

汚泥肥料中の重金属管理手引書

改訂第1版

平成27年3月

農林水産省

平成22年8月 第1版
平成27年3月 改訂第1版

目 次

| | | |
|------|-----------------------------|----|
| 第1 | 目的 | 1 |
| 第2 | 対象とする肥料と重金属 | 1 |
| 第3 | 手引書作成の背景 | 1 |
| 第4 | 汚泥肥料中の重金属の含有量 | 2 |
| 第5 | 登録された汚泥肥料の品質管理実施状況について | 7 |
| 第6 | 重金属の管理の原則と手引書の構成 | 8 |
| 1. | 汚泥肥料中の重金属の管理の原則 | 8 |
| 2. | この手引書の骨子 | 9 |
| 3. | 分析値の精確さの重要性 | 10 |
| 4. | 用語の定義 | 10 |
| 第7 | 手引書の内容とサンプリング検査計画書の記載例 | 12 |
| 1. | 作成及び更新年月日 | 12 |
| 2. | 対象事業場名 | 12 |
| 3. | 汚泥肥料の種類、名称 | 12 |
| 4. | 品質管理責任者 | 13 |
| 5. | 検査対象ロット | 14 |
| 6. | 対象とする重金属 | 15 |
| 7. | 年間の検査回数 | 15 |
| 8. | サンプリングの実施 | 16 |
| 8. 1 | 使用する器具 | 16 |
| 8. 2 | インクリメントの採取方法 | 17 |
| 8. 3 | 採取箇所数 | 18 |
| 8. 4 | サンプリング方法の選定、サンプリング場所 の指定 | 18 |
| 8. 5 | 混合試料の作成 | 24 |
| 9. | 試料の取扱い | 25 |
| 9. 1 | 試料容器 | 25 |
| 9. 2 | 試料の表示 | 25 |
| 9. 3 | 試料の送付及び保管 | 26 |
| 9. 4 | 試料取扱時の注意 | 27 |
| 10. | サンプリング時の作業者の安全確保 | 28 |

| | | |
|---------------------|--|-----|
| 1 1. | 試料調製・分析 | 2 9 |
| 1 1. 1 | 試料調製 | 2 9 |
| 1 1. 2 | 分析方法 | 3 0 |
| 1 1. 3 | 分析の精度管理 | 3 0 |
| 1 2. | 分析報告書の内容の確認 | 3 4 |
| 1 3. | 自主管理基準値 | 3 5 |
| 1 3. 1 | 自主管理基準値の設定 | 3 5 |
| 1 3. 2 | 自主管理基準値との比較 | 3 7 |
| 1 4. | 不適合時の措置 | 3 8 |
| 1 4. 1 | 不適合発生時の連絡 | 3 8 |
| 1 4. 2 | 製品の措置 | 3 8 |
| 1 4. 3 | 独立行政法人農林水産消費安全技術センター への報告 | 3 9 |
| 1 5. | 教育訓練 | 4 0 |
| 1 6. | 実施状況の自己点検 | 4 1 |
| 1 6. 1 | 自己点検の実施 | 4 1 |
| 1 6. 2 | 検査計画の改善 | 4 1 |
| 1 7. | 記録の作成及び保管 | 4 3 |
| 1 8. | 非定常時の製品の対応 | 4 5 |
| 別紙 1 | 汚泥肥料中の重金属濃度のロット間変動の把握、 サンプリング検査計画、生産方法の見直しの方法 | 4 7 |
| 別紙 2 | 分析法の性能基準 | 4 9 |
| 別紙 3 | 汚泥肥料中の重金属の分析・サンプリング誤差の 推定方法及びそれに基づく自主管理基準値の設定方法 | 5 3 |
| 別紙 4 | 汚泥肥料の生産における非定常時として想定される事例 | 5 5 |
| 汚泥肥料のサンプリング検査計画書記載例 | 例の 1 | 5 7 |
| | 例の 2 | 7 1 |
| よくある質問とその回答 | | 8 1 |

「汚泥肥料中の重金属管理手引書」

第1 目的

肥料は作物の生産に欠かせない資材です。この肥料中の栄養成分に不足があると作物は生育不良を起こします。また、有害な重金属を多量に含有すると、作物の生育だけではなく、肥料中の重金属を作物が吸収し、作物を食べた人及び動物にも重金属による害が及ぶこととなります。このため、肥料の品質を管理することは農業の維持増進及び国民の皆様の健康を守るためにも必要不可欠です。

汚泥は肥料の有機質原料となりますが、重金属を含むことが多く、そのため汚泥肥料の重金属含有量は許容値を超える可能性が高くなっています。

今般、汚泥肥料中の重金属についてその適正な管理を推進するための手引書を定めました。この手引書に沿って生産業者が自主的な管理を行うことにより、汚泥肥料の供給を受ける農家等においても安心して有用な有機質資源として活用することができるとともに、供給する生産業者でも重金属の含有量が許容値を超えないよう予防することが可能となります。

第2 対象とする肥料と重金属

サンプリング時において製品として出荷可能な、し尿汚泥肥料、焼成汚泥肥料、下水汚泥肥料、工業汚泥肥料、汚泥発酵肥料及び混合汚泥肥料を対象とします。また、分析対象の重金属は、ヒ素¹、カドミウム、水銀、ニッケル、クロム及び鉛とします。

第3 手引書作成の背景

汚泥肥料は、作物の生育に欠かせない栄養成分を供給するものの、原料となる汚泥は排水処理の際に発生する副産物であり、有害な重金属を含有するおそれがあります。このうち、ヒ素、水銀、ニッケル、クロム及び鉛は、土壌中の濃度が高まると作物の生育が阻害されます。一方、カドミウムは作物の生育が阻害される濃度以下であっても作物に吸収され、その作物を摂取した人や動物の健康に影響を及ぼす可能性があります。このため、肥料取締法に基づく汚泥肥料の公定規格では、ヒ素、カドミウム、水銀、ニッケル、クロム、鉛の6成分について、含有を許される有害成分の最大量（以下「許容値」とする。）が定められています。

1 ヒ素は重金属ではないが、汚泥肥料中では重金属と同じ動態を示すため、肥料の有害物質の規制においては重金属として取り扱います。

生産業者への立入検査で、汚泥肥料製品中の重金属含有量が許容値を超過していることが判明した場合には、出荷した製品の回収を求められたり、公定規格不適合があった事実のプレスリリースがなされたりするのみならず、肥料取締法に基づき、農林水産大臣から生産業者に対して、汚泥肥料中の重金属が許容値を超えた原因、再発防止策などについて報告することが命ぜられます。このような違反事例のほとんどでは汚染原因が特定できないため、再発防止策を作成することに多くの労力を要し、イメージダウンも含め生産業者の負担は大きなものとなっています。

重金属の含有量を管理し、安全な肥料を供給することは汚泥肥料の生産業者の責務です。この手引書に沿って自主的な管理に取り組むようにしてください。

第4 汚泥肥料中の重金属の含有量

汚泥肥料中の重金属の許容値は表1のとおりです。

表1：汚泥肥料中重金属の許容値

| (mg/kg) | | | | | |
|---------|-------|----|------|-----|-----|
| ひ素 | カドミウム | 水銀 | ニッケル | クロム | 鉛 |
| 50 | 5 | 2 | 300 | 500 | 100 |

農林水産省が肥料取締法に基づき実施した汚泥肥料の生産業者への立入検査の結果をみると、平成15年度から21年度までの7年間に検査した1,069点の試料のうち、22件の許容値超過の事例があり、公定規格不適合に問われました。

その内訳は次のとおりです。

表2：公定規格不適合の肥料の種類と許容値を超えた重金属

| | | | |
|-----------|---|-------|----|
| 下水汚泥肥料 | 2 | ひ素 | 1 |
| し尿汚泥肥料 | 9 | カドミウム | 7 |
| 焼成汚泥肥料 | 3 | 水銀 | 10 |
| 汚泥発酵肥料 | 7 | ニッケル | 1 |
| 水産副産物発酵肥料 | 1 | クロム | 0 |
| | | 鉛 | 4 |

注：1銘柄について2つの重金属が超過した例があることから、合計が22とならない。

公定規格不適合品を含む検査品（1, 069点）の分析結果をグラフ（図1～6）に示しました。肥料の種類によって重金属の含有量に特徴がみられます。

ひ素、ニッケル、クロムの及び鉛の含有量は、肥料の種類にかかわらず、ほとんどの検査品が許容値の半分以下となっています（図1、4、5、6）。このことから、これらの重金属はどの肥料においても許容値を超過する可能性が低いと考えられます。一方、カドミウムは汚泥発酵肥料及びし尿汚泥肥料では許容値付近まで尾を引く分布となっており、許容値付近の濃度を含有する検査品がみられます（図2）。このことから、カドミウムは汚泥発酵肥料及びし尿汚泥肥料において、許容値を超過する可能性があるものと考えられます。汚泥発酵肥料及びし尿汚泥肥料中の水銀（図3）についても同様な傾向にあることから、注意が必要と考えられます。

また、汚泥肥料の種類により重金属濃度の変化にも特徴が考えられます。

汚泥はし尿や下水などの処理によって発生します。処理工程中にはばっ気槽や消化槽があり、この中で汚泥が大量に循環しています。また、汚泥の沈殿槽、貯留槽及び下水処理場には消化槽が設置されており、汚泥が比較的長時間滞留しています。このことから、単一の汚泥のみを使用して肥料化を行う場合は重金属濃度の大きな変化は起こらないと考えられます。

一方、複数の汚泥を原料とする混合汚泥肥料や汚泥発酵肥料については、原料汚泥中の重金属濃度や汚泥の配合の割合により重金属濃度が大きく変化する可能性があり、原料中の重金属濃度に注意が必要な肥料と考えられます。

