

**肥料の鑑定方法
(2023)**

**Identification Methods for Fertilizers
(2023)**

令和5年9月26日

独立行政法人
農林水産消費安全技術センター

肥料の鑑定方法(2023)目次

1. 共通事項	1
1.1 概要及び適用範囲	1
1.2 共通する一般事項及び用語	1
2. 試料の取扱い	3
2.1 ふるい分け	4
2.2 比重分離	5
2.3 微粉砕	8
2.4 アルカリ処理	9
2.5 酸処理	10
3. 形態観察	11
3.1 光学顕微鏡による同定	11
3.2 肉眼又は実体顕微鏡による同定	12
4. 肥料成分の検出	13
4.1 試薬による定性試験	13
4.1.1 尿素性窒素	13
4.2 試験紙による定性試験	15
5. 機器による同定等	18
5.1 X線回折装置による同定	18
5.2 FT-IR(フーリエ変換形赤外分光光度計)による同定	20
5.2.1 FT-IRによる同定	20
5.2.2 顕微 FT-IRによる汚泥肥料と堆肥の鑑定	22
肥料の鑑定方法(2023)の解説		解説-1

1. 共通事項

1.1 概要及び適用範囲

肥料及び肥料原料の鑑定方法の流れ(例)を図1に示す。鑑定しようとする肥料等(試験品)に、前処理を必要に応じて組み合わせて実施して鑑定に適した形状の試験試料を調製し、その試験試料の形態観察(顕微鏡観察を含む)、化学的方法(肥料成分の定性試験など)、機器による測定(X線回折装置による物質の鑑定(同定等))の結果から総合的に判断する。

なお、各試験における対象試料は、各方法及び各試験項目の概要に記載する。

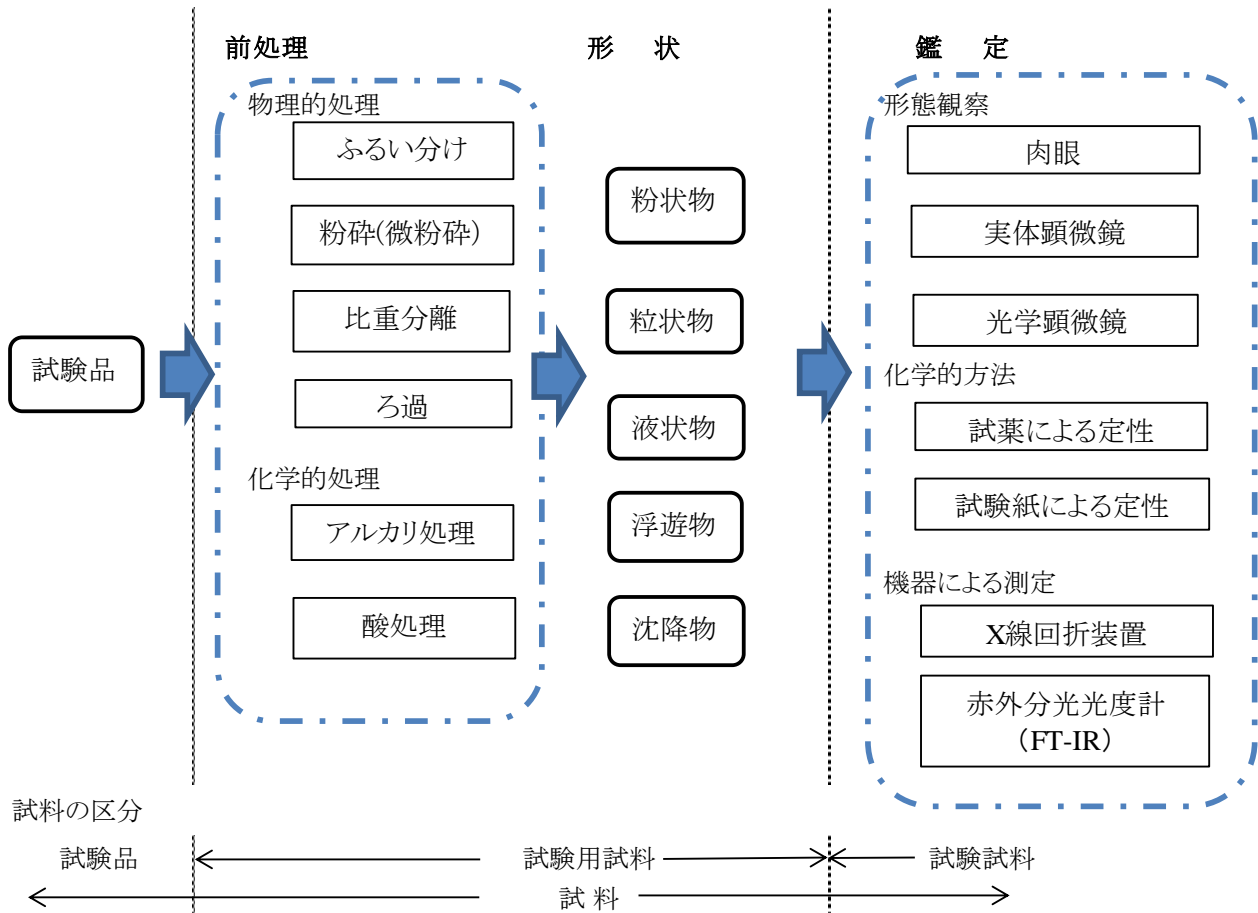


図1 肥料及び肥料原料の鑑定方法の流れ(例)

1.2 共通する一般事項及び用語

共通する一般事項及び用語は、肥料等試験法を準用する。ただし、「肥料等試験法」は「肥料の鑑定方法」と読み替えるものとする。

備考 1. 参考のため、この鑑定方法において用いられる試料、肥料の形態等の用語を抜粋し、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>

