

2. 試料の取扱い

試料の取扱いは、肥料等試験法を準用する。

なお、同定、検出等が困難な場合は、**2.1～2.5** のいずれか又は組み合わせた処理を実施し、試験用試料を調製する。また、**5. 機器による同定等**で使用する場合は、使用する測定機器の特性により試料の取扱いが異なるため、機器に合わせた処理を実施し、試験用試料を調製する(各試験法参照)。

備考 1. 肥料等試験法の試料の取扱いの準用する項目の例を次に示す。なお、「分析用試料」は「試験用試料」、また、「分析試料」は「試験試料」と読み替えるものとする。

<肥料等試験法(2023)の記述の抜粋>

- 2.2 試料の保存
- 2.3 分析用試料の調製
 - 2.3.1 予備乾燥
 - 2.3.2 縮分(分割)
 - 2.3.3 粉碎

2.1 ふるい分け

(1) 概要

粒度の異なる混合物等は必要に応じてふるい分けを実施する。

(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。

(3) 乾式ふるい分け操作 混合物等は必要に応じてふるい分けを実施する。ふるい分けは、JIS Z 8815 及び次のとおり行う。

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) 試料の約 10 g を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。

d) 各ふるい上及びふるい下を試験用試料とする。

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)

2.2 比重分離

(1) 概要

比重液を用いて試料を分離する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **比重液(1)**：ポリタングステン酸ナトリウム、JIS K 8514 に規定する臭化ナトリウム、JIS K 8549 に規定する硝酸カルシウム四水和物又は JIS K 8111 に規定する塩化亜鉛の飽和水溶液を調製する。使用に際して、調製した飽和水溶液に適宜水を加えて希釈し、JIS B 7525-3 に規定する浮ひょう型比重計を用いて比重を確認する。
- b) **比重液(2)**：JIS K 8322 に規定するクロロホルム。比重 1.5
- c) **エタノール**：JIS K 8102 に規定する特級又は同等の品質の試薬。

備考 1. 比重液の確認は JIS Z 8804 又は JIS K 0061 を参考に実施する。

備考 2. 比重液に用いられる試薬の中には毒性を有するものがあるので、予め安全データシート(SDS)を確認し、排気施設内での使用、手袋及び防護眼鏡の着用などを実施し、蒸気を吸引、皮膚等に付着しないよう十分な注意を払って取扱う。

(3) 比重分離操作 比重分離は、次のとおり行う。

(3.1) 水溶性物質を分離しない場合

- a) 試料 1 g をはかりとり、10 mL 共栓試験管に入れる。
- b) 比重液(1)約 7 mL を加える。
- c) ふたをして振り混ぜる。
- d) 静置後、浮遊物を駒込ピペット又は葉さじでシャーレ又はビーカーに移す⁽¹⁾。
- e) 試験管の溶液を除去し、沈降物を葉さじでシャーレ又はビーカーに移す。
- f) d) の浮遊物及び e) の沈降物を必要に応じて水で洗浄し、試験用試料とする。

注(1) 浮遊物を移しにくい場合は、浮遊物が試験管上部に浮き上がるまで比重液(1)を加える。

(3.2) 水溶性物質を分離する場合

- a) 試料 1 g をはかりとり、10 mL 共栓試験管に入れる。
- b) 比重液(2)約 7 mL を加える。
- c) ふたをして振り混ぜ、ふたに付着した試料を比重液で試験管に洗い込む。
- d) 静置後、浮遊物を駒込ピペット又は葉さじでシャーレ又はビーカーに移し⁽¹⁾、風乾する。
- e) 試験管の溶液を除去し、沈降物を葉さじでシャーレ又はビーカーに移し、風乾する。
- f) d) の浮遊物及び e) の沈降物を試験用試料とする。

参考文献

- 1) JIS Z 8804: 液体の密度及び比重の測定方法 (2012)
- 2) JIS K 0061: 化学製品の密度及び比重測定方法 (2022)
- 3) JIS Z 8807: 固体の密度及び比重の測定方法 (2012)

4) 福島正文：流通肥料の比重調査について，肥検回報，**33 (3)**，19~26 (1980)**参考資料**

比重分離の操作において、参考となる流通肥料の比重の調査結果を発行者(公益財団法人 日本肥糧検定協会)の許可を得て表1に示す。ただし、表1の肥料の種類欄は「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3年6月14日 農林水産省告示第1010号)の肥料の種類に従って編集。