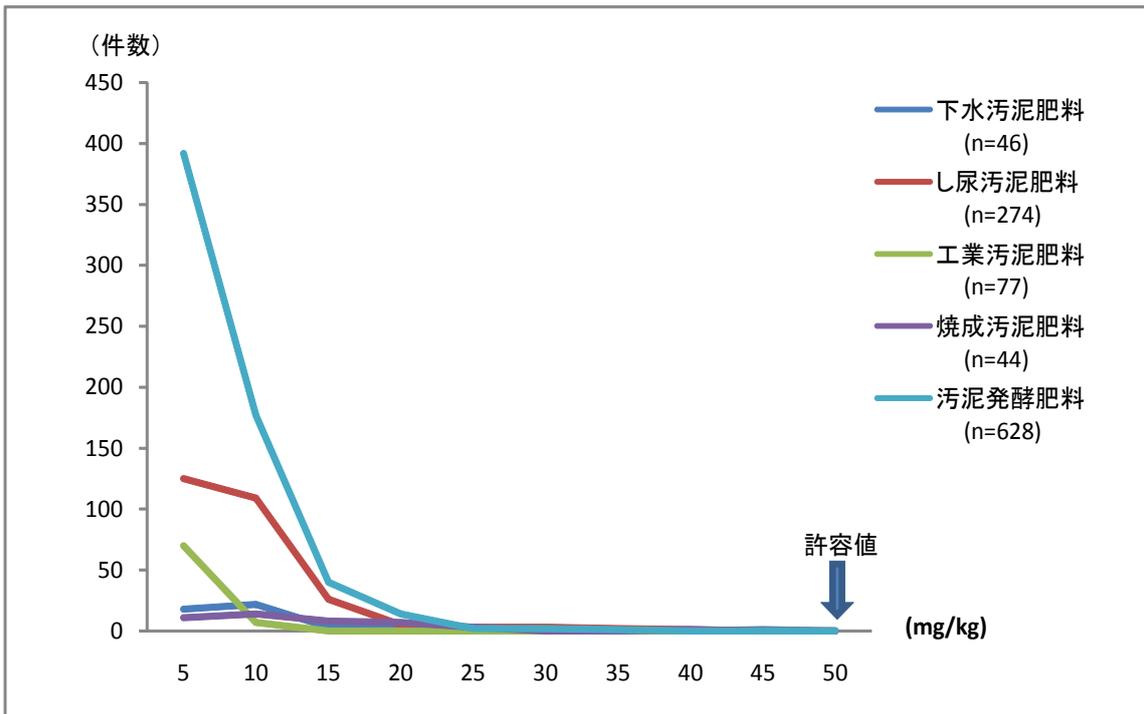


図1 汚泥肥料中のひ素の含有量

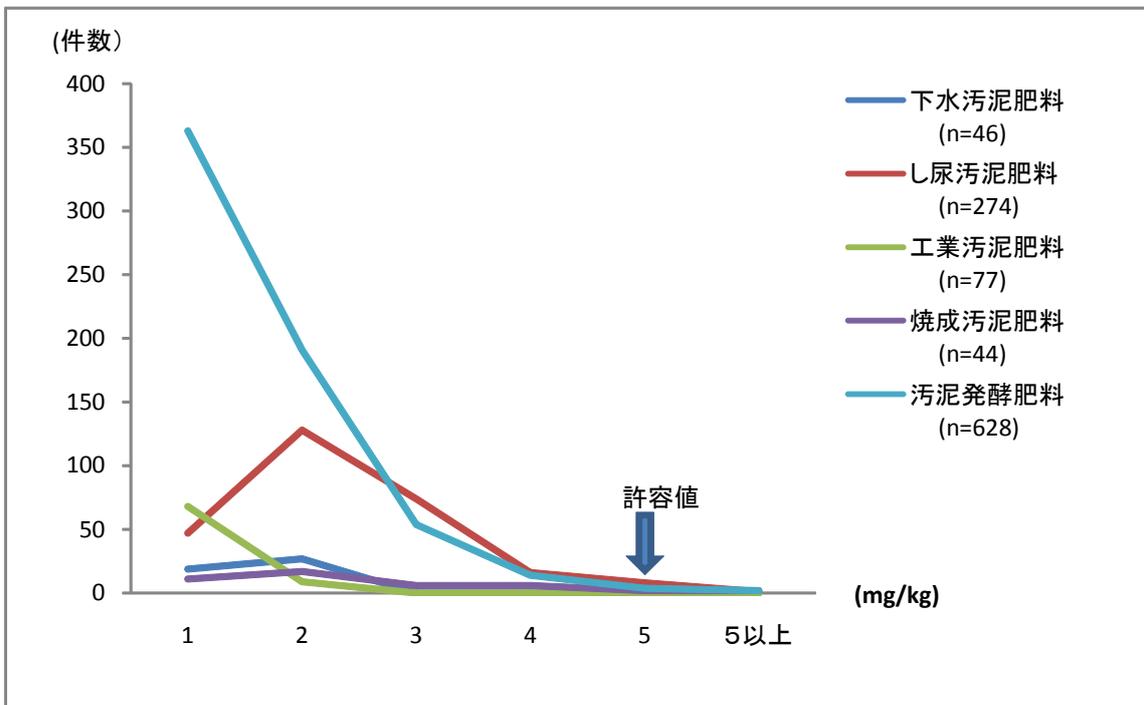


図2 汚泥肥料中のカドミウムの含有量

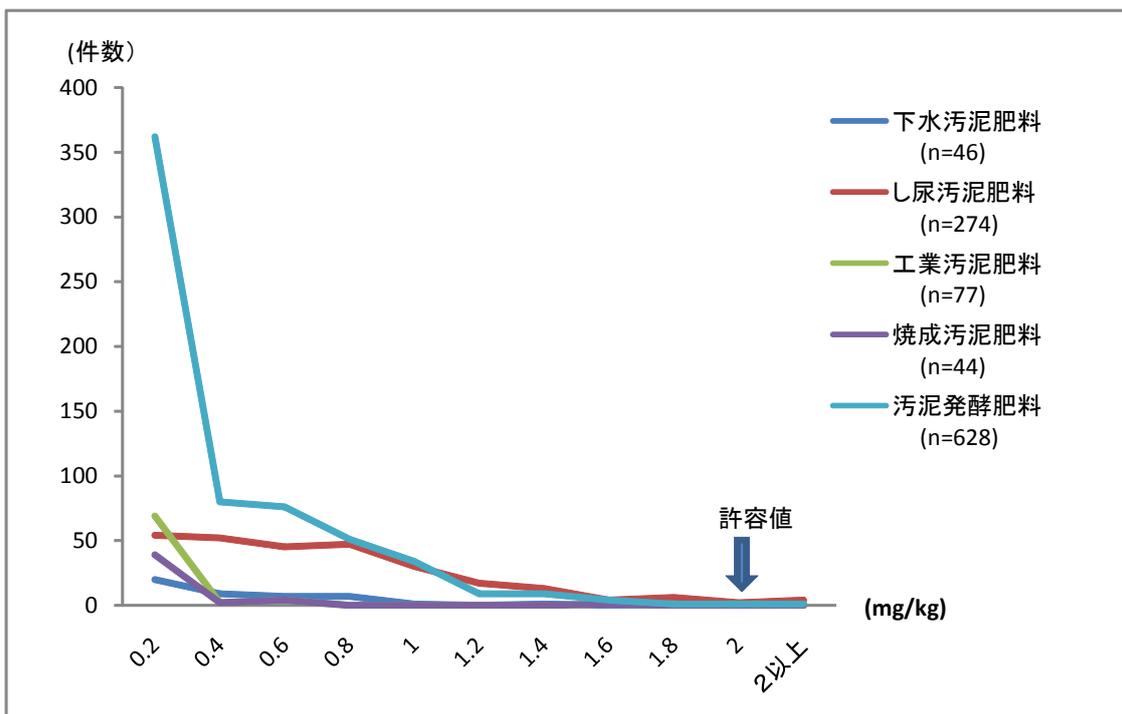


図3 汚泥肥料中の水銀の含有量

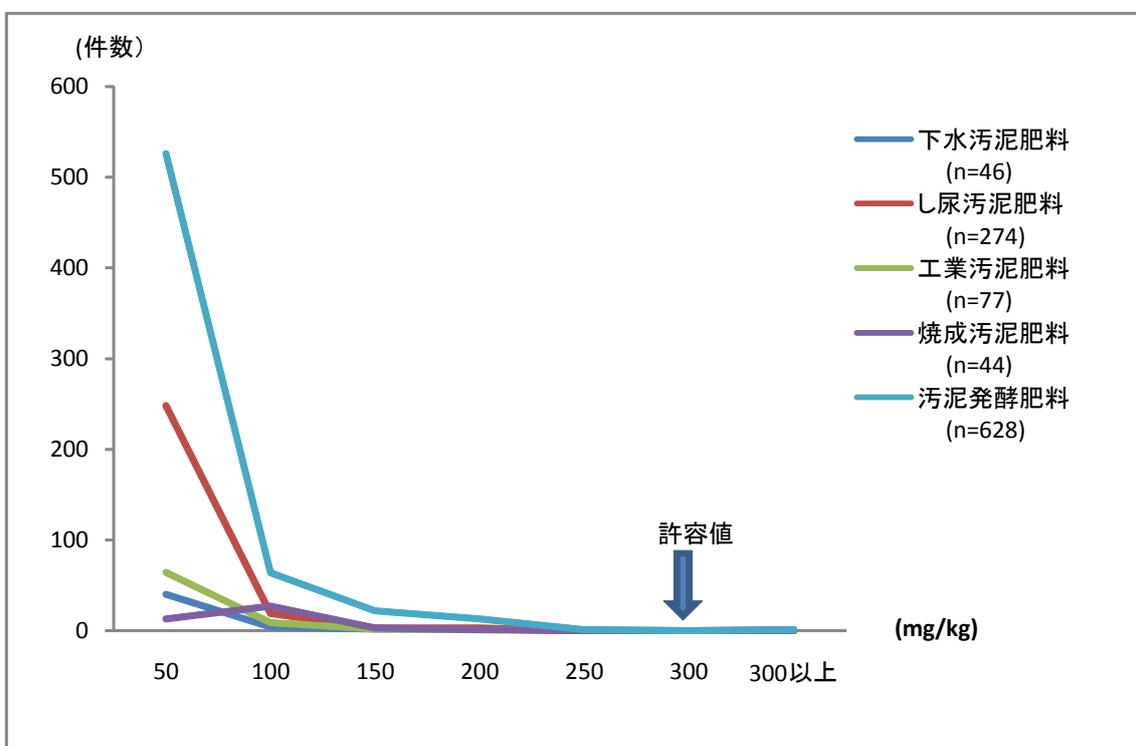


図4 汚泥肥料中のニッケルの含有量

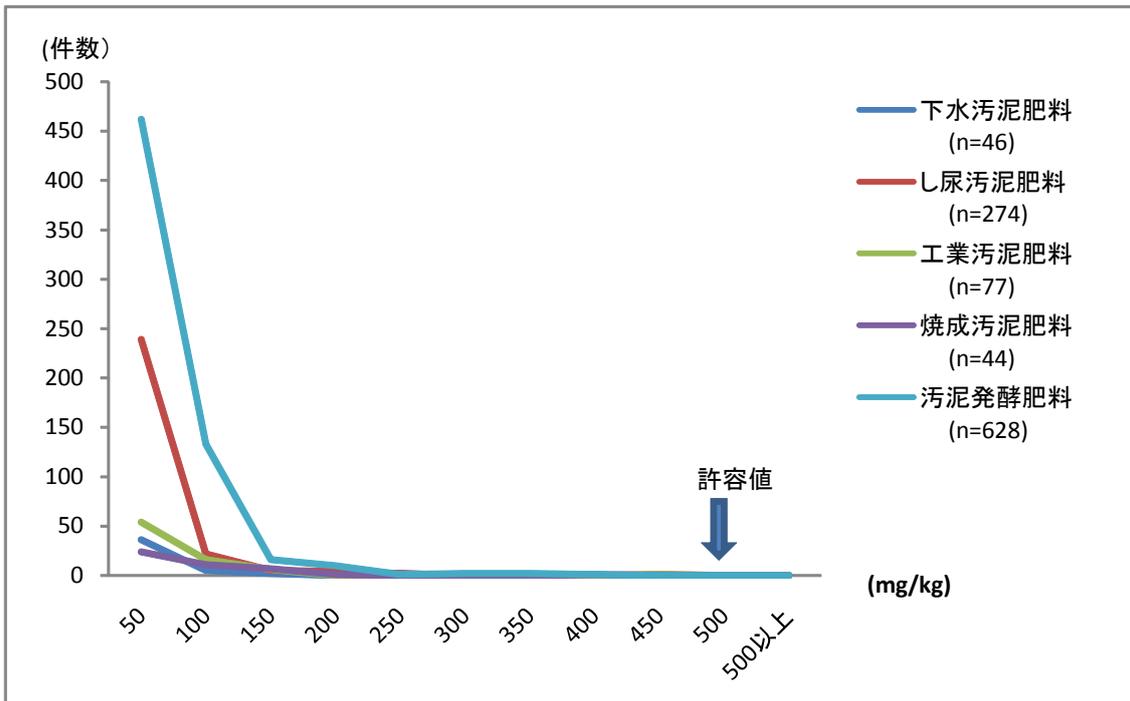


図5 汚泥肥料中のクロムの含有量

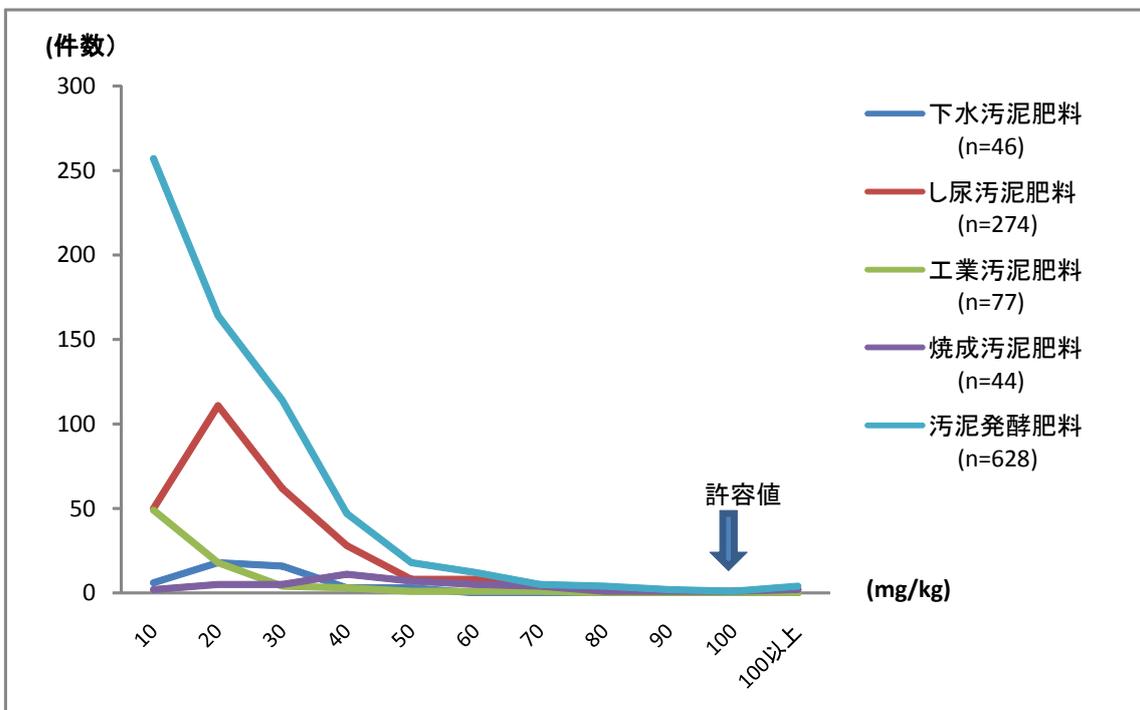


図6 汚泥肥料中の鉛の含有量

第5 登録された汚泥肥料の品質管理実施状況について

平成22年8月に手引書を発行し、普及に努めました。その結果、平成25年度に立入検査を実施した汚泥肥料の生産業者300件のうち、199件(66.3%)が何かしらの品質管理(※1)を実施していました。そのうち手引書に基づく品質管理(※2)を実施していたのは44件(14.7%)でした。品質管理を実施することについて汚泥肥料生産業者にも浸透しつつありますが、依然として重金属が許容値を超過する事例が散見されます。

※1 登録以降、1度でも生産業者が公定規格に定める肥料中の重金属含量を確認する品質管理を実施していた場合に該当。

※2 サンプルング計画を立てている、自主管理基準を定める等重金属管理手引書で定める品質管理を実施していた場合に該当。

重金属違反の状況について

第3で述べたとおり、立入検査で収去した汚泥肥料製品中の重金属含有量が許容値を超過していた場合、農林水産省のホームページ等で公表しています。過去5年間に公定規格不適合で公表された件数及びその重金属管理実施状況を表3に示しました。

表3：公定規格不適合となった汚泥肥料の件数及び品質管理実施状況

| | H21 | H22 | H23 | H24 | H25 | 合計 |
|--------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 公定規格不適合件数 | 2 | 1 | 0 | 2 | 2 | 7 |
| 公定規格不適合件数の内何かしらの重金属管理を実施していた件数 | 1 | 1 | 0 | 2 | 1 | 5 |
| (内手引書に基づく管理) | (0) | (0) | (0) | (0) | (0) | (0) |

ほぼ毎年、数件の公定規格不適合事例が生じています。

次に、公定規格不適合となった汚泥肥料の重金属管理状況を確認したところ、重金属管理手引書に沿った管理を行っていたところはありませんでした。

公定規格不適合となった案件の内2件は登録以降重金属分析を1度も行っていませんでした。その他の5件については定期的に重金属管理を実施していましたが、季節変動等を把握することにより重金属濃度の変動の傾向を確認しておらず、

