

肥料等試験法(2024)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(2024)」では、FAMICの調査研究課題として2023年度に①検討した新たな試験法の追加、②試験法の適用範囲を拡大した試験法、③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、④肥料等技術検討会においての指摘、業界等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

- 4.5.1 石灰全量 4.5.1.b ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 4.6.1 苦土全量 4.6.1.b ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 4.9.1 亜鉛全量 4.9.1.c ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 4.10.1 銅全量 4.10.1.c ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 4.13.1 鉄全量 4.13.1.a フレーム原子吸光法
- 5.2 ひ素 5.2.d 水素化物発生原子吸光法(硫黄及びその化合物のうち、原料として硫黄が使用された肥料)
- 5.3 カドミウム 5.3.e ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 5.4 ニッケル 5.4.e ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 5.5 クロム 5.5.g ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 5.6 鉛 5.6.e ICP 発光分光分析法(内標準法)
- 8.8 苛酷試験 8.8.a 苛酷試験法

② 試験法の適用範囲を拡大した試験法

- 4.4.2 水溶性けい酸 4.4.2.a ふっ化カリウム法

適用範囲が液体けい酸加里肥料のみであった試験法をそれ以外の肥料にも使用できるように適用範囲を拡大した。

•4.5.4 水溶性石灰(カルシウム) 4.5.4.a フレーム原子吸光法

効果発現促進材としてのカルシウム測定に限定されていた試験法を肥料に適用拡大した。なお、これまでの試験法の表記が「水溶性カルシウム」であった表記を「水溶性石灰(カルシウム)」に改めた。

③ 試験法の分類を Type B に変更した試験法

•4.6.1 苦土全量 4.6.1.a フレーム原子吸光法

•4.6.2 可溶性苦土 4.6.2.a フレーム原子吸光法

④ 改正した記述

•4.1.3 硝酸性窒素 4.1.3.a デバルダ合金－蒸留法において、蒸留操作の際に発泡による失敗を防ぐため、必要に応じて添加していたシリコーン油を必須添加とした。

•4.1.3 硝酸性窒素 4.1.3.c フェノール硫酸法において、肥料等試験法(2023)から一時削除していた「表 2 硝酸性窒素の日を変えた試験成績の解析結果」及び「表 3 室間共同試験による併行精度及び室間再現精度の検定結果」を再掲載した。2020 年度から 2021 年度にかけて抽出方法について検討を行い、垂直往復振り混ぜ機を使用した場合の単一試験室及び室間共同試験による妥当性確認を実施したが、単一試験室による堆肥の妥当性確認において中間精度及び併行精度の推定のための統計解析に誤りが認められたことから再度精度確認を行った。

•8.2 クロピラリド及びその関連物質 8.2.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(クロピラリド等 3 成分同時分析法) (3) 器具及び装置 b) 垂直往復振り混ぜ機の記載において、使用する器具の記載誤りを修正した。

•8.2 クロピラリド及びその関連物質 8.2.b 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(1)) (3) 器具及び装置 b) 垂直往復振り混ぜ機の記載において、使用する器具の記載誤りを修正した。

•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)) (3) 器具及び装置 b) 垂直往復振り混ぜ機の記載において、使用する器具の記載誤りを修正した。

•主成分全量及び有害成分の試料溶液の調製の備考に「有機物を含有しない肥料の場合には灰化操作は実施しない」と記載していたが、有機物を含有していない肥料であっても灰化操作をしてもよいこととした。

•附属書 B 表 1 主成分全量、有害成分(有害成分等)等の抽出操作の一覧及び表 4 水溶性主成分等の抽出操作の一覧を更新した。

•原子量は有効数字 4 桁で表記することとし、これに伴い係数の表記も 4 桁とした。

⑤ 表記の揺れ等の修正

•主成分全量又は有害成分の抽出操作において、「放冷後、溶解液を水で・・・」の表記と「放冷後、水で・・・」の表記が混在していたので、「放冷後、水で・・・」の表記に統一した。

•その他、誤字、脱字等を修正した。

また、「肥料等試験法(2024)」の改訂内容などの情報を「肥料等試験法(2024)変更箇所(最新は赤字)及び肥料等試験法(2024)の性能評価」(参考資料)にとりまとめた。

本試験法は、行政機関の検査に用いられるが、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(2024)」の作成にあたり、肥料等技術検討会及び肥料等試験・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。

2023 年度肥料等技術検討会 構成

(敬称略、五十音順、所属は 2024 年 2 月当時)

(委員)

相崎 万裕美	公益財団法人 肥料科学研究所
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
白井 裕治	公益財団法人 日本肥糧検定協会
新町 文絵	学校法人 日本大学
成川 知弘	国立研究開発法人 産業技術総合研究所
野田 晴美	公益財団法人 日本適合性認定協会
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 多摩研究所
渡邊 敬浩	国立医薬品食品衛生研究所

(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

2024 年度肥料等技術検討会肥料等試験・サンプリング法検討部会 構成

(敬称略、五十音順、所属は 2024 年 6 月当時)

(委員)

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
河野 洋一	一般財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所
白井 裕治	公益財団法人 日本肥糧検定協会
藤森 英治	(元) 環境省 環境調査研修所
安井 明美	(元) 国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構

(関係者)

舟津 正人	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課
平田 絵里香	農林水産省 消費・安全局 農産安全管理課