1.1 共通事項

(2) 共通する一般事項、操作方法及び用語

(2.2) 日本産業規格(JIS規格)を引用する一般事項及び用語

- 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。

(2.3) 肥料等試験法における記述方法、操作方法及び用語

- 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。

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。

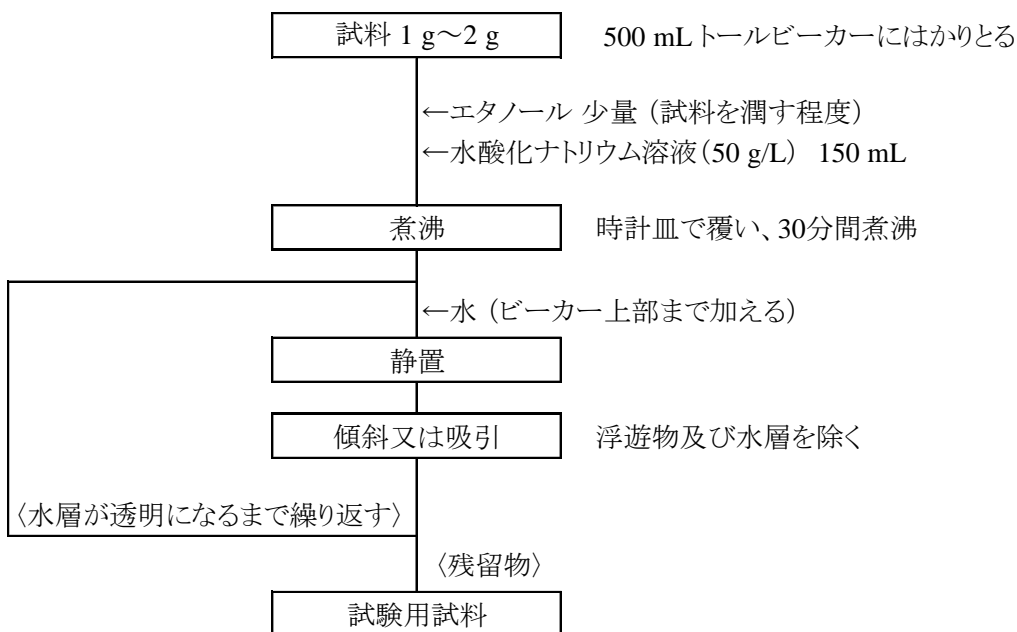


図1 アルカリ処理操作

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。

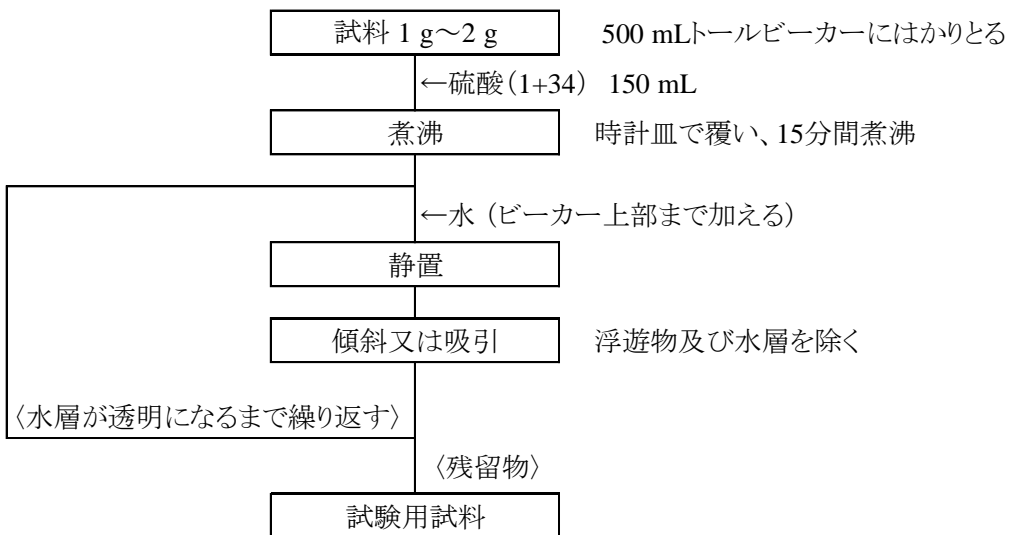


図1 酸処理操作

3 形態観察

3.1 光学顕微鏡による同定

(1) 概要

この試験法は植物質又は動物質有機物を含む肥料に適用する。

光学顕微鏡を用いて **2.4 アルカリ処理** 又は **2.5 酸処理** により得られた試験用試料(残留物)の組織及び細胞の形状、構造及び色調を観察する。

備考 1. 植物質、動物の骨等を同定する場合はアルカリ処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。
また、動物質等の同定をする場合は酸処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。

(2) **装置** 装置は、次のとおりとする。

a) **光学顕微鏡** JIS B 7153 に規定する測定顕微鏡

(3) **同定** 同定は、次のとおり行う。

- a) 試験試料⁽¹⁾をスライドガラスに乗せ、カバーガラスをかけてプレパラートを作製する。
- b) プレパラートを光学顕微鏡で観察する。
- c) 既知の試料又はその写真と比較し、観察した物質を同定する。

注(1) 2.4 又は 2.5 で得られた試験用試料(残留物)から採取した試験試料。

3.2 肉眼又は実体顕微鏡による同定

(1) 概要

この方法は肥料及び肥料原料に適用する。

肉眼又は実体顕微鏡を用いて試料の形状、色沢及び光沢を観察する。また、実体顕微鏡を用いて **2.4 アルカリ処理**又は **2.5 酸処理**により得られた試験用試料(残留物)の組織及び細胞の形状、構造及び色調を観察する。

備考 1. 植物質、動物の骨等を同定する場合はアルカリ処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。また、動物質等の同定をする場合は酸処理により得られた試験用試料(残留物)を用いる。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) **実体顕微鏡** JIS B 7139-1 に規定する双眼実体顕微鏡

(3) 同定 同定は、次のとおり行う。

- a) 試料を肉眼又は実体顕微鏡で観察する。
- b) 既知の試料又はその写真と比較し、観察した物質を同定する。

参考 大豆油かす及びその粉末を観察した例を次に示す。



写真1 大豆油かす及びその粉末(試験品)
試験品：現物

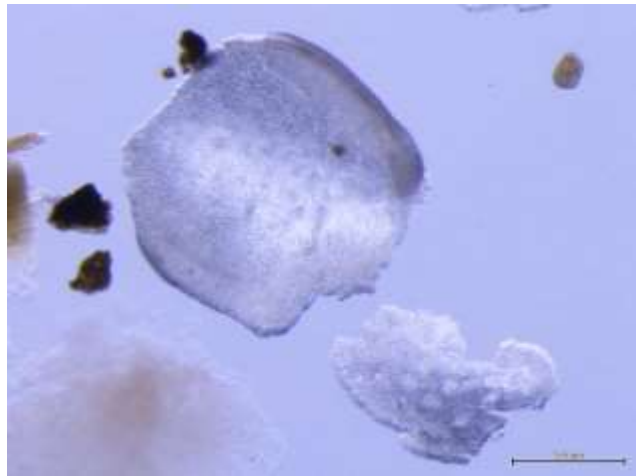


写真2 大豆油かす及びその粉末(試験試料)
試験試料：アルカリ処理残留物

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(FAMIC)：肥料鑑定データベース(2020)
< http://www.famic.go.jp/ffis/fert/bunseki/sub9_kanteidatabase2020.html >

4. 肥料成分の検出

4.1 試薬による定性試験

4.1.1 尿素性窒素

(1) 概要

この試験法は尿素性窒素を含む肥料に適用する。

水を試験試料に加えて抽出し、*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド溶液を加えて、微黄色から黄緑色への反応により、尿素性窒素(U-N)の有無を判定する。

(2) 試薬 試薬は、次による。

- a) **発色試薬溶液⁽¹⁾**: JIS K 8496 に規定する *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 2 g を JIS K 8101 に規定するエタノール(99.5) 100 mL 及び JIS K 8180 に規定する塩酸 100 mL に溶かし、着色瓶に貯蔵する。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(3) 試験操作 操作例であり、操作に必要な量で試験する。