手引書等の指針に基づく重金属管理を実施しているとは言えませんでした。これらの状況から、基準値を超過した業者の多くは重金属の適切な管理を行っているような状況でなく、もし、適切な重金属管理を行っていれば公定規格不適合となることを防げたかもしれません。

本手引書は重金属管理を行うことにより、公定規格不適合となる肥料の生産を未然に防ぐための要点などを示しています。適切な重金属管理の実施は、自主回収等により肥料生産者にコストを要するような事故も防止することとなり、さらに消費者に対し肥料の品質を保証する手段となります。

汚泥肥料を生産するに当たって、出来る限り重金属管理に着手するよう努めていただき、その際には本手引書を役立てていただければと思います。

第6 重金属の管理の原則と手引書の構成

1. 汚泥肥料中の重金属の管理の原則

汚泥肥料の生産業者は、すべての製品において重金属の許容値を下回るよう生産することが求められます。しかし、すべての製品について検査して問題のないもののみを出荷することは困難なため、汚泥肥料の原料から生産工程中の重金属濃度を適切に管理することが必須となります。

そのためには、

- ①生産する汚泥肥料の現状を把握するため、重金属の含有量やその変化を調査し、検査計画を定めること
 - ②検査計画に基づき検査を実施すること
 - ③不適合が発生した場合は製品の出荷停止・回収の措置を講じること
 - ④実施された検査について自主点検を行うこと
 - ⑤検査計画の不都合な点や重金属の含有量の変動にあわせて検査計画を見直すこと
 - ⑥原料や生産方法が重金属の含有量に影響を与えている場合には、重金属含有量を低減できるようにそれらを改善すること
- これらを体系的に実施することが重要です。

この手引書は、コストを抑えつつ汚泥肥料中の重金属の含有量の検査を行い、かつ、重金属含有量の低減を図ることが可能となるように作成しました。

品質管理フローについて、図7に示します。

手引書に基づく品質管理フロー

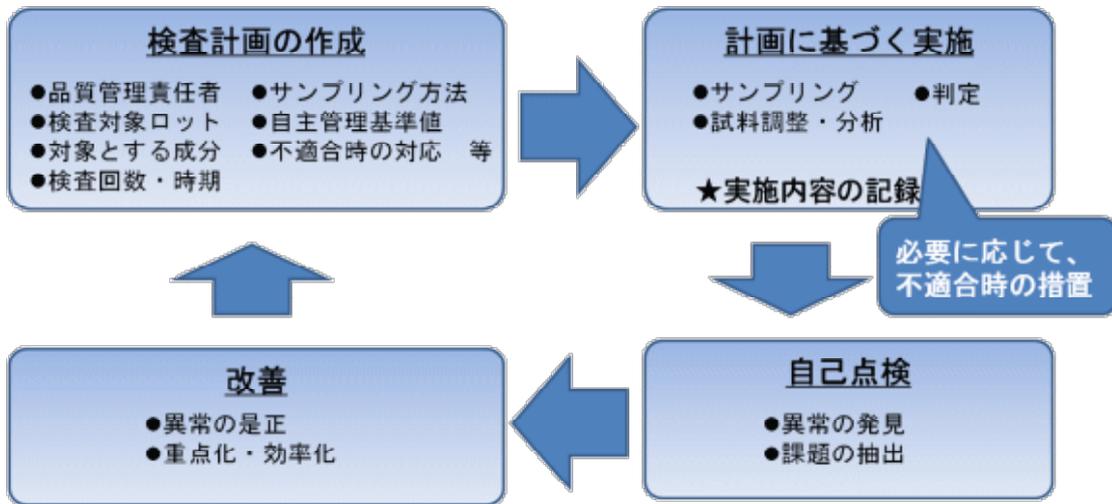


図7 品質管理フロー

2. この手引書の骨子

この手引書では、上記の原則に則って汚泥肥料の生産業者が実践的に汚泥肥料中の重金属の管理ができるように、サンプリング検査計画を作成し次のことを定め・記載します。

- ①作成及び更新年月日
- ②対象事業場名
- ③肥料の種類、名称
- ④品質管理責任者
- ⑤検査対象ロット
- ⑥検査の対象とする重金属
- ⑦年間の検査回数
- ⑧サンプリングの実施
- ⑨試料の取扱い
- ⑩サンプリング時の作業者の安全確保
- ⑪試料調製・分析
- ⑫分析報告書の内容の確認
- ⑬自主管理基準値
- ⑭不適合時の措置
- ⑮教育訓練
- ⑯実施状況の自己点検
- ⑰記録の作成及び保管

