

肥料認証標準物質 A
高度化成肥料

FAMIC-A-17

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(有姿濃度)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、認証値決定のための共同試験で得られた標準不確かさに包含係数($k=2$)を乗じ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(%)
窒素全量 (T-N)	14.08	0.06
アンモニア性窒素 (A-N)	11.72	0.08
く溶性りん酸 (C-P ₂ O ₅)	13.32	0.04
く溶性加里 (C-K ₂ O)	13.96	0.10
く溶性苦土 (C-MgO)	3.54	0.04
く溶性マンガン (C-MnO)	0.313	0.006
く溶性ほう素 (C-B ₂ O ₃)	0.55	0.01
水溶性ほう素 (W-B ₂ O ₃)	0.45	0.01
尿素性窒素 (U-N)	2.26	0.08

【分析方法】

分析は肥料等試験法²⁾により行った。各成分の分析方法(肥料等試験法における項目記号)を以下に示す。

表2 分析方法

成分	試料溶液の調製・測定方法	推奨される1回の分析に用いる試料量
水分	3.1.a 乾燥器による乾燥減量法 (75℃、4時間)但し、揮発物の補正は行わないものとする。	5 g
窒素全量 (T-N)	4.1.1.a ケルダール法	2.5 g
	4.1.1.b 燃焼法 備考2及び備考3	0.1 g~0.5 g
アンモニア性 窒素 (A-N)	4.1.2.b ホルムアルデヒド法 (4.1.2) 備考6	5 g
	4.1.2.a 蒸留法	0.5 g
く溶性りん酸 (C-P ₂ O ₅)	4.2.3.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	1 g
く溶性加里 (C-K ₂ O)	4.3.2.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	1 g
く溶性苦土 (C-MgO)	4.6.2.a フレーム原子吸光法	1 g
く溶性マンガン (C-MnO)	4.7.2.a フレーム原子吸光法	1 g
く溶性ほう素 (C-B ₂ O ₃)	4.8.1.a アゾメチンH法	1 g
水溶性ほう素 (W-B ₂ O ₃)	4.8.2.a アゾメチンH法	2.5 g
尿素性窒素 (U-N)	6.3.b 高速液体クロマトグラフ法	1 g
ビウレット性窒素 (B-N)	5.10.a 高速液体クロマトグラフ法	1 g

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 http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2016.pdf

【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。窒素全量及びアンモニア性窒素について、2試験方法を実施した試験室については、方法間に有意差が認められなかったため、有効データとして解析を行った。その際、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%のグラブス(Grubbs)の検定を実施し、外れ値を除外した⁴⁾。なお、水分及びビウレット性窒素についても共同試験を行ったが、室間再現相対標準偏差が肥料等試験法において示す目安を超えていたため、認証値としていない。

【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及び標準液を用い、あるいは試験法の妥当性が確認された「肥料等試験法」により規定した合意標準を用い、同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。

なお、共同試験参加試験室は、肥料品質保全協議会主催の試験所間比較プログラム「平成 27 年度共通試料による分析」に参加し、満足する成績を報告した試験室である。

【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回数($n=6$)から、(a)式により求めた。また、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 桁以内に丸めた。なお、包含係数(k)は正規分布の信頼水準約 95 %に相当する $k=2$ とした⁵⁾。

$$u = \sqrt{\frac{(s_R^2 - s_W^2) + \frac{s_W^2}{n}}{p}} \quad \dots (a)$$

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

【認証日付】 2018 年 3 月 20 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 2023 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。

【形状等】

本標準物質は、目開き 500 μm のふるいを通した粉末であり、褐色ガラス瓶に密封されている。内容量は約 140 g である。

【均質性】

瓶詰めされた標準物質候補 400 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×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 0.5 %～4.6 %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、りん酸アンモニア、硫酸アンモニア、尿素、塩化加里、軽焼マグネシア、ほう酸塩肥料及び熔成微量元素複合肥料を原料として製造された市販の高度化成肥料を用いた。高度化成肥料 80 kg を粉碎し、目開き 500 μm のふるいを通させ、均質化した後、約 140 g ずつ褐色ガラス瓶に小分けし、密封した。

【参考情報】

共同試験の結果求めた室間再現標準偏差、室内標準偏差及び試験室数を表3に示す。室間再現相対標準偏差が、肥料等試験法で示す室間再現相対標準偏差の目安を超えていた水分及びピウレット性窒素については参考値とし、表3と同様に共同試験の結果求められた室間再現標準偏差、室内標準偏差及び試験室数を表4に示す。

本標準物質の認証値又は参考値は全て有姿あたりの数値であり、水分の参考値を元に求めた乾物換算値についても参考に示す。

表 3 認証値の室間再現標準偏差、室内標準偏差及び乾物換算値

成分	試験室数 (<i>p</i>)	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(%)
窒素全量 (T-N)	18 ^{a)}	14.08	0.14	0.05	14.29
アンモニア性窒素 (A-N)	21 ^{a)}	11.72	0.19	0.06	11.89
く溶性りん酸 (C-P ₂ O ₅)	15	13.32	0.10	0.07	13.52
く溶性加里 (C-K ₂ O)	16	13.96	0.24	0.13	14.17
く溶性苦土 (C-MgO)	16	3.54	0.08	0.04	3.60
く溶性マンガン (C-MnO)	14	0.313	0.013	0.004	0.318
く溶性ほう素 (C-B ₂ O ₃)	15	0.55	0.02	0.01	0.56
水溶性ほう素 (W-B ₂ O ₃)	15	0.45	0.01	0.01	0.46
尿素性窒素 (U-N)	10	2.26	0.14	0.06	2.30

a) 2 試験方法を実施した試験室を計上した のべ試験室数

表 4 参考値の室間再現標準偏差、室内標準偏差及び乾物換算値

成分	試験室数 (<i>p</i>)	参考値 (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(%)	参考値の 乾物換算値 質量分率(%)
水分 (H ₂ O)	15	1.47	0.27	0.08	-
ビウレット性窒素 (B-N)	10	0.009	0.002	0.001	0.009

【共同試験参加試験所(五十音順)】

エムシー・ファーターコム株式会社 いわき工場
 エムシー・ファーターコム株式会社 宇部工場
 小野田化学工業株式会社 新潟工場
 片倉コープアグリ株式会社 関西支店姫路工場
 コーペンエンジニアリング株式会社 新潟分析センター
 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
 ジェイカムアグリ株式会社 富士工場
 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 名古屋工場
北海道肥料株式会社 室蘭工場

【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) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMIC):肥料等試験法
<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2016.pdf>
- 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方法(1999)
- 5) 飯塚幸三監修,計測における不確かさの表現ガイド,日本規格協会(1996)
- 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

2018 年 2 月 1 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