

## 19 加里試験法の性能調査

—テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法—

八木啓二<sup>1</sup>, 矢野愛子<sup>2</sup>, 添田英雄<sup>1</sup>

**キーワード** クライテリア・アプローチ, 加里, テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法, 肥料等試験法

### 1. はじめに

国際的な適合性評価の動きが進む中, 我が国においても ISO/IEC 17025:2005 (JIS Q 17025:2005)<sup>1)</sup>の要求事項を参考にした試験成績の信頼性確保の考え方が重要視されている. ISO/IEC 17025 では, 国際・国家規格等又は妥当性が確認された方法を選定することを要求している. 一方, 品質の評価に用いる分析法を規格, 公定法等で指定するのではなく, 一定の規準(criteria)を満たす分析法ならば, 適用可能としている. この考え方はクライテリア・アプローチ(Criteria Approach)と呼ばれており, 化学物質を客観的に測定する分析法の評価に適用できることがコーデックス委員会において合意されている. 食品を対象としているコーデックス分析法の性能規準に関する数値設定のためのガイドライン<sup>2)</sup>には適用範囲, 真度, 精度, 定量下限等が設定されている.

しかしながら, 肥料の試験法に要求される性能規準は, 食品とは異なるため, 新たに設定する必要がある. 近年, 新たに開発された方法についてはこれらの性能を調査して肥料等試験法<sup>3)</sup>に順次収載している. ただし, 肥料分析法(1992年版)<sup>4)</sup>の記載様式を書き替えた試験法には定量下限等が記載されていないため, それらの性能を調査する必要がある. このことから, 筆者らは肥料等試験法に収載されている試験法のうち, 主要な成分の加里( $K_2O$ )として規定<sup>5, 6)</sup>されている加里全量(T- $K_2O$ ), く溶性加里(C- $K_2O$ )及び水溶性加里(W- $K_2O$ )のテトラフェニルほう酸ナトリウム重量法の精確さ等の性能を調査したので報告する.

### 2. 材料及び方法

#### 1) 試料の調製

流通している肥料原料の中にはカリウムが含まれているおそれがあることから, 試料の調製にあたっては表 1 のとおり出来る限り各肥料原料の主成分に対応する JIS 規格に規定されている試薬特級を用いた. なお, 粒状の試薬は乳鉢を用いて粉碎した. 流通している肥料の配合割合を参考に表 2-1, 表 2-2 及び表 2-3 表のとおり試薬を混合し, 加里( $K_2O$ )として 2%~50%含有する試料を調製した.

#### 2) 装置及び器具

- (1) 電子天びん: (エー・アンド・デイ GR200 最小表示 0.1mg)
- (2) 電気炉: (ADVANTEC KL-600)
- (3) 乾燥器: (ヤマト科学 DKN602)
- (4) ホットプレート: (柴田科学 NP-6)
- (5) るつぼ形ガラスろ過器: (JIS R 3503 に規定するるつぼ形ガラスろ過器 1G4 を乾燥器に入れ, 120 °C

<sup>1</sup> 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

<sup>2</sup> 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 (現)肥飼料安全検査部

±2 °Cで加熱した後、デシケーター中で、放冷し、質量を 0.1 mg のけたまで測定したるつぼ形ガラスろ過器)

(6) 上下転倒式恒温回転振り混ぜ機: (ADVANTEC DGX-226)

(7) 上下転倒式回転振り混ぜ機: (いすゞ製作所)

表1 試料の調製に使用する試薬

使用する試薬		対応する原材料名	
名称	規格	名称又は種類名(材料)	慣用名
硫酸アンモニウム	JIS K8960 特級	硫酸アンモニア	硫安
尿素	JIS K8731 特級	尿素	尿素
りん酸水素二アンモニウム	JIS K9016 特級	りん酸アンモニア	DAP
りん酸一水素カルシウム二水和物	特級	過りん酸石灰	過石
塩化カリウム	JIS K8121 特級	塩化加里	塩加
グルコース	JIS K8824 特級		
硫酸カルシウム二水和物	JIS K8963 特級	組成均一促進材	石膏

表2-1 試験に用いた加里全量試料の配合割合

(質量分率(%))

使用する試薬	真度評価用試料					定量下限確認用試料
	K <sub>2</sub> O-30	K <sub>2</sub> O-25	K <sub>2</sub> O-20	K <sub>2</sub> O-15	K <sub>2</sub> O-10	K <sub>2</sub> O-2
硫酸アンモニウム			10	10	10	10
尿素		20	20	10		5
りん酸水素二アンモニウム	20	15	20	10	25	
りん酸一水素カルシウム二水和物		11		10	20	11
塩化カリウム	47.48	39.57	31.66	23.74	15.83	3.17
グルコース	32.52	14.43	18.34	36.26	29.17	70.83
K <sub>2</sub> O含有量	30	25	20	15	10	2