なお、複合肥料中の原料として用いられた肥料は、製品の加工工程(造粒等)により比重が大きく変わることがあるので留意すること。

表1 肥料の比重

肥料の分類	肥料の種類	試料数 ^{a)}	比重 ^{b)}
窒素質肥料	硫酸アンモニア	11	1.76 ~ 1.80
	塩化アンモニア	4	1.52 ~ 1.54
	硝酸アンモニア	3	1.67 ~ 1.71
	硝酸ソーダ	1	2.00
	硝酸石灰	4	1.97 ~ 2.04
	腐植酸アンモニア肥料	1	1.54
	尿素	6	1.31 ~ 1.54
	アセトアルデヒド縮合尿素	1	1.44
	イソブチルアルデヒド縮合尿素	1	1.26
	オキサミド	1	1.66
	石灰窒素	4	2.12 ~ 2.30
	りん酸質肥料	過りん酸石灰	7
重過りん酸石灰		5	2.19 ~ 2.33
熔成りん肥		4	2.95 ~ 2.99
焼成りん肥		1	2.99
加工りん酸肥料		13	2.30 ~ 2.70
加里質肥料	硫酸加里	5	2.56 ~ 2.63
	塩化加里	8	1.97 ~ 2.03
	硫酸加里苦土	3	2.56 ~ 2.79
	重炭酸加里	1	2.14
	腐植酸加里肥料	1	1.65
	けい酸加里肥料	1	2.59
有機質肥料	魚かす粉末	5	1.33 ~ 1.51
	甲殻類質肥料粉末	2	1.62 ~ 1.70
	肉骨粉	3	1.48 ~ 1.66
	蒸製てい角粉	2	1.32
	蒸製毛粉	3	1.28 ~ 1.42
	乾血及びその粉末	1	1.18
	生骨粉	2	1.86 ~ 2.26
	蒸製骨粉	4	1.69 ~ 1.90
	蒸製皮革粉	4	1.37 ~ 1.41
	干蚕蛹粉末	1	1.25
	絹紡蚕蛹くず	1	1.27

a) 調査した試料数

b) 空気比較式比重計を用いて測定した比重

表1 肥料の比重(続き)

肥料の分類	肥料の種類	試料数 ^{a)}	比重 ^{b)}
有機質肥料	大豆油かす及びその粉末	3	1.26 ~ 1.30
	なたね油かす及びその粉末	5	1.32 ~ 1.37
	わたみ油かす及びその粉末	2	1.40 ~ 1.41
	落花生油かす及びその粉末	1	1.38
	あまに油かす及びその粉末	1	1.36
	ごま油かす及びその粉末	1	1.42
	ひまし油かす及びその粉末	2	1.38 ~ 1.44
	米ぬか油かす及びその粉末	1	1.45
	カポック油かす及びその粉末	1	1.42
	たばこくず肥料粉末	1	1.47
	えんじゅかす粉末	1	1.33
	加工家きんふん肥料	2	1.49 ~ 1.51
	魚廃物加工肥料	1	1.65
	乾燥菌体肥料	2	1.32 ~ 1.38
混合有機質肥料	1	1.26	
副産肥料 ^{c)}	(旧:副産窒素肥料)	2	1.67 ~ 1.80
	(旧:副産りん酸肥料)	7	1.78 ~ 2.89
	(旧:副産加里肥料)	3	1.57 ~ 2.47
	(旧:副産植物質肥料)	1	1.32
	(旧:副産複合肥料)	1	1.88
	(旧:副産苦土肥料)	3	2.26 ~ 3.11
複合肥料	化成肥料	30	1.64 ~ 2.22
	配合肥料	9	1.54 ~ 1.99
	成形複合肥料	2	1.79 ~ 1.84
	吸着複合肥料	2	1.22 ~ 1.88
石灰質肥料	生石灰	1	2.81
	消石灰	3	2.36 ~ 2.49
	炭酸カルシウム肥料	4	2.77 ~ 2.84
	副産石灰肥料	2	2.41 ~ 3.11
けい酸質肥料	けい灰石肥料	1	2.14
	鉍さいけい酸質肥料	8	2.66 ~ 3.13
苦土肥料	硫酸苦土肥料	6	2.18 ~ 2.58
	水酸化苦土肥料	1	2.38
	加工苦土肥料	2	2.38 ~ 2.59
	腐植酸苦土肥料	1	1.72
マンガン質肥料	硫酸マンガン肥料	4	2.80 ~ 2.99
ほう素質肥料	ほう酸塩肥料	2	1.80 ~ 1.88
	加工ほう素肥料	1	2.06
微量要素複合肥料	熔成微量要素複合肥料	1	3.06
	混合微量要素肥料	1	2.33

a) 調査した試料数

b) 空気比較式比重計を用いて測定した比重

c) 令和3年6月14日農林水産省告示第1010号により新設。副産される肥料が統合されたことから旧規格での種類名を記載

2.3 微粉碎

(1) 概要

試料を乳鉢で微粉碎し、X線回折による同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 器具 器具は、次のとおりとする。

- a) **乳鉢**: めのう製乳鉢。
- b) **乳棒**: めのう製乳棒。

(3) 微粉碎操作 微粉碎は、次のとおり行う。

- a) 少量の試料を乳鉢に入れ、乳棒を用いてよく磨り潰す。
- b) 均質に混合して試験用試料とする。

2.4 アルカリ処理

(1) 概要

試料を水酸化ナトリウム溶液(50 g/L)で煮沸し、植物質、動物質の骨等の同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) ホットプレート

