

肥料認証標準物質 B

普通化成肥料

FAMIC-B-14

No. +++

認証書(見本)

本標準物質は、普通肥料の公定規格¹⁾に規定されている化成肥料を粉砕して均質化した物質である。化成肥料又は類似した肥料中の主成分の定量において、分析結果の品質管理、分析方法の妥当性の確認等に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の認証値及びその不確かさは以下のとおりである。認証値の不確かさは、標準不確かさと包含係数($k=2$)から決定された拡張不確かさであり、約 95 %の信頼水準をもつと推定される区間の半分の幅を示す。

表 1 認証値

成分	含有量 (μ) 質量分率(%)	拡張不確かさ ($U_{95\%}$) 質量分率(%)
アンモニア性窒素 (A-N)	8.06	0.03
可溶性りん酸 (S-P ₂ O ₅)	9.18	0.04
水溶性りん酸 (W-P ₂ O ₅)	6.70	0.03
水溶性加里 (W-K ₂ O)	8.32	0.06

成分	含有量 (μ) (mg/kg)	拡張不確かさ ($U_{95\%}$) (mg/kg)
砒素 (As)	2.87	0.11
カドミウム (Cd)	4.23	0.14
ニッケル (Ni)	37.9	1.7

【分析方法】

各成分の分析方法を以下に示す。なお、試料溶液の調製及び測定に示す記号は、肥料等試験法(2014)及び肥料分析法(1992年版)²⁾における項目記号である。

表 2 分析方法

分析項目	分析法	試料溶液の調製	測定	推奨される1回の分析に用いる試料量
アンモニア性窒素 (A-N)	肥料等試験法	—	4.1.2.a 蒸留法	0.5 g
	肥料分析法	—	4.1.2.1.D 蒸留法	
可溶性りん酸 (S-P ₂ O ₅)	肥料等試験法	4.2.2.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光度法	同左	2.5 g
	肥料分析法	4.2.1.C.c.1)	4.2.3.E.b バナドモリブデン酸アンモニウム法	
水溶性りん酸 (W-P ₂ O ₅)	肥料等試験法	4.2.4.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光度法	同左	5 g
	肥料分析法	4.2.1.C.b	4.2.3.E.a バナドモリブデン酸アンモニウム法	
水溶性加里 (W-K ₂ O)	肥料等試験法	4.3.3.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法 (4.1.2)	4.3.3.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	5 g
	肥料分析法	4.3.1.C.b.2) (付記)	4.3.3.E 原子吸光測光法	
ひ素 (As)	肥料等試験法	5.2.a 水素化物発生原子吸光法	同左	2 g
	肥料等試験法	5.2.b ジエチルジチオカルバミン酸銀吸光度法	同左	
	肥料分析法	5.24.1.D.a.1)	5.24.1.E ジエチルジチオカルバミン酸銀法	
	肥料分析法	5.24.1.D.a.1)	5.24.2.E.2) 原子吸光測光法	
カドミウム (Cd)	肥料等試験法	5.3.a フレーム原子吸光法 (4.1) 備考 1	5.3.a フレーム原子吸光法	5 g
	肥料分析法	5.6.1.D.a.1)	5.6.1.E.a 原子吸光測光法	
ニッケル (Ni)	肥料等試験法	5.4.a フレーム原子吸光法 (4.1) 備考 1	5.4.a フレーム原子吸光法	5 g
	肥料分析法	5.1.1.D.a.1)	5.21.2.E 原子吸光測光法	

上記の成分の分析方法の詳細については、「農林水産消費安全技術センターホームページ」上に公開しているので、参考にされたい。

ホームページ上掲載箇所のURL

肥料等試験法(2014) http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2014.pdf

肥料分析法(1992) http://www.famic.go.jp/ffis/fert/sub6_data/sub6_analyze.html

「肥料等試験法」の策定にあたっては、分析法の妥当性確認を行うとともに、肥料分析法と整合性が保たれるよう十分留意している。

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値の決定のため、16 試験所による共同試験を実施した^{3), 4)}。

各試験室においては、試験成分毎に3点併行試験を実施日を変えて2回行い、合計6点の分析を行い、共同試験の定量値の平均値を認証値とした。なお、平均値の算出に当たり、片側有意水準1%のコクラン(Cochran)の検定及び両側有意水準1%のグラップズ(Grubbs)の検定を実施し、外れ値を除外した⁴⁾。

【トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、計量法第134条に基づく特定標準物質(国家標準)にトレーサブルな標準物質を用い、試験法の妥当性が確認された「肥料等試験法」により実施された共同試験において得られた定量値を平均して算出したものである。

【不確かさの算出】

標準不確かさ(u)は、共同試験の総平均値の標準偏差を用いることとし、共同試験の室内標準偏差(s_W)、室間再現標準偏差(s_R)、試験室数(p)及び各試験室での反復測定回数($n=6$)から、(a)式により求めた。認証値の不確かさは、拡張不確かさであり、標準不確かさ(u)に包含係数(k)を乗じて求め((b)式)、有効数字2けた以内に丸めた。なお、包含係数(k)については正規分布の信頼水準約95%に相当する $k=2$ とした⁵⁾。

$$\text{標準不確かさ}(u) = \sqrt{\frac{(s_R^2 - s_W^2) + \frac{s_W^2}{n}}{p}} \quad \dots (a)$$

$$\text{拡張不確かさ}(U_{95\%}) = k \times u \quad \dots (b)$$

【認証日付】 2015年3月26日

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、下記の保存条件のもと2021年6月までとし、有効期限内に予期せぬ変質等により認証値に変更が生じた場合には当センターホームページ上に掲載すること等で使用者に周知する。

