

肥料等試験法(2023)の解説

農林水産省農業環境技術研究所(現在の「国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構」)が定めた「肥料分析法」は、肥料の品質又は表示方法を規定している農林水産省告示(「肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格等を定める等の件」等)に採用され、肥料の品質保全と安全性の確保に貢献してきた。2020年2月28日、これらの農林水産省告示の改正により、有効成分、有害成分等の分析法として独立行政法人農林水産消費安全技術センター(以下、「FAMIC」)が定める「肥料等試験法」が採用された。

「肥料等試験法」は、「肥料分析法」に加えて新しい分析機器を用いた試験法並びに新たな成分及び肥料に対応する試験法の性能を確認した結果をとりまとめ、FAMICに設置した肥料等技術検討会において有識者及び農林水産省の担当官からの意見を踏まえて編集され、FAMICにおいて公表してきた。

「肥料等試験法」の編集にあたっては、使用する試薬、機器等をJIS規格等で規定することにより明確にし、認証された標準液及び滴定液を利用できるように改正し、試験法ごとに操作のフローシートを追加記載して、分析者が作業しやすいよう工夫するなど、より分かり易い記載となるよう心懸けた。また、各試験法について妥当性確認のレベルによって分類されたタイプ(く溶性りん酸 4.2.3.a 例:Type B)、改定年又は改訂履歴がわかる試験法の記号(く溶性りん酸 4.2.3.a 例:4.2.3.a-2018又はC-P.a-2)を、概要に記載した。また、妥当性確認を実施した試験法については真度、精度等の成績を備考に記載した。

「肥料等試験法(2023)」では、FAMICの調査研究課題として2022年度に①検討した新たな試験法の追加、②共同試験を実施して複数試験室による妥当性確認した試験法の分類をType Bに変更した試験法、③④肥料等技術検討会においての指摘、業界からの要望を受けての記述の改正等を行った。

① 新たに追加した試験法

- ・5.7 スルファミン酸(アミド硫酸) 5.7.c イオンクロマトグラフ法(有機物を含まない固形肥料)

なお、既存の5.7.a イオンクロマトグラフ法は5.7.a イオンクロマトグラフ又は高速液体クロマトグラフ法(硫酸アンモニア)に試験法名を変更した。

② 試験法の分類をType Bに変更した試験法

- ・4.6.3 く溶性苦土 4.6.3.a フレーム原子吸光法
- ・4.6.4 水溶性苦土 4.6.4.a フレーム原子吸光法

③ 改正した記述

- ・3.1 水分又は水分含有量 3.1.a 乾燥機による乾燥減量法において、揮発物量を補正するときの計算式及び具体例を記載した。
- ・4.1.2 アンモニア性窒素 4.1.2.a 蒸留法において、試験法フローシートの誤記を修正した。
- ・4.2.3 く溶性りん酸 4.2.3.d ICP 発光分光分析法及び 4.2.4 水溶性りん酸 4.2.4.d ICP 発光分光分析法において、りん標準液の調製については国家計量標準にトレーサブルなりん標準液を使用するよう改めた。また、りんからりん酸へ算出するときの計算式について 4.2.1 りん酸全量 4.2.1.c ICP 発光分光分析法と同様に記載した。
- ・4.4.1 可溶性けい酸 4.4.1.a ふっ化カリウム法、4.4.1.b ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料等)、4.4.1.c ふっ化カリウム法(シリカゲル肥料を含む肥料)及び 4.4.2 水溶性けい酸 4.4.2.a ふっ化カリウム法において、洗浄に使用する塩化カリウム溶液の温度について、注及び試験法フローシートに説明を追記した。

- 4.5.1 石灰全量 4.5.1.a フレーム原子吸光法において、石こうを分析する場合には分析試料を 1 g とすることを注に記載した。
 - 8.2 クロピラリド及びその関連物質 8.2.c 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(微量クロピラリド分析法(2))において、クリーンアップ(1)の操作回数が誤っていたため修正した。
 - 附属書 A 別紙 各濃度レベルにおける真度の目標及び精度の目安において、それを定めた経緯及び参考文献を記載した。
 - 附属書 B 表 4 水溶性主成分等の抽出操作の一覧において、抽出操作の表現を改めた。
- ④ 表記の揺れ等の修正
- 各試験法で用いる標準液の濃度単位を基本的に $\mu\text{g/mL}$ に統一した。
 - 精度評価のための日を変えての分析結果を解析した表について、表題及び表形式を統一した。
 - 混在する表記の「振とう」と「振り混ぜ」を「振り混ぜ」に、「メンブランフィルター」と「メンブレンフィルター」を「メンブレンフィルター」に、「キャリアーガス」と「キャリアーガス」を「キャリアーガス」にそれぞれ統一し、その他の表現の揺れを統一した。
 - その他、誤字、脱字等を修正した。

また、「肥料等試験法(2023)」と「肥料分析法(1992年版)」の整合性及び改訂内容などの情報を「肥料等試験法(2023)変更箇所(最新は赤字)及び肥料等試験法(2023)の性能評価」(参考資料)にとりまとめた。

本試験法は、FAMIC の検査又は調査に用いられるが、肥料等の生産・品質管理、商品検査などに携わる方々にとって、品質の確保等の一助となることを期待している。

「肥料等試験法(2023)」の作成にあたり、肥料等技術検討会及び肥料等試験法・サンプリング法検討部会の委員の皆様には、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 構成

(敬称略、五十音順、所属は 2023 年 2 月当時)

(委員)

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 計量標準総合センター
野口 章	学校法人 日本大学
野田晴美	公益財団法人 日本食品衛生協会 食品衛生研究所
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 多摩研究所
渡邊敬浩	国立医薬品食品衛生研究所

(関係者)

加島信一	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課
浦野 剛	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課
井上 直	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課

2023 年度肥料等技術検討会肥料等試験法・サンプリング法検討部会 構成

(敬称略、五十音順、所属は 2023 年 6 月当時)

(委員)

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
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 多摩研究所

(関係者)

舟津正人	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課
浦野 剛	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課
井上 直	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課