⑱非定常時の製品の対応

サンプリング検査計画の策定方法は第6に記載しています。各項目では、項目の解説、記載する内容並びに作成例を示しています。解説に従って順番に記述していけば、計画が作成できるようになっています。また、計画の作成例（例の1，例の2）を添付していますので、これに修正を加えながら作成してください。

3. 分析値の精確さの重要性

精確さとは測定値と真の値との一致の程度をいいます。汚泥肥料中の重金属濃度を管理するためには、管理の基となる分析値の精確さが重要となります。このためには、汚泥肥料の分析試料の採取方法（サンプリング）や分析試料（サンプル）の前処理といった試料の取扱い、分析のための分析方法や分析所の技能に十分注意する必要があります。これらの方法や手順に誤りが生じると、重金属の分析値にも誤りが生じることとなります。

これらの誤りのために、重金属濃度が高く測定され許容値を超えてしまうと、製品の回収や廃棄などの措置を行う必要が生じます。逆に重金属濃度が低く測定されると、場合によっては許容値を超えた製品を出荷することとなってしまいます。どちらにおいても、生産業者に大きな負担となってしまいます。

4. 用語の定義

本手引書では次の用語を用いています。

(1) 自主管理基準値

汚泥肥料中の重金属を管理する際に設定する自主的な重金属濃度の最大値をいいます。

(2) 不適合

サンプルの重金属の分析値が自主管理基準値を上回ったことをいいます。

(3) 誤差

真の値と測定値の差をいいます。

(4) 精確さ

真の値と測定値の一致の程度をいいます。真度（真の値からの測定値のかたより）と精度（測定値のばらつき）を総合的に表したものです。

(5) サンプルング

ロットを代表するサンプルを採取することをいいます。

(6) ロット

同一性状と見なせる同一発生源に由来するもので、一定の期間内に一連の生産工程により生産されたまとまりをいいます。

(7) インクリメント

サンプルングに際し1回の操作で採取する単位採取量をいいます。

(8) F A M I C

独立行政法人農林水産消費安全技術センターのことをいいます。

第7 手引書の内容とサンプリング検査計画書の記載例

生産業者は、事業場ごとに、汚泥肥料の重金属濃度を管理するため、下記の事項を含むサンプリング検査計画書を作成します。

サンプリング検査計画書は専用のファイルに綴り、検査を行う者が常に閲覧できるよう保管します。

なお、複数の汚泥肥料を生産している場合は、別々に計画書を作成してください。

1. 作成及び更新年月日

検査計画書の見直しなどにより計画を更新する場合があります。この場合、更新前の計画書は回収するとともに、更新前のものとの区別が可能となるように作成した年月日及び更新した年月日を明らかにしておく必要があります。

検査計画書の作成年月日を記載する。計画書を更新した場合はその年月日も記載する。

記載例

作成 平成 年 月 日

更新 平成 年 月 日

2. 対象事業場名

複数の事業場で汚泥肥料を生産している場合には事業場を特定する必要があることから、対象とする事業場を明らかにしておく必要があります。

サンプリング検査の対象事業場を記載する。

3. 汚泥肥料の種類、名称

複数の汚泥肥料を生産している場合や、汚泥肥料ごとにサンプリング法等が異なる場合があることから、対象とする汚泥肥料の種類と名称を明らかにしておく必要があります。

対象とする汚泥肥料の種類と名称を記載する。

4. 品質管理責任者

事業場ごとに品質管理責任者を指名し、役割、責任及び権限を明確にしておくことにより効率的な管理が行えるとともに、不適合発生時においても迅速な対応が可能となります。

品質管理責任者の主な業務は以下のとおりです。

- (1) サンプル検査計画書に基づき重金属の検査を適切に行い、又は行わせること
- (2) 重金属の検査に関する記録を作成し、保存すること
- (3) 生産業者の指示に従い、不適合となった製品の措置を行うこと

なお、品質管理責任者はその役割から品質管理に関して専門的な知識が必要です。例えばこれまで、製品の品質管理にたずさわっていた者、ISOの品質管理マネジメントシステムや環境マネジメントシステムを担当していた者がいれば適当です。なお、品質管理責任者を専任することが難しい場合は、事業場の責任者が兼ねてもよいし、責任関係が明確であれば、施設の賃借者や管理受託者の従業員でも構いません。

製品中の重金属管理の実施及び運用責任者として品質管理責任者を設置してその者の役職・氏名を記載する。

記載例

〇〇肥料工場 品質管理係 〇〇〇〇

5. 検査対象ロット

ロットとは同一性状と見なせる同一発生源に由来するもので、一定の期間内に一連の生産工程により生産された汚泥肥料のまとまりをいいます。「同じ原料から1日に生産されたもの」と考えればよいでしょう。

サンプリング検査を行うにあたって、汚泥肥料の生産方法、出荷方法などに応じて製品等のどのロットを対象とするかを決めてください。ロットが大きくなるとロット内のばらつきにより検査の精度が低下することから、ロットの上限は10トン以下とします。10トンを超える場合はいくつかに分割して対象を10トン以下とします。

検査の対象とするロット及びその規模を指定する。

記載例

①ほぼ同一性状とみなせる同一発生源に由来する量の汚泥肥料を1ロットとする。

本事業場においては、1日の作業時間に乾燥機で処理を行い、出荷用ヤードに堆積された汚泥肥料を1ロットとする。

②1バッチ（同じ原料を使用して、同じ一定期間に、同じ生産条件で生産した汚泥肥料）を1ロットとする。

③1日に袋詰めした分又は1回に出荷する袋数を1ロットとして扱う。

④トラックでバラ出荷する際の、1回に出荷する量（トラック1台分など）を1ロットとする。

6. 対象とする重金属

ひ素、カドミウム、水銀、ニッケル、クロム及び鉛のうち、検査対象とする重金属を選定してください。

選定に当たっては、過去の測定結果を参照し、許容値を超える可能性の高い重金属を優先してください。検査にかかる費用も考慮すると、必ずしもすべての重金属を対象とする必要はありませんが、過去の測定値が低い重金属でも思わぬ原因で濃度が高くなる可能性もあることから、一定の頻度で分析を行うことが望ましいです。

対象とする重金属の選定については別紙1（47ページ）を参照してください。

検査対象とする重金属を指定する。

記載例

ひ素、カドミウム、水銀、ニッケル、クロム、鉛

7. 年間の検査回数

汚泥肥料中の重金属濃度は、原料の違うロットや季節による汚泥の性状によって変化することが考えられます。このため、各事業場において、生産した汚泥肥料製品中の重金属濃度がどのようなロット間変動をするのか把握した上で、年間の変動と含有する重金属の濃度により、重金属の種類ごとに適切な検査時期及び回数を設定します。これまでに分析の実績があれば過去の分析結果から、ない場合は新たに調査を実施して設定します。

検査の時期や回数の設定については別紙1（47ページ）を参照してください。

なお、使用原料や生産工程が大幅に変更され、汚泥肥料製品中の重金属濃度の変化が予想される場合には、再度調査を行って検査時期や回数を設定してください。

年間に検査する時期や回数を設定する。

記載例

毎年2月、5月、8月、11月の4回検査を実施する。

8. サンプリングの実施

サンプリングとは汚泥肥料中の重金属の検査を行うに当たり、製品のロットの代表となる試料を採取することです。採取する箇所数が少なければ労力は少なくなりますが、汚泥肥料中の重金属濃度は採取場所によってばらつきがあることから分析値がばらつきやすくなります。一方、採取する箇所数が多くなればばらつきは小さくなり、よりロットを正確に代表する試料となりますが、試料の量が多くなり、分析のために行う乾燥や粉砕に労力がかかります。このため、正確にロットを代表するサンプルが得られ、かつ、なるべく少ないサンプリング箇所数やサンプル量で労力も少ない方法の選択が重要です。

サンプリング器具やサンプリング方法を適切に設定しないと、精確な分析値が得られず、適切な重金属管理ができなくなってしまうます。

8. 1 使用する器具

汚泥肥料については40号インクリメントスコップを用いて試料を採取すれば、少ないサンプル量でばらつきも少なく、合理的にロットの代表となるサンプルが採取できることがこれまでの科学的調査により分かっています。

これ以外のサンプリング器具を使用する場合は、サンプルのばらつきが一定範囲に収まるか確かめる必要があります。また、後日分析値の検証の必要性が生じた場合のために使用する器具を詳細に記載してください。

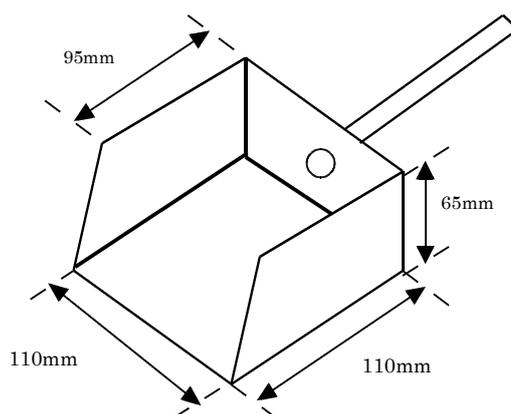


図8 40号インクリメントスコップ

サンプリングに使用する器具を記載してください。
(図8に規定している40号のインクリメントスコップ (JIS K 0060-1992
「産業廃棄物のサンプリング方法」付表1)を使用することを推奨します。)

記載例

40号のインクリメントスコップ (JIS K 0060-1992 「産業廃棄物の
サンプリング方法」付表1)を使用する。

8. 2 インクリメントの採取方法

インクリメントとはサンプリングの際にインクリメントスコップを用いて、一すくいでの採取する単位採取量をいいます。

一すくいでの採取することが困難な場合には、指定した1箇所から数回すくって、インクリメントスコップの採取量と同量を採取することも可能です。

また、直接インクリメントスコップで採取できないような場合は、一度、バケツなどの容器に入れ、その容器からインクリメントスコップで採取しても結構です。

なお、粉状の試料を採取する場合は、一定量が採取できるよう当て板などを使用すると簡単にサンプリングができます。



図9 インクリメント採取の例

1 ロットの汚泥肥料から、インクリメントスコップ等の器具を用いて、1 動作（一すくい）で採取する方法を規定する。

記載例

ベルトコンベアの落ち口において流下する汚泥をバケツで必要量を受け入れて、その中からインクリメントスコップを用いて一すくい試料を採取する。

8. 3 採取箇所数

インクリメント採取する箇所数が多くなれば、サンプルはよりロットを代表するものとなり精度が高くなりますが、労力が増えることから、個々の事業場の事情を考慮して箇所数を設定してください。8. 4に掲げたサンプリング方法であればインクリメント採取する箇所数は4箇所以上を推奨します。