【形状等】

本標準物質は、目開き500 μm のふるいを通じた粉末であり、褐色ガラス瓶に密封されている。内容量は約150gである。

【均質性】

瓶詰めされた標準物質候補320本からランダムに10本抜き出し、2点併行で認証した成分の含有量を表2に掲げるいずれかの分析方法によりランダムな順序で定量し、繰返し2回 \times 10試料の一元配置による分散分析を実施した⁶⁾。その結果、片側有意水準5%において試料間に有意な差は認められなかった。また、併行相対標準偏差は0.6%~3.4%であった。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、常温で保管し、直射日光及び高温、多湿を避けること。開封後は確実に中蓋をし、できるだけ密栓した状態で保存すること。

【使用に関する注意事項】

本標準物質の使用後は、容器の口を開けたまま放置せず、直ちに中蓋をすること。

なお、1回の分析に使用する量は、表2に記載された量を推奨する。

【取り扱いに関する注意事項】

試験目的以外に使用しないこと。開封の際はけがをしないように注意すること。

なお、開封後、本標準物質が汚染を受けた場合又は変質した場合は、認証標準物質としての使用は認められない。

【製造方法等】

本標準物質は、硫酸アンモニア、過りん酸石灰及び塩化加里を原料として製造された市販の普通化成肥料を用いて次の工程で調製した。普通化成肥料 80 kg を粉砕し、目開き 500 μm のふるいを通過させ、均質化した後、約 150 g ずつ褐色ガラス瓶に小分けし、密封した。

【参考情報】

本標準物質の認証値の決定のために実施した共同試験の室間再現標準偏差、室内標準偏差及び有効データ数を参考情報として以下に示す。また、未開封品を肥料等試験法における乾燥器による乾燥減量法(100 $^{\circ}\text{C}$ ・3 時間)又は水分計による乾燥減量法により測定した減量が質量分率 0.69 % (拡張不確かさ 0.04 % (質量分率)、14 試験室、 $n=6$ の平均値)であったので、これを含水量として求めた認証値の乾物換算値について示す。

表 3 室間再現標準偏差、室内標準偏差及び認証値の乾物換算値

成分	試験室数 (P)	認証値 (μ) 質量分率 (%)	室間再現標準偏差 (s_R) 質量分率 (%)	室内標準偏差 (s_W) 質量分率 (%)	認証値の 乾物換算値 質量分率 (%)
アンモニア性窒素 (A-N)	15	8.06	0.07	0.04	8.11
可溶性りん酸 (S- P_2O_5)	15	9.18	0.09	0.04	9.25
水溶性りん酸 (W- P_2O_5)	15	6.70	0.06	0.03	6.74
水溶性加里 (W- K_2O)	14	8.32	0.13	0.06	8.38

成分	試験室数 (P)	認証値 (μ) (mg/kg)	室間再現標準偏差 (s_R) (mg/kg)	室内標準偏差 (s_W) (mg/kg)	認証値の 乾物換算値 (mg/kg)
砒素 (As)	13	2.87	0.24	0.15	2.89
カドミウム (Cd)	14	4.23	0.28	0.09	4.26
ニッケル (Ni)	12	37.9	3.0	0.8	38.1

【共同試験参加試験所(五十音順)】

小野田化学工業株式会社 新潟工場
片倉チッカリン株式会社 筑波総合研究所
株式会社環境衛生科学研究所
公益財団法人 日本肥糧検定協会 関西支部
公益財団法人 日本肥糧検定協会 本部
コープケミカル株式会社 八戸工場
住商アグリビジネス株式会社 鹿島工場
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 神戸センター
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 札幌センター
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 仙台センター
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 名古屋センター
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 福岡センター
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター 本部
日東エフシー株式会社 研究開発部
パリオ・サーヴェイ株式会社
ホクレン肥料株式会社 帯広工場

【情報の入手】

認証値の変更等、重要な改訂があった場合は購入者に通知するとともに、下記ホームページに掲載する。

なお、本標準物質の使用方法等の技術情報に関しては、別添「本認証標準物質の使い方」を参考にすること。

【参考規格及び文献】

- 1) 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(1986)
- 2) 農林水産省農業環境技術研究所:肥料分析法(1992 年版)、日本肥糧検定協会、東京(1992)
- 3) JIS Q 0035,標準物質—認証のための一般的及び統計学的な原則(2008)
- 4) JIS Z 8402-2,測定方法及び測定結果の精確さ(真度及び精度)—第 2 部:標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的な方法(1999)
- 5) JIS Z 8404-1,測定の不確かさ—第 1 部:測定の不確かさの評価における併行精度,再現精度及び真度の推定値の利用の指針
- 6) Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R.: The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemical Laboratories, *Pure & Appl. Chem.*, **78** (1), 145~196 (2006)

【本認証標準物質の問い合わせ】

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター本部 肥飼料安全検査部肥料鑑定課
〒330-9731 埼玉県さいたま市中央区新都心 2-1 さいたま新都心合同庁舎検査棟
TEL:050-3797-1856、FAX:048-601-1179
ホームページ:<http://www.famic.go.jp>

【認証責任者の氏名】

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター
理事長 木村 真人

2015年3月26日
肥料等技術検討会 肥料認証標準物質調製部会
独立行政法人 農林水産消費安全技術センター

改訂履歴

2018年1月26日

- ・ヘッダーの日付を認証日付から出荷日に変更した。
- ・認証標準物質のシリアルナンバー印字場所を明確にした。
- ・安定性モニタリングの結果に基づいて、有効期限を2019年6月から2021年6月に延長した。