(3.1) 抽出

- a) 試料 0.5 g～5 g⁽²⁾をはかりとり、共栓三角フラスコ又は共栓試験管に入れる。
- b) 10 倍量の水を加えて振り混ぜる。
- c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

注(2) 試験品から抽出した粒子 1 粒を用いてもよい。

備考 1. (3.1)c)の上澄み液の濁り等で定性反応に影響を及ぼすおそれがある場合、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

(3.2) 定性反応

- a) 試料溶液約 2 mL を試験管にとる。
- b) 発色試薬溶液約 2 mL を加え、振り混ぜる。

(3.3) 判定

- a) 試料溶液に尿素性窒素(U-N)が含まれている場合には、黄緑色となる。

参考 尿素性窒素(U-N)の呈色の例を次に示す。

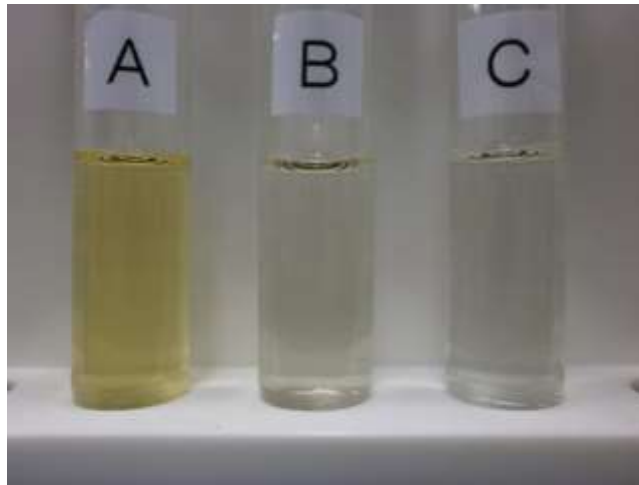


写真 1

尿素性窒素(U-N)として4.6%
(質量分率)含有する化成肥料

- (A) 発色試薬添加後
- (B) 発色試薬添加前
- (C) 試料空試験

備考 2. この試験法の尿素性窒素(U-N)の検出下限は化成肥料中で0.1%(質量分率)程度である。なお、魚かす粉末等の動植物質由来の肥料は抽出液が黄色を呈すことから呈色反応有無の判断が困難となる場合がある。

参考文献

- 1) 五十嵐総一, 八木啓二, 添田英雄, 豊留夏紀, 有隅孝子, 石崎和宏: 化学反応による定性試験, 肥料研究報告, **8**, 201~206 (2015)
- 2) 飼料分析基準研究会: 飼料分析法・解説 -2009- III, p.1735~1736, 独立行政法人農林水産消費安全技術センター, 埼玉 (2009)
- 3) 全国農業協同組合連合会肥料農薬部: 肥料の担当者のための肥料のやさしい鑑定法, p.44~58, (1986)

4.2 試験紙による定性試験

(1) 概要

この試験法は水又はくえん酸溶液に溶解する成分を含有する肥料に適用する。

水又はくえん酸溶液を試験試料に加えて抽出し、試験紙を溶液に反応させ、試験紙の呈色により、成分の含有の有無を判定する。

(2) 試薬等 試薬等は、次による。

- a) **くえん酸溶液**⁽¹⁾: JIS K 8283 に規定するくえん酸一水和物 20 g を水に溶かして 1000 mL とする。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(3) 器具 器具は、次による。

- a) **試験紙又は試験紙キット**: アンモニウムイオン用試験紙、硝酸イオン用試験紙、りん酸イオン用試験紙、カルシウムイオン用試験紙、亜鉛イオン用試験紙又はこれらを含むキット。市販されている試験紙の名称及び各試験紙の検出範囲は表 1 のとおり。

表 1 検出対象イオンと市販されている試験紙の例

検出対象イオン	試験紙の種類	測定濃度範囲(mg/L)
アンモニウムイオン	MQuant TM Ammonium Test	10 ~ 400
硝酸イオン	MQuant TM Nitrate Test	10 ~ 500
	QUANTOFIX [®] Nitrate/Nitrite	10 ~ 500
りん酸イオン	MQuant TM Phosphate Test	10 ~ 500
カルシウムイオン	MQuant TM Calcium Test	10 ~ 100
	QUANTOFIX [®] Calcium	10 ~ 100
亜鉛イオン	MQuant TM Zinc Test	4 ~ 50
	QUANTOFIX [®] Zinc	2 ~ 100

(4) 試験操作 操作例であり、操作に必要な量で試験する。

(4.1) 抽出

(4.1.1) 水溶性成分

- a) 試験試料⁽²⁾ 0.5 g ~ 5 g をはかりとり、10 mL 共栓試験管⁽³⁾ 又は 100 mL 共栓三角フラスコに入れる。
 b) 試験試料の約 20 倍量の水を加えて振り混ぜる⁽⁴⁾。
 c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

(4.1.2) く溶性成分

- a) 試験試料⁽²⁾ 0.5 g ~ 5 g をはかりとり、10 mL 共栓試験管⁽³⁾ 又は 100 mL 共栓三角フラスコに入れる。
 b) 試験試料の約 20 倍量のくえん酸溶液を加えて振り混ぜる⁽⁴⁾。
 c) 静置し、上澄み液を試料溶液とする。

注(2) 試験品から抽出した粒子 1 粒を用いてもよい。

- (3) 樹脂製の共栓又はネジロチューブを用いることができる。
- (4) 振り混ぜは通常 30 秒程度だが、抽出が困難な試料においては 1 時間振り混ぜるとよい。

備考 1. 肥料を粉砕する前に、ピンセット等で特定の原料を選別し、その原料(試験試料)に対し(4.1)以降の操作を行うことで、試験試料に含まれる成分の有無を判定できる。

備考 2. (4.1.1)c)及び(4.1.2)c)の操作で試料溶液に濁りが生じ、定性反応に影響を及ぼすおそれがある場合、ろ紙 3 種でろ過し、ろ液を試料溶液とする。

備考 3. 検出対象成分が試験紙の測定対象範囲を超過して含まれる場合は、呈色が不鮮明となり正確な判定ができない場合があるため、必要に応じ試料溶液の上澄み液の一定量を水で希釈する。

例) 石灰を高濃度に含む試料では、カルシウムイオン用試験紙の呈色が不鮮明になる場合がある。

(4.2) 定性反応

具体的な測定操作は、測定に使用する試験紙もしくは試験紙のキットに記載の方法に従う。

(4.3) 判定

試験紙に付属のカラースケールと試験紙の反応部分の呈色を比較し、各イオンの含有の有無を判定する。さらに、表 2 の検出対象イオンを含有すると判定された場合は、同表の検出対象成分が含まれると判定する。