(3) アルカリ処理操作

- a) 試料 1 g～2 g をはかりとり、500 mL トールビーカーに入れる。
- b) 少量のエタノールを加えて試料を潤し、水酸化ナトリウム溶液(50 g/L) 150 mL を加える。
- c) トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレートで加熱して 30 分間煮沸する。
- d) ビーカーの上部まで水を加えて静置する。
- e) 傾斜又は吸引により、浮遊物及び水層を除く。
- f) 水層が透明になるまで d)～e) の操作を繰り返す。
- g) 残留物を試験用試料とする。

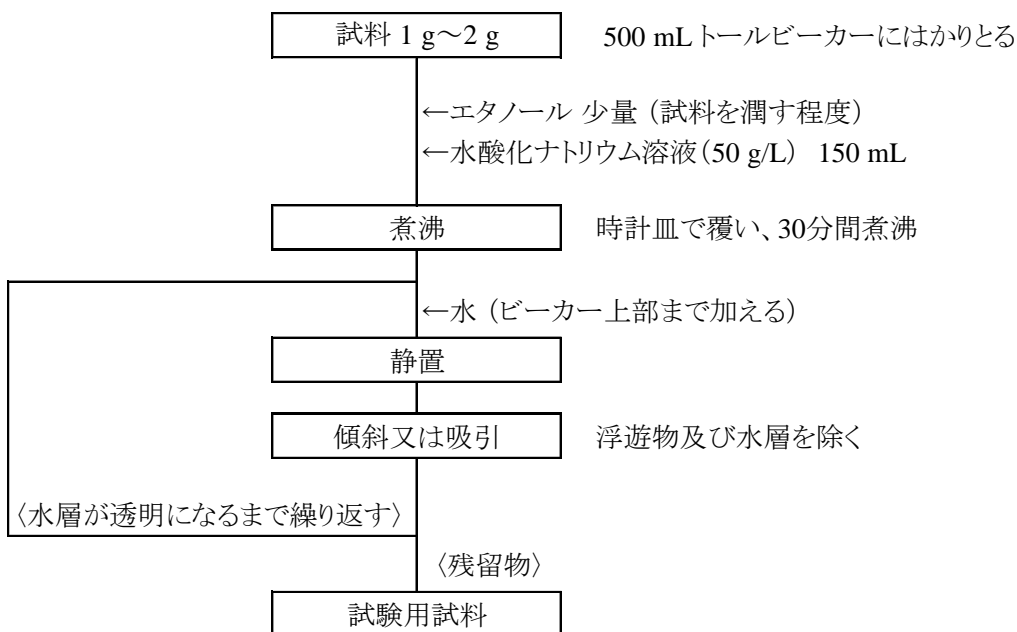


図1 アルカリ処理操作

2.5 酸処理

(1) 概要

試料を硫酸(1+34)で煮沸し、動物質等の同定に用いる試験用試料を調製する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) ホットプレート

(3) 酸処理操作

- a) 試料 1 g～2 g をはかりとり、500 mL トールビーカーに入れる。
- b) 硫酸(1+34) 150 mL を加える。
- c) トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレートで加熱して 15 分間煮沸する。
- d) ビーカーの上部まで水を加えて静置する。
- e) 傾斜又は吸引により、浮遊物及び水層を除く。
- f) 水層が透明になるまで d)～e) の操作を繰り返す。
- g) 残留物を試験用試料とする。

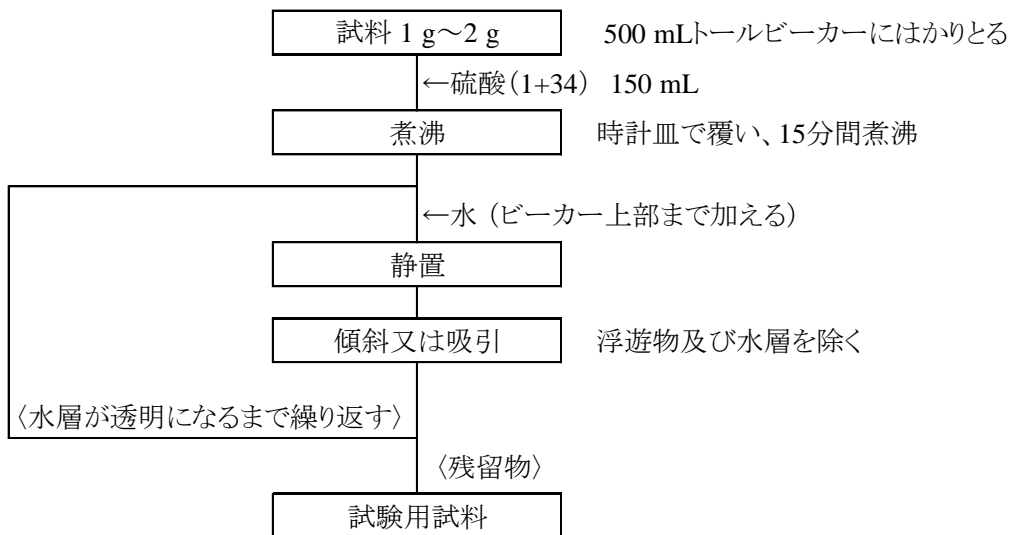


図1 酸処理操作