検査対象とするロットからインクリメントスコップ等の器具を用いて採取する箇所数を設定する。

記載例

同一ロットの4箇所から1インクリメントずつ採取する。
一すくいではほぼ同一質量を採取する。

8. 4 サンプリング方法の選定、サンプリング場所の指定

サンプリング方法としては以下の2つの簡易な方法を選択することができます。

(1) 簡易トップサンプリング法

簡易トップサンプリング法とは堆積された1ロットの汚泥肥料の表層のランダムな位置から必要数のインクリメントを採取する簡易なサンプリング方法です。

このサンプリング方法のメリットは、採取が簡単で、作業時間が短いことです。

デメリットは、出荷の形態が袋詰めなどで、生産から出荷の過程で1ロットの汚泥肥料が堆積される場所がないような事業場の場合には、一度どこかに1ロットの汚泥肥料を堆積させる作業が生じ、後片付けなどに労力を必要とする場合があります。

このような場合は、簡易コンベアサンプリング法を行ってください。

(2) 簡易コンベアサンプリング法

簡易コンベアサンプリング法とは汚泥肥料がコンベア上を流れて移動している場合など、1ロットの流下中に一定時間間隔で必要なインクリメント数を採取する簡易なサンプリング方法です。

このサンプリング方法のメリットは、コンベアなどの製品を運ぶ搬送設備がある事業場であれば、ほとんどの事業場で適用可能な点です。

デメリットは、汚泥発酵肥料を生産する事業場など、製品の搬送設備がない事業場では適用が困難な点です。

また、サンプリング精度を高めるためインクリメント採取個数を多くした場合には、全ての採取が終了するまでに長時間を要します。

簡易コンベアサンプリング法又は簡易トップサンプリング法のどちらの方法でサンプリングを行うか指定する。

また、サンプリングを実施する場所を指定する。

なお、担当者の異動等の際にも円滑に引継ぎができるよう図や写真等で表記することが望ましい。

記載例

1. 簡易トップサンプリング法 (例)

- ①簡易トップサンプリング法により行う。トラックの荷台上に積み込まれた汚泥肥料1ロットの表層のランダムな4箇所から採取する。
- ②簡易トップサンプリング法により行う。製品倉庫の堆積させた汚泥肥料1ロットの表層のランダムな4箇所から採取する。
- ③簡易トップサンプリング法により行う。貯留しているホopp上部のランダムな4箇所から採取する。

2. 簡易コンベアサンプリング法 (例)

- ①簡易コンベアサンプリング法により採取する。製品倉庫においてコンベア上を移動しているとき、9時、11時、13時、15時の4

回、1 インクリメント採取する。

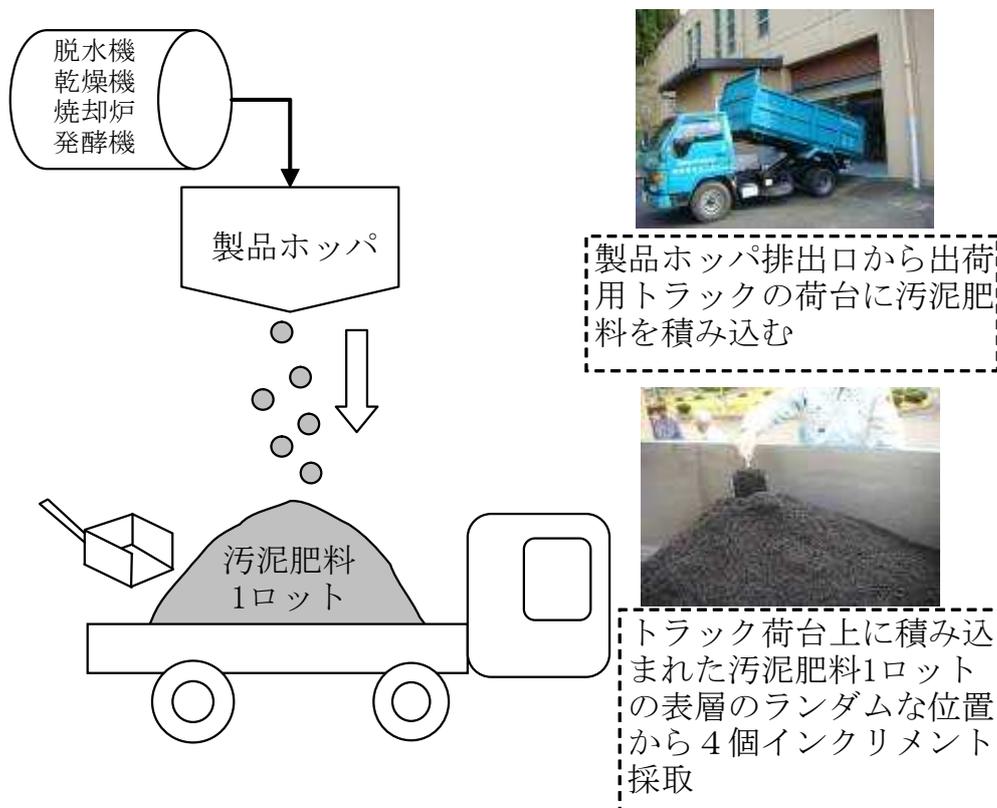
②簡易コンベアサンプリング法により採取する。午前中のロットを対象に9時、10時、11時、12時の4回、コンベアの抜き取り口からバケツで受け取った後に1 インクリメント採取する。

③簡易コンベアサンプリング法により採取する。1ロットの汚泥肥料をホッパーから排出しているときに一定間隔で4個のインクリメントを採取する。

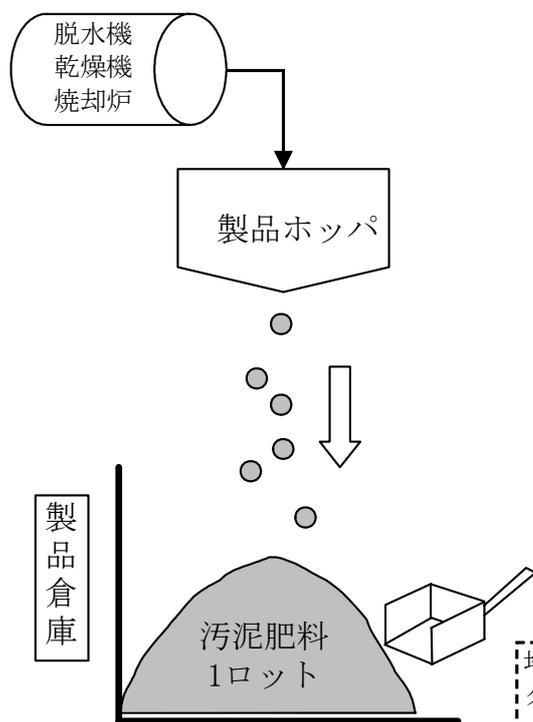
④簡易コンベアサンプリング法により採取する。袋詰めした製品を生産した順番に並べて、一定間隔で袋を4袋選び、それぞれの袋の上部から1 インクリメントずつ採取する。