表 2 検出対象イオンと検出対象成分

検出対象イオン	検出対象成分
アンモニウムイオン	アンモニア性窒素
硝酸イオン	硝酸性窒素
りん酸イオン	りん酸
カルシウムイオン	石灰
亜鉛イオン	亜鉛

備考 4. 検出対象成分や他のイオンが多量に含まれる場合、呈色が不鮮明なることがある。

参考 流通肥料を用いて硝酸イオンを定性した結果の例を次に示す。

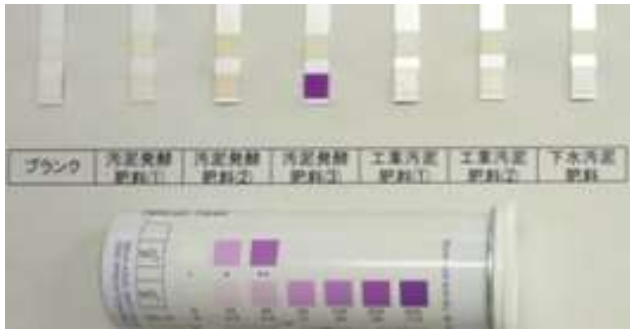


写真 1 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果
抽出方法：水による 30 秒間振り混ぜ
試験紙：MQuant™ Nitrate Test



写真 2 流通肥料(汚泥肥料)の試験結果
抽出方法：水による 30 秒間振り混ぜ
試験紙：QUANTOFIX® Nitrate/Nitrite

参考文献

- 1) 齋藤晴文, 五十嵐総一, 佐久間健太, 橋本良美, 田丸直子, 平田絵理香, 添田英雄, 白井裕治, 阿部文浩：試験紙による肥料成分の検出, 肥料研究報告, **10**, 242~266 (2017)
- 2) 齋藤晴文, 佐久間健太, 白井裕治, 阿部文浩：試験紙による肥料成分の検出, 肥料研究報告, **11**, 190~209 (2018)

5. 機器による同定等

5.1 X線回折装置による同定

(1) 概要

結晶構造を持つ物質を含む肥料に適用する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

a) **X線回折装置**： JIS K 0131 に規定する X 線回折装置。

(3) 測定 測定は、JIS K 0131 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 X 線回折装置の操作方法による。

a) **X線回折装置の測定条件**： X 線回折装置の測定条件の一例を以下に示す。これを参考にして設定する。

- 1) **対陰極**： Cu
- 2) **管電圧及び電流**： 40 kV 及び 30 mA 又はそれ以上
- 3) **走査範囲(2θ)**： $2.0^\circ\sim 60.0^\circ$ 又は $3.0^\circ\sim 90.0^\circ$
- 4) **走査速度**： $2^\circ/\text{min}\sim 4^\circ/\text{min}$
- 5) **サンプリング幅**： 0.02°
- 6) **発散スリット**： 0.5° 又は 1°
- 7) **発散縦制限スリット**： 10 mm
- 8) **散乱スリット**： $0.5^\circ\sim 1^\circ$
- 9) **受光スリット**： 0.15 mm \sim 0.3 mm

b) 試料の測定

- 1) 試験試料⁽¹⁾を試料ホルダーに入れ、表面を平たんに充てんする。
- 2) 1)の試料ホルダーを X 線回折装置のゴニオメータ所定の位置に置く。
- 3) 測定を開始し、X 線回折パターンを記録する。

注(1) 2.3 で得られた試験用試料(微粉碎物)又は微粉の試験品から採取した試験試料。

(4) 同定 同定は、次のとおり行う。

(4.1) マニュアルによる検索

- a) X 線回折データベースを用いて該当するデータを検索する。
- b) 標準物質のデータと未知物質の全回折 X 線について一致状況を照合する。

(4.2) コンピュータによる検索

- a) 検索プログラムを用いて該当するデータを検索し、信頼度の高い順に候補として選ぶ。
- b) 未知物質の全回折 X 線と検索したデータをモニタに表示し、目視による照合を行い、結晶相を同定する。

(4.3) 既知物質と比較する方法

- a) 試験試料の X 線回折パターンと予想される既知物質の X 線回折パターンを照合し、それらの一致度から同定する。

備考 1. (4)で同定された結晶相の定量は、JIS K 0131 の 10. 定量分析を参照する。

備考 2. (4)で同定された結晶相についてデータベースに必要な情報が与えられている場合は、RIR (Reference Intensity Ratio: 参照強度比)法又は WPPF (Whole Powder Pattern Fitting: 全パターンフィッティング)法を用いて結晶相の重量比を推定することができる。

参考 尿素及びりん酸アンモニウムの同定の例を次に示す。

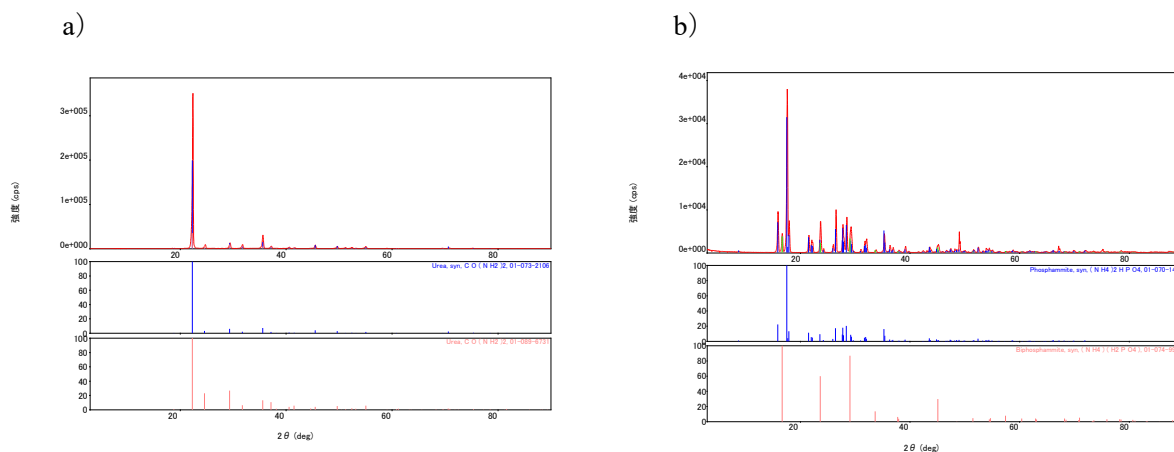


図 1 X 線回折による同定の例

a) 尿素

(上) 測定された X 線回折パターン

(下) X 線回折データベースより検索された $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$

b) りん酸アンモニウム

(上) 測定された X 線回折パターン

(下) X 線回折データベースより検索された $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 及び $(\text{NH}_4)(\text{H}_2\text{PO}_4)$

X 線回折装置の測定条件: (3) a) X 線回折装置の測定条件の例示のとおり

参考文献

- 1) JIS K 0131: X 線回折分析通則 (1996)

5.2 FT-IR(フーリエ変換形赤外分光光度計)による同定

5.2.1 FT-IR による同定

(1) 概要

有機化合物を原料とする肥料、あるいは被覆肥料の樹脂系被覆原料等に適用する。

(2) 装置 装置は、次のとおりとする。

- a) **FT-IR:** JIS K 0117 に規定するフーリエ変換形赤外分光光度計。
- b) **全反射(ATR)測定付属装置:** JIS K 0117 に規定する ATR 測定付属装置。

