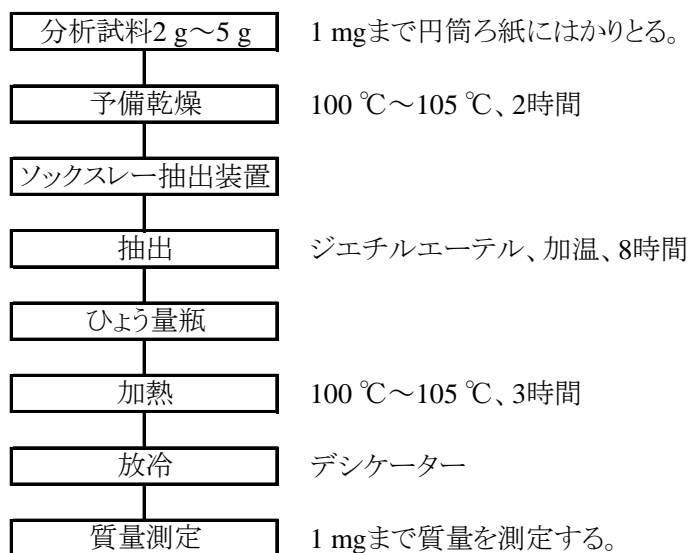


図 有機質肥料中の油分試験法フローシート