○簡易トップサンプリング法の例

①トラックの荷台に積み込まれた汚泥肥料1ロットの表層から採取する。



②製品倉庫などに堆積させた汚泥肥料1ロットの表層から採取する。

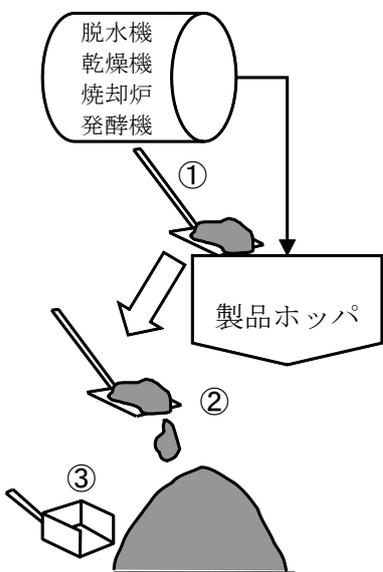


製品倉庫に堆積された汚泥肥料



堆積された汚泥肥料の表層から4個インクリメント採取

③汚泥肥料を製品ホッパ内に貯留している場合にホッパ上部から採取する。



製品ホッパ上部のぞき窓より柄の長いスコップなどで汚泥肥料1ロットの表層のランダムな位置から採取

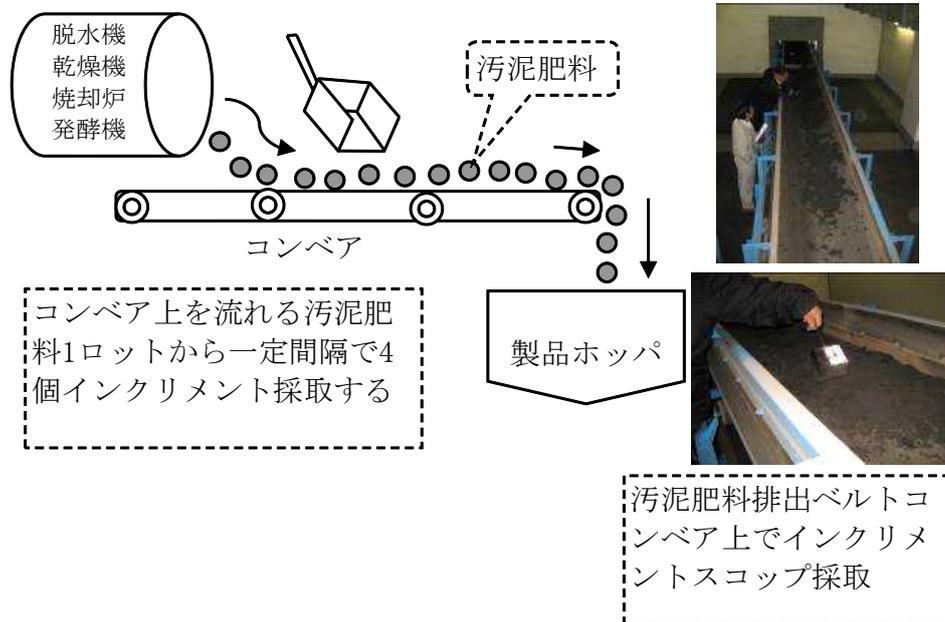


採取した汚泥肥料を、ビニールシート上へのせ、インクリメントスコップ（40号）で採取する。これを繰り返す。

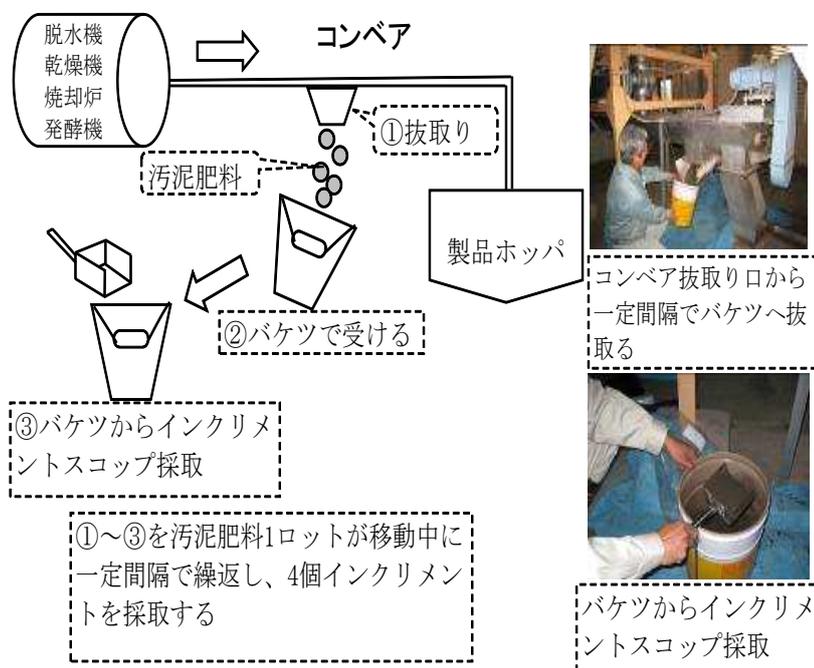
①～③を繰り返して、4個インクリメントを採取する

○簡易コンベアサンプリング法の例

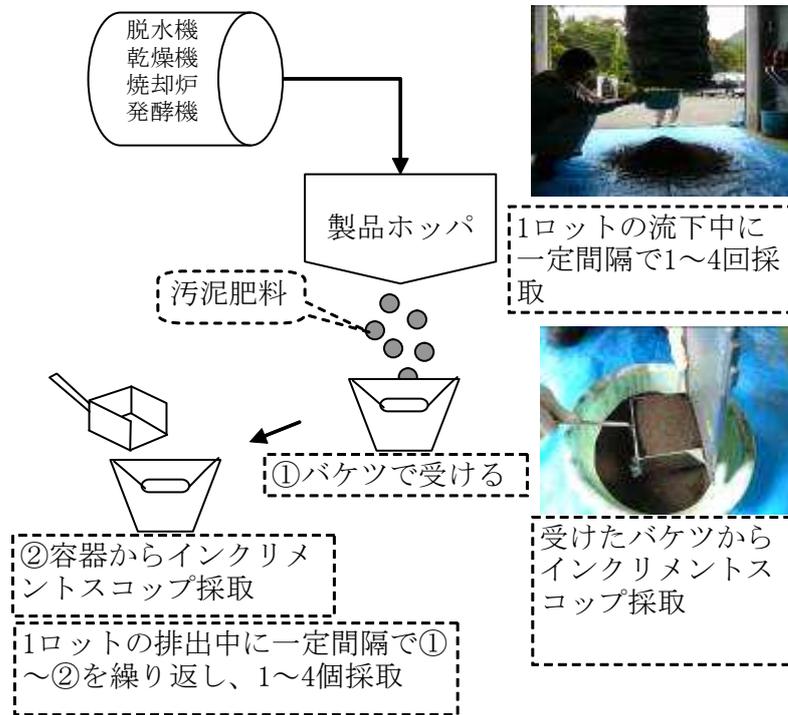
①移動しているコンベア上で採取する。



②コンベアの落ち口又は抜取り口から採取する。

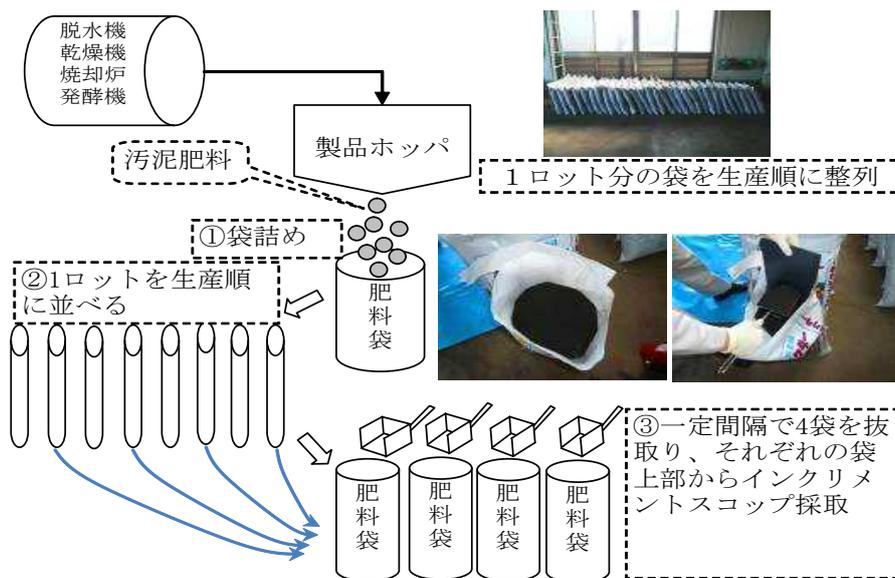


③ホッパに溜まっているロットを少しずつ排出しながら一定間隔でインクリメントを採取する。



例えば、汚泥肥料1ロットを20分かけてホッパから排出し、4個のインクリメントを採取する場合は約5分間隔（20分/4個）で採取する。

④袋詰めした製品を生産した順番に並べて、一定間隔で袋を選び、それぞれの袋の上部から1インクリメントずつ採取する。



例えば、1日80袋を生産する事業場で、4個のインクリメントを採取する場合は生産した順に20袋ごと（80袋/4個）に採取する。

8. 5 混合試料の作成

1ロットから複数のインクリメントを採取した場合、均一な試料となるよう試料の混合が必要です。その方法を明らかにしておきます。

採取した試料全量について混合を行い、全量を分析のための試料とします。

1ロットから複数のインクリメント採取した試料の混合方法を記載する。

記載例

1ロットから採取したインクリメント試料全部を一つの容器（直接試料容器のビニール袋でもよい）に入れ、よく混合して試料とする。

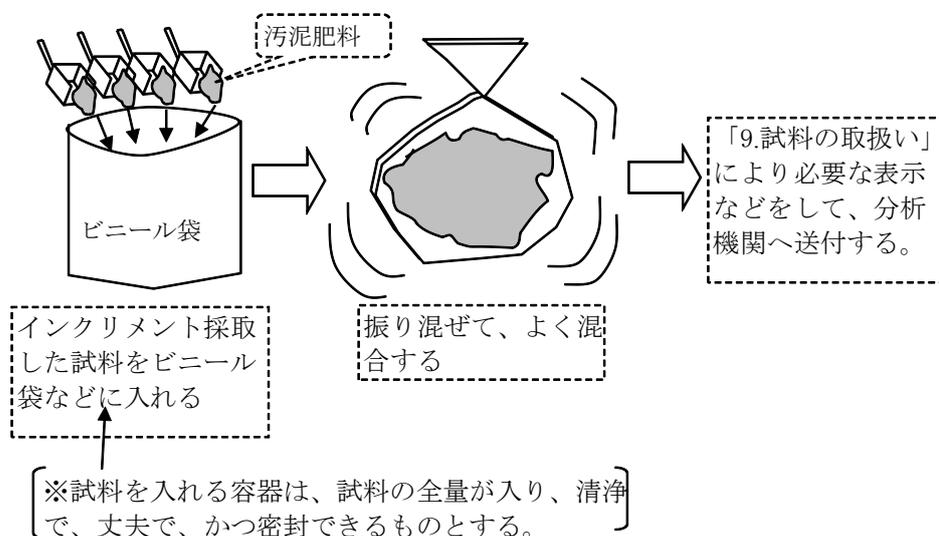


図10 混合試料の作成

9. 試料の取扱い

9. 1 試料容器

試料を採取した後はその試料に異物が混入しないよう密封することが重要です。

このため、試料は丈夫なビニール袋等に極力空気が入らないよう密封してください。

採取した試料の保管容器について記載する。

記載例

厚手のビニール袋に試料を入れ、空気が極力入らないようにして袋上部をねじり、輪ゴムを使用して密封する。破れ防止のため、更にビニール袋に入れ二重にする。

9. 2 試料の表示

採取した試料は他の試料と区別する必要があります。いつ、どこで採取したか等、必要項目を表示してください。

試料の表示に必要な項目を定める。

記載例

- (1) 肥料の名称
- (2) 生産年月日
- (3) 試料採取の年月日
- (4) 試料採取の場所
- (5) 試料採取者名
- (6) 試料採取方法
- (7) その他



図11 試料容器の表示

9. 3 試料の送付及び保管

試料を保管するときは、密封し、温度、直射日光、水分などの影響のないようにすることが重要です。試料の保管が不適切だと試料の精確な分析値が得られず、汚泥肥料の重金属の管理が適切に行えなくなる可能性があります。

試料を送付するときは、試料容器を密封し、容器が破損したり、気密が破れたり、異物が混入したりしないように丈夫な包装をしてください。また、試料の表示が損傷しないようにしてください。このような措置が不十分だとせっかくの試料が分析所に到着したときに破損し、再度サンプリングをやり直す必要が生じます。また、試料の表示が損傷するとサンプリングしたロットと他の試料との取り違いの原因となり、分析結果が無駄になるばかりでなく汚泥肥料の重金属管理が適切に実施できない可能性があります。

試料の送付と保管する場合の条件を記載する。

記載例

試料は、原則として密封し、温度、直射日光、水分などの影響のないように保管する。

試料を送付するときは、試料容器を密封し、容器が破損したり、気密が破れたり、異物が混入したりしないように丈夫な包装とし、その表示が損傷しないようにする。

9. 4 試料取扱時の注意

試料の採取等の取扱いに際しては、使用する機械・器具の清掃を十分に行い、試料に異物が混入しないよう注意してください。

異物が混入すると精確な分析値が得られなくなる可能性があります。

試料を取り扱う時の機械・用具等の取扱いについて記載する。

記載例

試料の採取及び試料の調製に際しては、使用する機械・器具の清掃を十分に行い、試料に異物が混入しないよう注意する。

10. サンプルング時の作業者の安全確保

サンプルングに際しては作業者の安全の確保が重要です。サンプルング場所は安全で容易に採取できる場所を選定して、危険が伴うようなサンプルングは行わないよう注意してください。