(3) 測定 測定は、JIS K 0117 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 FT-IR の操作方法による。

a) **FT-IR の測定条件:** 測定条件の一例を以下に示す。これを参考にして設定する。

- 1) **測定方法:** 全反射法(ATR 法)
- 2) **波数範囲:** 4000 cm^{-1} ~ 650 cm^{-1}
- 3) **分解能:** 4.0 cm^{-1}
- 4) **積算時間:** 30 秒~60 秒程度

b) 試料の測定

- 1) ATR プリズム上に何も置かない状態でバックグラウンド測定を行う。
- 2) 試験試料⁽¹⁾を ATR プリズムに載せ、粉末上もしくは固形試料の裏面から圧力を加えて、プリズムに均一に密着させる。
- 3) 測定を開始し、赤外吸収スペクトルを記録する。

注(1) 被覆肥料の場合は、肥料成分を除いた被覆材を試験試料としてもよい。

(4) 同定 同定は、次のとおり行う。

(4.1) 赤外吸収スペクトルによる化合物の同定

(4.1.1) 既知化合物の赤外吸収スペクトルとの比較

- a) 確認しようとする既知化合物の赤外吸収スペクトルを測定する。
- b) 試験試料のスペクトルと a) で測定した既知化合物の赤外吸収スペクトルを比較して同定する⁽²⁾。

注(2) 同定の一例として、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収をあたえるときに試験試料と既知化合物の同一性が確認できる。

(4.1.2) 赤外吸収データベースによる検索

- a) 赤外吸収データベースを用いて、試験試料の赤外吸収スペクトルと一致する化合物の候補を検索する。
- b) 試験試料と検索した候補化合物の赤外吸収スペクトルを比較して同定する。

参考 アセトアルデヒド縮合尿素及び樹脂系被覆肥料の被覆材について測定例を次に示す。

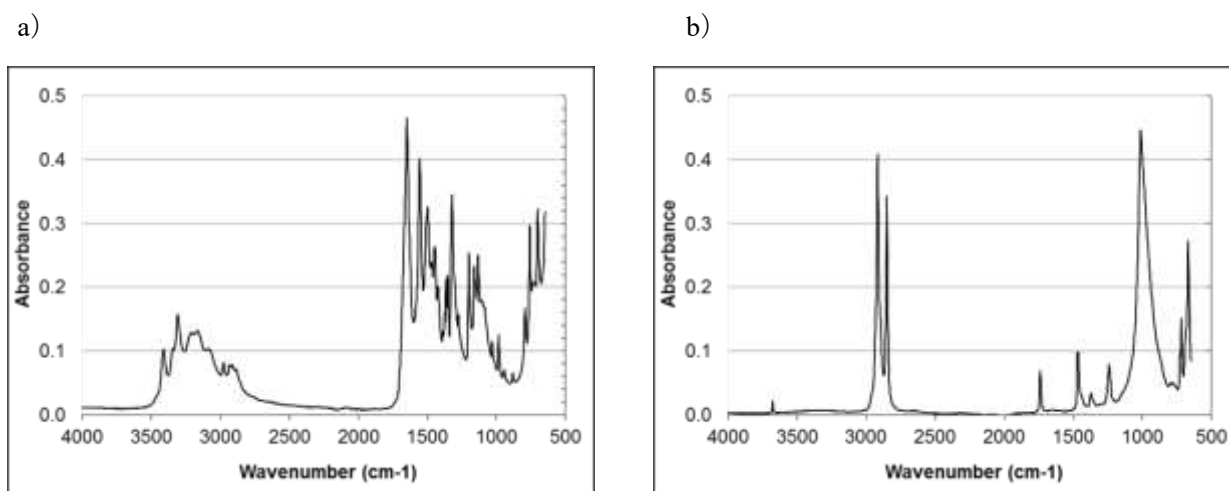


図1 FT-IRによる測定例

a) アセトアルデヒド縮合尿素

b) 被覆肥料の被覆材

抽出方法：試験品を粉碎し、水を加えスターラーで攪拌後、自然乾燥

FT-IR の測定条件は以下のとおり。

測定方法：全反射法(ATR法)

波数範囲：4000 cm⁻¹ ~ 650 cm⁻¹

分解能：4.0 cm⁻¹

積算時間(回数)：15秒(10回)

アポタイズ関数：Happ-Genzel

参考文献

- 1) JIS K 0117: 赤外分光分析通則 (2017)
- 2) 厚生労働省：「日本薬局方」ホームページ, 第十七改正日本薬局方(平成28年3月7日厚生労働省告示第64号), 2.25 赤外吸収スペクトル測定法
<<https://www.mhlw.go.jp/file/06-Seisakujouhou-11120000-Iyakushokuhinkyoku/JP17.pdf>>
- 3) 厚生労働省 消費者庁：第9版食品添加物公定書 (2018), 21. 赤外吸収スペクトル測定法, p 33-34
<<https://www.mhlw.go.jp/file/06-Seisakujouhou-11130500-Shokuhinanzendu/0000192874.pdf>>

5.2.2 顕微 FT-IR による汚泥肥料と堆肥の鑑定

(1) 概要

この試験法は汚泥肥料及び堆肥に適用する。

試験品に混入するプラスチック等の情報から、原料としてのし尿汚泥及び下水汚泥の使用の可能性を鑑定する。試料中の有機物を酸分解し、その残留物から砂等の無機物を比重分離して除去した後、得られた試験試料の目視、実体顕微鏡による観察及び顕微 FT-IR での測定結果から判定する。

(2) 試薬等 試薬及び水は、次による。

- a) **水**: JIS K 0557 に規定する A3 の水。
- b) **過酸化水素**: JIS K 8230 に規定する特級試薬(H_2O_2 30 % (質量分率))又は同等の品質の試薬。
- c) **0.5 mol/L 硫酸鉄(II)溶液⁽¹⁾⁽²⁾**: JIS K 8978 に規定する硫酸鉄(II)七水和物 139 mg を、水 1 mL に溶かし、0.5 mol/L の溶液とした。
- d) **2 mol/L 塩酸⁽¹⁾**: JIS K 8180 に規定する特級試薬又は同等の品質の塩酸 40 mL に水を加えて 200 mL とし、2 mol/L の溶液とした。
- e) **比重液⁽¹⁾**: 特級試薬又は同等の品質のよう化ナトリウム 40 g に水 40 mL を加えて混合し、比重約 1.6 の溶液とした。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(2) 調製後時間が経過すると沈殿を生じるため、用事調製すること。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- a) **FT-IR**: JIS K 0117 に規定するフーリエ変換形赤外分光光度計。
- b) **顕微赤外測定附属装置**: JIS K 0117 に規定する顕微赤外測定附属装置。
- c) **全反射(ATR)測定附属装置**: JIS K 0117 に規定する ATR 測定附属装置。
- d) **実体顕微鏡**: JIS B 7139-1~4 に規定する双眼実体顕微鏡。
- e) **恒温水槽**: 200 mL~300 mL トールビーカーを、約 60 °C まで加温可能なもの。
- f) **フィルター用ホルダー**: 測定用親水性 PTFE 製メンブレンフィルターを張った状態でセット可能なもの。
- g) **減圧ろ過用装置一式**: 使用する親水性 PTFE 製メンブレンフィルターに合わせたもの。
- h) **網ふるい**: 目開き 500 μm 程度のもの。
- i) **親水性 PTFE 製メンブレンフィルター**: 孔径 10 μm 程度のもの。
- j) **乾燥器**: 約 60 °C まで加温可能なもの。