表2-2 試験に用いたく溶性加里試料の配合割合

(質量分率(%))

使用する試薬	真度評価用試料					定量下限確認用試料
	K <sub>2</sub> O-30	K <sub>2</sub> O-25	K <sub>2</sub> O-20	K <sub>2</sub> O-15	K <sub>2</sub> O-10	K <sub>2</sub> O-2
硫酸アンモニウム	6			14	21	26.83
尿素	11	13	16	14		25
りん酸水素二アンモニウム		14.43	32.34	14.26	22.17	
りん酸一水素カルシウム二水和物	15.52	13		14	21	25
塩化カリウム	47.48	39.57	31.66	23.74	15.83	3.17
硫酸カルシウム二水和物	20	20	20	20	20	20
K <sub>2</sub> O含有量	30	25	20	15	10	2

表2-3 試験に用いた水溶性加里試料の配合割合 (質量分率(%))

使用する試薬	真度評価用試料					定量下限確認用試料
	K <sub>2</sub> O-50	K <sub>2</sub> O-30	K <sub>2</sub> O-20	K <sub>2</sub> O-15	K <sub>2</sub> O-10	K <sub>2</sub> O-2
硫酸アンモニウム			20	15	16.17	9.83
尿素		20	23	23		38
りん酸水素二アンモニウム		15	25.34	20.26	33	
りん酸一水素カルシウム二水和物	20.86	17.52		18	35	49
塩化カリウム	79.14	47.48	31.66	23.74	15.83	3.17
K <sub>2</sub> O含有量	50	30	20	15	10	2

### 3) 試薬の調製

(1) 水：水精製装置(日本ミリポア Elix Advantage 5)を用いて精製した JIS K 0557 に規定する A3 相当の水を使用した。

(2) 塩酸：JIS K 8180 に規定する同等の品質の試薬(和光純薬工業;有害金属測定用)を使用した。

(3) くえん酸溶液(20 mg/mL)：JIS K 8283 に規定するくえん酸一水和物 20 g を水に溶かして 1,000 mL とした。

(4) ホルムアルデヒド液：JIS K 8872 に規定する特級の試薬を使用した。

(5) 水酸化ナトリウム溶液(200 mg/L)：JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 200 g を水に溶かして 1,000 mL とした。

(6) 塩化アルミニウム溶液(12 g/100 mL)：JIS K 8114 に規定する塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物 12 g を水に溶かして 100 mL とした。

(7) テトラフェニルほう酸塩溶液：JIS K 9521 に規定するテトラフェニルほう酸ナトリウム 6.1 g を全量フラスコ 250 mL にとり、水約 200 mL を加えて溶かし、塩化アルミニウム溶液(12 g/100 mL) 10 mL を加え、メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液(200 g/L)で溶液の色が黄色になるまで中和した後、標線まで水を加え、ろ紙 3 種でろ過し、ろ液の全量に水酸化ナトリウム溶液(200 g/L)0.5 mL を加え、使用時にろ紙 3 種でろ過をした。

(8) テトラフェニルほう酸塩洗浄溶液：テトラフェニルほう酸塩溶液 40 mL を水で希釈して 1,000 mL とした。

(9) エチレンジアミン四酢酸塩-水酸化ナトリウム溶液：JIS K 8107 に規定するエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 10 g 及び JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 8 g を水適量に溶かし、放冷後不純物として混在するカリウム量に応じて、テトラフェニルほう酸塩溶液 6 mL～10 mL をかき混ぜながら加え、水を加えて 100 mL とし、ときどき混合しながら約 30 分間放置した後、ろ紙 3 種でろ過をした。

(10) メチルレッド溶液(0.1 g/100 mL)：JIS K 8896 に規定するメチルレッド 0.10 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95) 100 mL に溶かした。

(11) その他の試薬：肥料等試験法<sup>3)</sup>に従った。

### 4) 試験成分及び試験方法

加里全量(T-K<sub>2</sub>O)、く溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)及び水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)の抽出及び測定は表3のとおり肥料等試験法<sup>3)</sup>の各試験方法を用いた。なお、参考のため、各試験法のフローシート(図 1～3)を示した。