サンプルングに際しての安全対策を記載する。

記載例

- ① サンプルングは安全確保を第一として行い、危険が伴うようなサンプルング方法は行わないこと。
- ② タンク、コンベア、ホッパ、トラック荷台などでサンプルングを行う場合、落下、機械への巻き込みなどに注意して作業をすること。
- ③ 皮膚を露出しない服装とし、安全帽、安全靴、手袋、マスクなどを着用し、危険防止、病原性微生物の感染防止に努めること。
- ④ 試験終了後、試料等の廃棄は法令等を遵守すること。

1 1 . 試料調製・分析

試料の調製や分析は適切に実施しないと精確な分析値が得られなくなりま
す。この結果、第6の3に記述したように、例えば実際は許容値内であるにも
かかわらず分析値が高く報告されたために不適合と判定され、本来必要のない
回収等の処置が必要となり、生産業者の大きな負担になる可能性があります。

1 1 . 1 試料調製

試料の調製とは試料の予備乾燥・乾燥、粉碎を行うことです。汚泥肥料は水
分が多かったりすることもあり、保存性や性状の改善及び粉碎を行いやすくす
るために乾燥を行います。乾燥の前に水分が高い場合は、シート上で予備乾燥
を行ってから、乾燥を行います。

乾燥は40℃で70時間以上又は65℃で5時間以上で行ってください。

粉碎は、試料を微粉にすることにより、試料を均質にするために行います。
試料の乾燥が不十分だったり、粉碎機の能力が不十分であったりすると均一の
粉碎が行われず、大きな粒度のものが残ったりします。このようになると均一
な試料とならず分析のたびに分析値が異なるなど、精確な分析値が得られず、
適切な重金属管理ができなくなってしまいます。

試料の予備乾燥・乾燥、粉碎方法について記載する。なお、試料の調製を
委託する場合には、その旨と、受託者に予備乾燥・乾燥・粉碎方法を指示す
る旨を記載する。

記載例

(1) 試料の予備乾燥・乾燥

試料の水分の含有量が多く粉碎が困難な場合は、試料全量を適当
な容器又はシート上に広げ、汚染のない場所で試料を時々かき混
ぜながら風乾を実施する。

乾燥機を使用し、通風下65℃以下で加熱乾燥を行う。

(2) 試料の粉碎

試料は、超遠心粉碎機を用いて最大粒径を1mm以下となるまで
全量を粉碎し、混合し均質な分析用試料を調製する。

なお、試料の調製は委託により行うこととし、受託者に予備乾燥
・乾燥、粉碎方法を指示することとする。

11.2 分析方法

試料の分析には、妥当性（いつでも、どこでも、誰でも同様な分析結果が得られること。）の確認がなされている分析法を用いることが必要です。FAMICがホームページ（<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/sub9.html>）に妥当性が確認された分析法を「肥料等試験法」として公開しています。妥当性を確認していない分析法を用いることはもちろん、妥当性が確認された分析法を一部でも変更すると、測定する重金属の抽出が不十分となり測定値が低くなってしまいうなど、誤った結果が得られます。

なお、汚泥肥料中の有害成分の許容値は乾物当たりとなっていることから、別に試料の一部を使って水分含有率を測定して乾物当たりの分析値に換算してください。

換算式は次のとおりです。

$$\text{乾物当たりの分析値} = \text{試料の分析値} \times \frac{100}{100 - \text{試料の水分含有率}(\%)}$$

分析値の表示は、単位はmg/kg、有効数字2桁とすることが望ましいです。

試料の分析方法を指定する。

分析はFAMICの定める「肥料等試験法」により実施する。また、試料中の水分を同様に定められた方法により同時に測定し、分析して得られた重金属濃度を乾燥試料中の含有量に換算（乾物換算）して求める。

記載例

FAMICの定める「肥料等試験法」に従い重金属の分析を実施する。

11.3 分析の精度管理

分析を自ら行う場合も分析機関²に委託する際にも分析の精確さ等についての条件を付すことが必要です。分析値には誤差が伴います。誤差には真の値か

2 分析機関には複数の分析所（室）がある場合があることから、実際に分析を実施する分析所ごとの精確さを確認することが必要です。

らのかたより（真度）と同じ試料を同時に分析した際のばらつき（精度）があります。このどちらにも必要十分な性能がないと、適切な分析値となりません。例えば、ばらつきが小さくとも真の値からのかたよりが大きければ、誤った結果となってしまいます。真度、精度とともに、目的とする重金属の許容値の濃度で分析が行えるかを示す定量下限（適切な精確さをもって定量できる測定対象成分の最小濃度のこと。）も分析を実施する際の重要な指標です。

また、実際に測定する際の精度管理も重要です。このため、認証された濃度が記載されている標準物質を同時に測定して、記載されている認証値とのずれが一定の範囲におさまっているかを検証します。おさまっていれば、正しい分析操作で行われたものと想定できます。

なお、FAMICにおいて汚泥肥料の重金属の分析に使用できる認証標準物質が販売されています。

分析の精度管理については別紙2（49ページ）を参照してください。

分析の精度管理について記載する。

試料の分析を分析機関に委託する場合は分析上の条件及び分析結果の報告項目・時期を記載する。また、委託契約の際には自主管理基準値（13参照）を受託者に伝えておく必要があるためその旨を記載する。

記載例

分析は分析機関に委託する。なお、委託契約の際に自主管理基準値を伝えるとともに、分析法を指示するほか、次の条件を付す。確認のため分析機関に別紙を交付し回答を得るものとする。

（1）分析所の技能

分析所の技能として、手引書別紙2の要件を満たし、別紙2の精度管理を実施できること。

（2）分析結果の報告は分析依頼日から3週間以内とする。報告には重金属の濃度とともに定量下限及び認証標準物質の分析の結果を付すこと。ただし、自主管理基準値を超える分析値がでた場合には、速やかに報告書を作成して回報し、その旨を連絡すること。

別紙

分析所への確認事項

次の項目について、可否の回答をお願いします。

1. 乾燥
汚泥肥料について乾燥が実施できるか。 可 否
2. 粉碎
乾燥品を全量 1 mm以下に均質に粉碎できるか。 可 否
3. 分析法
肥料等試験法により分析が行えるか。 可 否
4. 分析所の技能
次の精確さで分析が行えるか。 可 否

①技能

| | ひ素 | カドミ ウム | 水銀 | ニッケ ル | クロム | 鉛 |
|--------------|----|-----------|-----|----------|-----|-----|
| 許容値 (mg/kg) | 50 | 5 | 2 | 300 | 500 | 100 |
| 定量下限 (mg/kg) | 10 | 1 | 0.4 | 60 | 100 | 20 |
| 併行精度 (%) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |

②真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 2 倍を超えないこと。

5. 精度管理
次の精度管理が行えるか。 可 否

①真度を確認するために汚泥肥料と類似した認証標準物質を分析し、分析値と認証値の差が室間再現標準偏差の 3 倍を超えないこと。また、連続して測定した場合にそのかたよりが室間再現標準偏差の 2 倍を連続して超えないこと。超えた場合は後の一連の試験成績を採用しない。

②空試験の試験成績が異常値を示さないこと。

6. 報告

報告には重金属の濃度とともに検出限界、定量限界及び認証標準物質分析の結果を付すことができるか。 可 否

7. 分析期間

3週間以内に報告が行えるか。 可 否

8. 不適合時の報告

分析値の確定後直ちに自主管理基準値との比較が行え、超過した場合は速やかに報告書を作成して回報し、その旨連絡できるか。 可 否

| 自主管理基準値 | | (単位：mg/kg) |
|---------|---------|------------|
| 重金属名 | 自主管理基準値 | 許容値 (参考) |
| ひ素 | 46 | 50 |
| カドミウム | 4.5 | 5 |
| 水銀 | 1.8 | 2 |
| ニッケル | 280 | 300 |
| クロム | 470 | 500 |
| 鉛 | 96 | 100 |

注：基準値は乾物当たりの数値である。

以上に相違ありません。

平成 年 月 日

会社名

12. 分析報告書の内容の確認

分析機関から分析値の報告があった場合は、その分析値が求めた条件に合致し適切な管理のもとに分析が行われたかどうかの確認を行います。特に、分析値が乾物換算されているかに注意してください。汚泥肥料中の重金属の許容値は乾物当たりとなっています。例えば、現物のカドミウム濃度が2 mg/kgであっても水分が80%のものであると乾物のカドミウム濃度は10 mg/kgとなり許容値を超えていることとなります。

一方、肥料成分は施肥の目安としての量を記載することから現物での表示となっています。ここの違いを十分注意する必要があります。

なお、分析値に疑義がある場合は、分析機関に確認を行ってください。

分析機関からの分析値の報告に際して、分析値が妥当であるかの確認事項を記載する。

記載例

分析機関からの分析値の報告があった際には、次の項目を確認する。

- (1) 肥料等試験法で分析が実施されているか。
- (2) 分析値の単位は適切か。有効数字は2桁か。
- (3) 乾物換算がなされているか。
- (4) 検出限界、定量限界が求めた条件に合致しているか。
- (5) 認証標準物質での精度管理が適切であったか。
- (6) 過去の分析値に比べて異常な数値となっていないか。

13. 自主管理基準値

13.1 自主管理基準値の設定

自主管理基準値とは、汚泥肥料中の重金属を管理する際に許容値を下回るよう自主的に設定する重金属濃度の最大値です。任意に設定することができますが、低すぎると重金属の含有量を厳しく管理していることをアピールできる一方、不適合が頻発するおそれがあります。逆に、高すぎると不適合は発生しなくなるものの、実際にはサンプリングや分析の誤差によって真の値が許容値を上回っている可能性があり、自主管理を行うこと自体の意味がなくなります。

含有する重金属濃度が許容値を下回ることを農家に保証する方法として、許容値からサンプリングや分析の誤差を差し引いた値を自主管理基準値とすることが考えられます。この考えに基づき、自主管理基準値を以下により設定します。

①これまでの調査により、推奨自主管理基準値として表4のとおり結果が得られています。この表からサンプリング手法や採取箇所数に応じた自主管理基準値を適用できます。

例えば、簡易サンプリング手法により4箇所から採取した場合には、汚泥肥料の種類に関わらずカドミウムの自主管理基準値として4.5mg/kgが適用できます。

表4：推奨自主管理基準値

(単位：mg/kg)

| 分析項目 | 簡易サンプリング手法の 採取箇所数 | 精密サンプリング手法の 採取箇所数 | 許容値 |
|-------|----------------------|----------------------|-----|
| | 4 | 10 | |
| ひ素 | 46 | 48 | 50 |
| カドミウム | 4.5 | 4.7 | 5 |
| 水銀 | 1.8 | 1.9 | 2 |
| ニッケル | 280 | 290 | 300 |
| クロム | 470 | 490 | 500 |
| 鉛 | 96 | 97 | 100 |