(4) 試験操作

(4.1) 酸分解 酸分解は、次のとおり行う。

- a) 試料約 1 g をはかりとり、200 mL~300 mL トールビーカーに入れる。
- b) 過酸化水素を約 20 mL 添加して試料が完全に浸るようにし、発泡が穏やかになるまで常温で静置する⁽³⁾。
- c) 発泡が穏やかになったら、発泡が完全になくなり分解が終了するまで 60 °C 以下⁽⁴⁾の恒温水槽で加熱し酸分解を行う⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

注(3) 数分~数時間程度。

- (4) 60 °C 以上で加熱すると、混入するプラスチックが変形、破壊する可能性がある。
- (5) 1 日～1 週間程度。
- (6) 試料が粉碎される恐れがあるため、スターラーやガラス棒等を用いたかき混ぜは行わない。

備考 1. 試験品は乾燥及び粉碎を行わずに試験に用いる。

備考 2. b) の操作において、過酸化水素の添加後に反応が起きない場合は、(2) c) に示す 0.5 mol/L 硫酸鉄(II) 溶液を過酸化水素約 20 mL に対して約 200 μ L 添加するとフェントン反応により酸分解が促進される。

備考 3. 発泡がなくなっても分解が不十分(黒っぽく着色が残る等)であれば、更に過酸化水素を加えて分解する。

(4.2) 比重分離 比重分離は、次のとおり行う。

- a) 減圧ろ過器を用いて酸分解後の試料液をろ過し、親水性 PTFE 製のメンブレンフィルター(以下、メンブレンフィルター)に、分解後に残留した試料を捕集する⁽⁷⁾。
- b) 別のビーカーに比重液を入れ、メンブレンフィルターをピンセット等でつまみ、比重液内で振って洗うようにして、a) でメンブレンフィルター上に捕集した試料を比重液内に移す⁽⁸⁾。
- c) 試料を入れたビーカーを軽く手で振り混ぜ、試料が十分に分散して塊がないことを確認してから⁽⁸⁾、上澄みが澄むまで数時間～1 日程度静置し、比重分離を行う。
- d) 分離が完了したら、液上層の浮遊物を駒込ピペット等を用いて上澄み液ごと別のビーカーに採取⁽⁹⁾した後、水を加えて約 50 mL とする。

注(7) 0.5 mol/L 硫酸鉄(II) 溶液を添加した場合は鉄イオン由来の沈殿が生じ、観察や測定操作に影響を及ぼすため、減圧ろ過後に、減圧を解除した状態で 2 mol/L 塩酸をメンブレンフィルター上の試料が浸る程度添加し、5 分程度静置後に減圧ろ過する。さらに試料を水で洗浄することにより鉄イオン由来の沈殿を取り除くこと。

(8) b) で試料がメンブレンフィルターから剥がれにくい場合、また c) で試料同士が液中で分散しない場合は、ビーカーを超音波洗浄機に浸しながら振り混ぜることで試料が剥がれやすく、また分散しやすくなる。

(9) 試料は壁面に集まりやすいため、注意して操作を行う。

(4.3) 観察 観察は、次のとおり行う。

- a) 水で約 50 mL とした液を振り混ぜながら、駒込ピペット等で一定量分取⁽¹⁰⁾して目開き 500 μ m の網ふるいを通し、500 μ m 未満の試料のみメンブレンフィルター上に捕集する。
- b) メンブレンフィルターをフィルター用ホルダーに挟んでしわが生じないように設置して自然乾燥させる。
- c) 網ふるい上に残った 500 μ m 以上の試料は水でシャーレ等に移し、60 °C 以下の乾燥器で乾燥させる。
- d) メンブレンフィルター上の試料及びシャーレ等に移した試料を目視観察後、実体顕微鏡で観察する。

注(10) メンブレンフィルター上の試料の重なりが少なくなるように分取し、分取量を記録する。

(4.4) 測定 測定は、JIS K 0117 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 FT-IR の操

作方法による。

a) **FT-IR の測定条件**:測定条件の一例を以下に示す。これを参考に設定する。

- 1) **測定方法**: 透過法又は全反射(ATR)法
- 2) **波数範囲**: $4000\text{ cm}^{-1} \sim 650\text{ cm}^{-1}$
- 3) **分解能**: $4\text{ cm}^{-1} \sim 8\text{ cm}^{-1}$
- 4) **積算回数**: 16 回～ 64 回程度

b) **試料の測定**

- 1) メンブレンフィルター上に捕集されたプラスチックの個数を推定するため、フィルター上の試料の偏りの影響が少なくなるよう複数箇所を選定し、その箇所の試料を顕微 FT-IR で測定し、赤外吸収スペクトルを得る。測定試料は長辺がおよそ $25\text{ }\mu\text{m}$ 以上のものとする。
- 2) シャーレ等に乗せた $500\text{ }\mu\text{m}$ 以上の試料は、(4.3)d)で目視及び実体顕微鏡観察を行った結果プラスチックであることが疑われた場合は、拾い上げて顕微 FT-IR を用いて透過法又は全反射(ATR)法で測定する。

(4.5) 同定

- a) 赤外吸収データベース⁽¹¹⁾を用い、試験試料の赤外吸収スペクトルと一致する化合物の候補を検索する⁽¹²⁾。
- b) 試験試料と検索した候補化合物の赤外吸収スペクトルを比較して同定する。

注(11) フィルター上試料は植物片を含む可能性が高く、それらの識別のため、植物サンプルの赤外吸収スペクトルデータを含むデータベースの利用を推奨する。

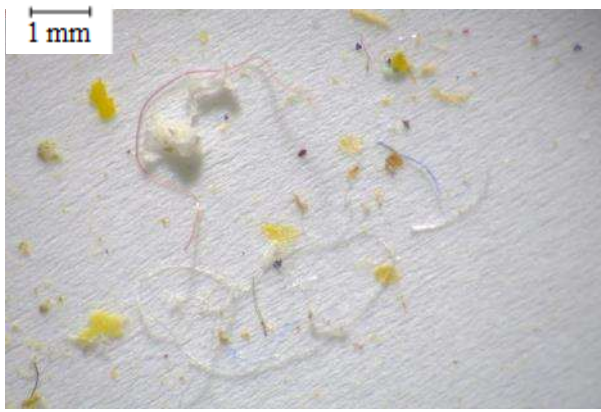
(12) 透過法でメンブレンフィルター上の試料の測定を行った場合は、メンブレンフィルター(PTFE)の赤外吸収(1200 cm^{-1} 前後)があるため、その領域をブランク処理してから検索を行う。

(4.6) 判定

(4.6.1) 目視及び顕微鏡観察による判定

原料の異なる様々な肥料の観察結果(顕微鏡写真)の一例を以下に示し、それぞれの特徴を記載する。
顕微鏡写真は、いずれも 25 倍で撮影した。

- a) 下水汚泥、し尿汚泥(家庭雑排水の処理により生じる汚泥)を原料として用いた肥料(図 1)
 - ・ 繊維状、塊状、フィルム状、球状等様々な形状の混入物が混在し、その色や大きさも様々である。



汚泥肥料 1 (し尿汚泥)



汚泥肥料 2 (し尿、工業汚泥)



汚泥肥料 3 (し尿汚泥)



汚泥肥料 4 (下水、工業、し尿汚泥)

図 1 下水汚泥、し尿汚泥を原料に使用した汚泥肥料の実体顕微鏡観察結果(倍率:25 倍)

b) 汚泥原料として工業汚泥(工場排水処理等で生じる汚泥)のみを原料として使用した汚泥肥料(図 2)

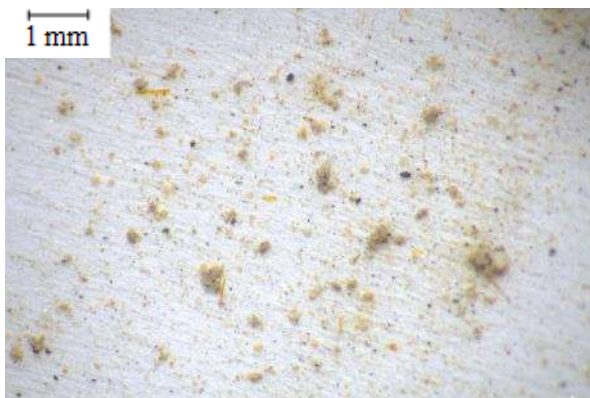
- ・ 混入物の色や形状はそれぞれの肥料で単一的である傾向がある。



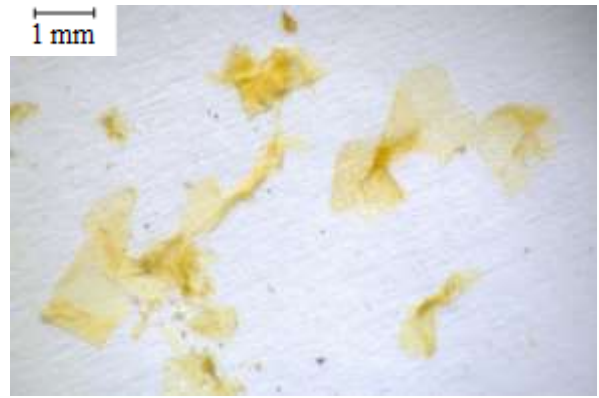
汚泥肥料 5 (工業汚泥)



汚泥肥料 6 (工業汚泥)



汚泥肥料 7 (工業汚泥)



汚泥肥料 8 (工業汚泥)

図 2 汚泥原料として工業汚泥のみを原料として使用した汚泥肥料の実体顕微鏡観察結果(倍率:25 倍)

- c) 動物の排泄物を原料として用いた堆肥
- ・プラスチックに見える混入物は少ない。



堆肥 1 (牛ふん)



堆肥 2 (豚ふん)



堆肥 3 (鶏ふん)



堆肥 4 (馬ふん)

図 3 堆肥の実体顕微鏡観察結果(倍率:25 倍)

(4.6.2) 顕微 FT-IR の測定結果による判定

(4.4)b) 試料の測定で得られた結果から、試料 1 g 中のプラスチック推定個数を算出し、表 1 に示す肥料と堆肥の特徴を参考に、肥料原料を推定する判断材料とする。

表 1 肥料の使用原料の判定基準

肥料の種類	混入プラスチックの見た目	混入個数	プラスチック種類数
下水汚泥, し尿汚泥を原料に使用した汚泥肥料	繊維状、断片状、フィルム状、球状など形状が様々なプラスチックが混在し、その色や大きさも様々である	1000個/g程度以上である可能性が高い	5種類以上程度
汚泥原料として工業汚泥のみを使用した汚泥肥料	混入が多い場合でも、単一的	原料により様々	5種類以下程度
堆肥	混入が少ない	300個/g程度以下である可能性が高い	5種類以下程度

参考

(4.4)b) 試料の測定、(4.5) 同定及び(4.6)b) 顕微 FT-IR の測定結果による判定の具体的方法を以下に例として示す。

試料の測定

- 1) メンブレンフィルター上に円形状に捕集した試料について、その円の縁付近 3 箇所、内側 3 箇所の計 6 箇所について各約 0.3 cm 四方の面積内の試料をマッピング(多点)測定し、赤外吸収スペクトルを得る。測定試料は長辺がおおよそ 25 μm 以上のものとし、測定者が選定する。
- 2) シャーレ等に乗せた 500 μm 以上の試料は、(4.3)d) で目視及び実体顕微鏡観察を行った結果プラスチックであることが疑われた場合は、拾い上げて顕微 FT-IR を用いて透過法又は全反射(ATR)法で測定する。

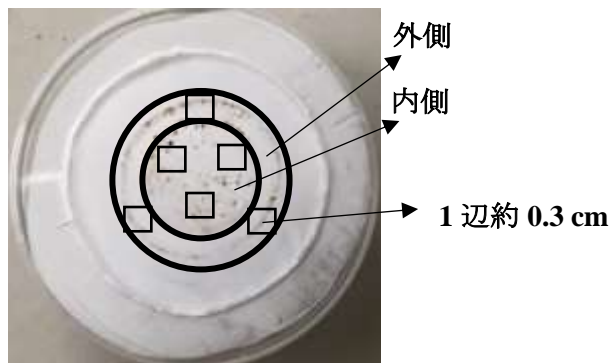


図 4 フィルター上測定箇所の例

同定

(4.5) 同定に従って測定した試料のうちのプラスチック個数を求める。

顕微 FT-IR の測定結果による判定

試料の測定及び同定で得られた結果を元に、以下に示す算出方法で試料 1 g 中のおよそのプラスチック個数を算出し、表 1 の判定基準に従い肥料原料を推定する判断材料とする。

試料 1 g 中のプラスチック個数(個/g)

$$= \{(S / 6S') \times N \times (50/V)\} + \{N' \times (50/V)\}$$

- S :メンブレンフィルター上サンプル捕集部分全体の面積
2.1 cm² (フィルターホルダーの有効ろ過面積)
- S' :一箇所の測定面積
0.3 cm × 0.3 cm = 0.09 cm²
- 6S' :測定面積合計
0.09 × 6 = 0.54 cm²
- N :測定箇所 6 箇所のプラスチック個数合計
- N' :500 μm 以上のプラスチック個数
- V :水で約 50 mL とした後の分取量