②生産業者が独自に自主管理基準値を設定する場合は、簡易なサンプリング法を用いて実際にロットの任意の場所10箇所からサンプルを採取して、それぞれについて分析を実施し、重金属含有量のばらつきから標準偏差を算出します。求めた標準偏差に1.64を乗じ、この数値を許容値から差し引いて自主管理基準値を算出します。

$$\text{自主管理基準値} = \text{対象重金属の許容値} - \text{SD} \times 1.64$$

SD : 測定値と平均値の差の2乗を合計したものを自由度（測定値の個数マイナス1）で除し、平方根としたもの。

1.64 : 危険率5%（自主管理基準値付近の分析値では100回に5回程度の確率で許容値を超える可能性がある。）における係数。

自主管理基準値の設定については別紙3（53ページ）を参照してください。

汚泥肥料中の重金属を管理するための自主管理基準値を記載する。

記載例

自主管理基準値は次のとおりとする。

(単位：mg/kg)

| 重金属名 | 自主管理基準値 | 許容値 (参考) |
|-------|---------|----------|
| ヒ素 | 46 | 50 |
| カドミウム | 4.5 | 5 |
| 水銀 | 1.8 | 2 |
| ニッケル | 280 | 300 |
| クロム | 470 | 500 |
| 鉛 | 96 | 100 |

13.2 自主管理基準値との比較

分析値の確認が終了した後に自主管理基準値との比較を行ってください。
不適合があった場合は直ちに品質管理責任者に報告してください。

分析値と自主管理基準値との比較を行うことを記載する。

記載例

- (1) 分析終了後に自主管理基準値と比較する。
- (2) 不適合となった場合は品質管理責任者に直ちに連絡を行う。

品質管理責任者 ○○○○

連絡先 ○○○-○△○△

1 4. 不適合時の措置

1 4. 1 不適合発生時の連絡

不適合が発生した場合には製品の生産・出荷に関する責任部署に連絡が必要です。対応として出荷した製品の回収等の処置が必要であることから迅速な連絡が必要です。

不適合が発生した場合の連絡体制を記載する。

記載例

自主管理基準値との比較の結果、不適合と判定された場合は、品質管理責任者は迅速に本社品質管理課に連絡する。

1 4. 2 製品の措置

不適合となった場合には、重金属の含有量が許容値を超えて含有しているおそれがあります。直ちに公定規格不適合となるわけではありませんが、出荷した製品の自主回収の処置が必要です。このため、工場長等生産責任者は製品の生産・出荷に関する部署に連絡を行う必要がありますが、事前に不適合時の製品の処置を明確にしておくことによって、実際に不適合が起こった場合に迅速に対応することができます。また、不適合時の備えの状況を明らかにしておけば取引先との信頼関係の構築につながります。

また、回収した製品等は適切に処置を行うとともに、製品や原料、生産工程等を調査して原因の究明を行ってください。この調査結果を生かして原因の除去・改善を行い、再度不適合が発生しないようにすることが重要です。

不適合時の製品の処置について記載する。

記載例

不適合が発生した場合、工場長は製品について次の処置を講じる。

- (1) 当該製品の在庫について早急に出荷の停止の措置を講じる。
- (2) 出荷した当該製品について出荷先に連絡を行い回収の措置を講じる。
- (3) 在庫及び回収した製品については廃棄物として適正に処理を行う。

- (4) 不適合となった原因について調査を実施する。また、必要に応じて改善措置を講じる。
- (5) 在庫及び回収した製品の処理の内容、原因究明の結果及び改善措置等を記載した報告書を作成し、作成日から5年間、品質管理責任者において専用のファイルで保管する。

14.3 独立行政法人農林水産消費安全技術センターへの報告

不適合の措置が完了し、報告書を作成した後、生産業者は速やかにFAMICに報告を行ってください。FAMICは不適合の事例を収集・解析して不適合の発生予防の措置等を検討しますので、その際の基礎資料となります。

不適合発生時のFAMICへの報告について記載する。

記載例

不適合の措置が完了し、報告書作成後速やかに、独立行政法人農林水産消費安全技術センターに報告する。

15. 教育訓練

品質管理業務に従事する職員には品質に関する一定の能力が必要です。また、能力を維持、向上するためには定期的、計画的に教育訓練することが重要です。教育訓練として肥料の分析法や品質管理の方法、ISOの品質管理マネジメントシステムや環境マネジメントシステムに関する講習、また、FAMICが実施する研修に参加させることがよいでしょう。関係職員全員を参加させることが難しい場合、品質管理責任者のみにこれらの講習等を受講させ、品質管理責任者が関係職員に受講内容を周知する方法も考えられます。事業場の状況にあった方法を記載してください。

教育訓練の実施について記載する。

記載例

- (1) 品質管理責任者を肥料の品質保全に関する講習会の開催時には参加させる。
- (2) 品質管理責任者は(1)の内容を踏まえて重金属検査に従事する職員に対し、講習を行う。
- (3) 品質管理責任者は(1)及び(2)について記録し、その作成の日から5年間、専用のファイルで保存する。

16. 実施状況の自己点検

16.1 自己点検の実施

生産業者は年1回以上、設定したサンプリング検査計画や不適合となった製品の処置及び教育訓練が適切に実施・運用されているかについて点検を行ってください。この結果、実施や運用に改善が必要な場合は所要の措置を行ってください。

実施状況の自己点検の実施方法について記載する。

記載例

工場長は年1回、次の項目について実施する。

- (1) 製品の重金属検査がサンプリング検査計画書に基づき実施されているか記録を点検する。
- (2) 不適合となった製品がある場合には適切に措置されているか記録を点検する。
- (3) 検査に必要な教育訓練が計画的に実施されているか記録を点検する。
- (4) 点検の結果、実施・運用に改善が必要な場合は所要の措置を行う。
- (5) 自己点検の結果の記録を作成させ、作成日から5年間、保存する。

16.2 検査計画の改善

重金属については生産工程や原料の変更等により、その含有量の変動します。このことから生産業者はサンプリング検査計画の定期的な見直しが必要です。この際、重金属含有量が原料の内容により変化しているなどの特徴がつかめる場合には、変動や含有量を小さくするように改善してください。このような改善を積み重ねることによって、重金属の許容量を超えるおそれを低くし、検査頻度を少なくすることが可能となります。

検査計画の改善については別紙1の3（48ページ）を参照してください。

サンプリング検査計画の点検・改善方法について記載する。

記載例

工場長は自己点検に併せてサンプリング検査計画の内容について次の点検を行う。

(1) 変動の把握

- ①重金属の含有量について変化はないか。
- ②年間の変動に変化はないか。
- ③重金属の含有量が急激に変動していないか。

(2) (1) において変動が確認された場合には生産方法や原料の変更等について調査を行い、サンプリング検査計画の改善を実施する。

- ①年間での変動が大きくなった場合は年間のサンプリング検査回数を増やす。
- ②最も高濃度になると予想される時期に重点的にサンプリング検査を行う。
- ③原料や生産方法が、変動に影響している場合は、変動や含有量を小さくするように改善する。

(3) 所要の改善を行った場合には、当該措置の記録を作成し、作成日から5年間、品質管理責任者において保存する。

17. 記録の作成及び保管

この手引書が必要としている記録を記載するための様式を作成してください。サンプリング検査の記録は不適合発生時の原因究明に必要となります。その際、回収ロットを限定・特定できるようにするなど不適合発生時の対応の負担を軽減できるものとするため、検査対象肥料のロット番号やその原料、受入元、販売先が特定できる項目を含めてください。品質管理の実施状況の自己点検記録書についてはサンプリング検査計画の見直しに必要となるとともに、問題がなければ検査頻度の縮減にも資することから、そのことを踏まえて必要な項目を含めるようにしてください。

なお、記録は作成の日から5年間以上専用のファイルに保存して、検査に関わる者が常に閲覧できるよう保管してください。

この手引書で必要な記録について、様式や保存の方法について記載する。

記載例

サンプリング検査、不適合発生時の製品の措置、教育訓練及び実施状況の自己点検の記録は別添様式1～4により行うものとする。作成した報告書は専用のファイルで保管して、5年間保存する。

様式1

サンプリング及び分析結果の記録書

作成 年 月 日

作成者

1. サンプリング実施日（年月日）
2. サンプリング実施者（氏名）
3. サンプリング方法
4. 採取場所
5. 生産年月日、ロット番号
6. 原料、受入元
7. 分析を依頼した分析機関名
8. 分析値（分析機関から報告された分析成績書などを添付する）
9. 成分名及び判定結果（判定者の氏名及び年月日）
10. 品質管理責任者の承認（氏名及び年月日）
11. その他

様式2

教育訓練の実施記録書

報告 年 月 日
報告者

1. 実施年月日、参加者
2. 実施主体、場所
3. 教育訓練の内容
4. その他

様式3

不適合時の処置記録書

報告 年 月 日
報告者

1. 不適合の判明年月日
2. ロット番号、対象数量
3. 不適合の内容
4. 在庫の出荷の停止の措置、措置年月日
5. 当該製品の出荷先、連絡年月日及び回収の措置
6. 在庫及び回収した製品の保管
7. 在庫品及び回収品の廃棄物として処理経過
8. 不適合となった原因について調査結果
9. 改善のための措置

様式4

自己点検記録書

報告 年 月 日
報告者

1. 実施日
2. 実施者
3. サンプルング及び分析結果の記録書の点検結果
4. 不適合時の処置記録書の点検結果
5. 教育訓練の実施記録書の点検結果
6. サンプルング、不適合時の措置及び教育訓練に関する是正の有無及び改善処置の内容
7. 重金属の変動の把握結果及びそれをふまえたサンプルング検査計画への反映

18. 非定常時の製品の対応

生産設備のメンテナンス時やその直後等の通常の生産状態とは異なる非定常時に生産した汚泥肥料については、重金属濃度が定常時よりも大きく変動し、高濃度になる可能性が高くなります。このような非定常時に生産された汚泥肥料の取扱いについて規定してください。

非定常時の製品の対応については別紙4（55ページ）を参照してください。

生産設備のメンテナンス時やその直後等の通常の生産状態とは異なる非定常時に生産した汚泥肥料についての取扱いについて規定する。

記載例

- ①メンテナンスの実施後の製品については、個別に重金属含有量の検査を実施する。
- ②メンテナンス後の汚泥については肥料化しない。