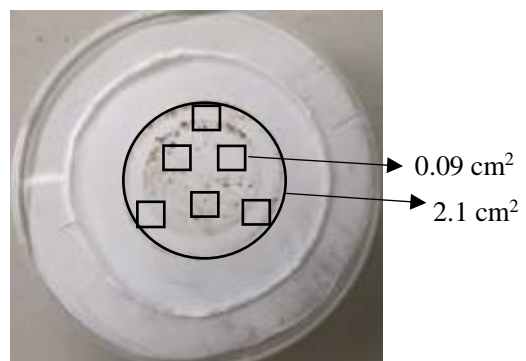


図 5 フィルター上測定面積の例

参考文献

- 1) 沼寄佳奈子, 橋本良美, 秋元里乃: 顕微 FT-IR を用いた汚泥肥料の鑑定方法の開発, 肥料研究報告, 16, 98~122 (2023)

(5) 顕微 FT-IR を用いた汚泥肥料と堆肥の鑑定方法のフローシート 顕微 FT-IR を用いた汚泥肥料と堆肥の鑑定方法のフローシートを次に示す。

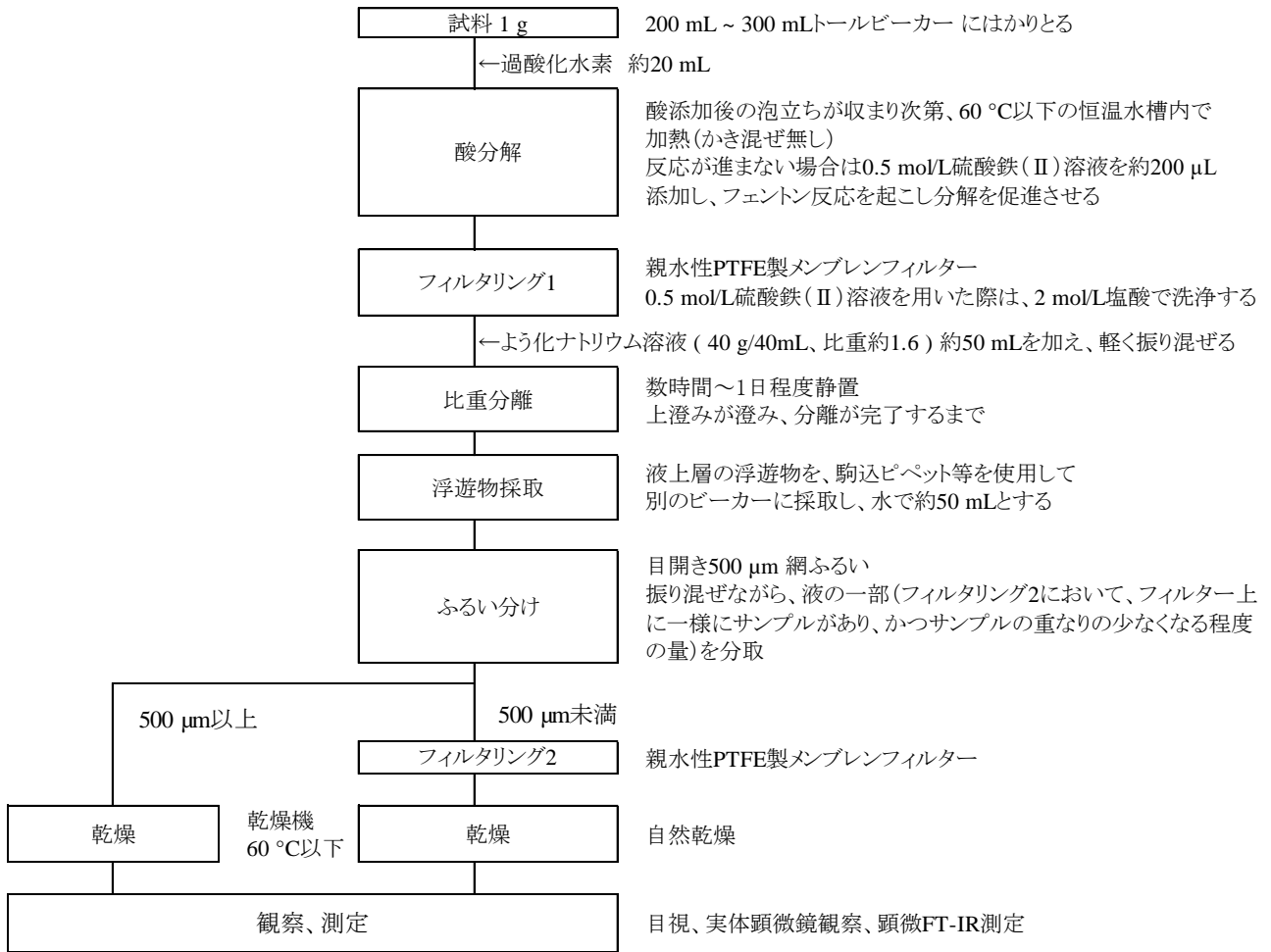


図 6 顕微 FT-IR を用いた汚泥肥料と堆肥の鑑定方法のフローシート

肥料の鑑定方法(2023)の解説

肥料の鑑定方法は、肥料中の成分等を測定する分析方法とは異なり、形態の観察や使用原料の推定を行うものである。肥料の品質管理等にも用いることができることから、肥料生産業者や検査指導機関など肥料関係各方面から、新たな肥料や測定器の進歩に対応した鑑定方法が望まれていた。

このことから、FAMIC では、ふるい分け、比重分離など試料の調製操作及び顕微鏡観察、機器による同定など検出方法を体系的に整理するとともに、試験紙による肥料成分の検出方法や X 線回折装置による肥料の定性試験法、有機化合物を原料とする肥料、あるいは被覆肥料の樹脂系被覆原料の化合物を同定する FT-IR (フーリエ変換形赤外分光光度計) による同定法などの新たな同定方法を収載した「肥料の鑑定方法(2020)」を FAMIC のホームページに公表している。

「肥料の鑑定方法(2023)」は、新たに検討した顕微 FT-IR を用いて汚泥肥料及び堆肥に含まれるプラスチックを観察して判別する鑑定方法を追加収載した。それに伴い、目次の表現を変更し、また、鑑定方法の流れの記載を改めた。

本鑑定方法が肥料等の生産・品質管理、検査などに携わる方々にとって、品質の確保等の一助になることを期待する。

「肥料の鑑定方法(2023)」の作成にあたり、肥料等技術検討会の検討委員の皆様には、技術的な内容についてのご指導を賜り厚く感謝の意を表します。

2022 年度肥料等技術検討会 検討委員

(敬称略、五十音順、所属は 2023 年 2 月当時)

相崎万裕美	公益財団法人 肥料科学研究所
今川俊明	公益財団法人 日本肥糧検定協会
川崎 晃	国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構
成川知弘	国立研究開発法人 産業技術総合研究所
野口 章	学校法人 日本大学
野田晴美	公益社団法人 日本食品衛生協会
藤森英治	環境省 環境調査研修所
安井明美	国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構
吉田充哉	一般財団法人 日本食品分析センター
渡邊敬浩	国立医薬品食品衛生研究所