表3 試験成分及び試験方法

試験成分	肥料等試験法の項目	試料溶液の調製方法
加里全量(T-K <sub>2</sub> O)	4.3.1.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法 (4.1) 灰化、塩酸煮沸
く溶性加里(C-K <sub>2</sub> O)	4.3.2.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法 (4.1) くえん酸溶液(20 mg/mL)回転振とう(30 °C)
水溶性加里(W-K <sub>2</sub> O)	4.3.3.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法 (4.1.1) 15分間煮沸 純度試験
水溶性加里(W-K <sub>2</sub> O)	4.3.3.b	テトラフェニルほう酸ナトリウム重量法 (4.1.2) 水回転振とう 真度評価試験

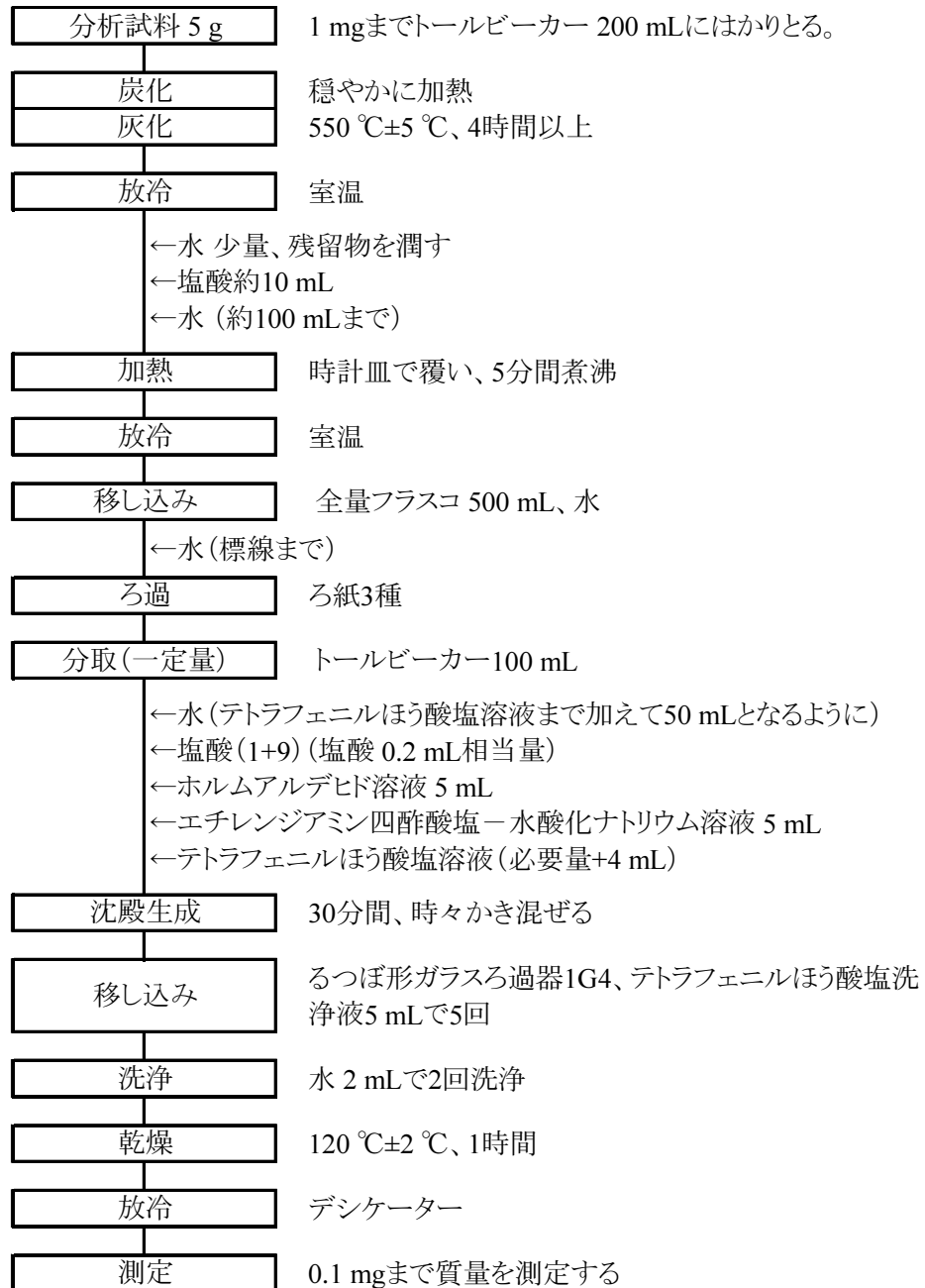


図1 肥料中の加里全量試験法フローシート

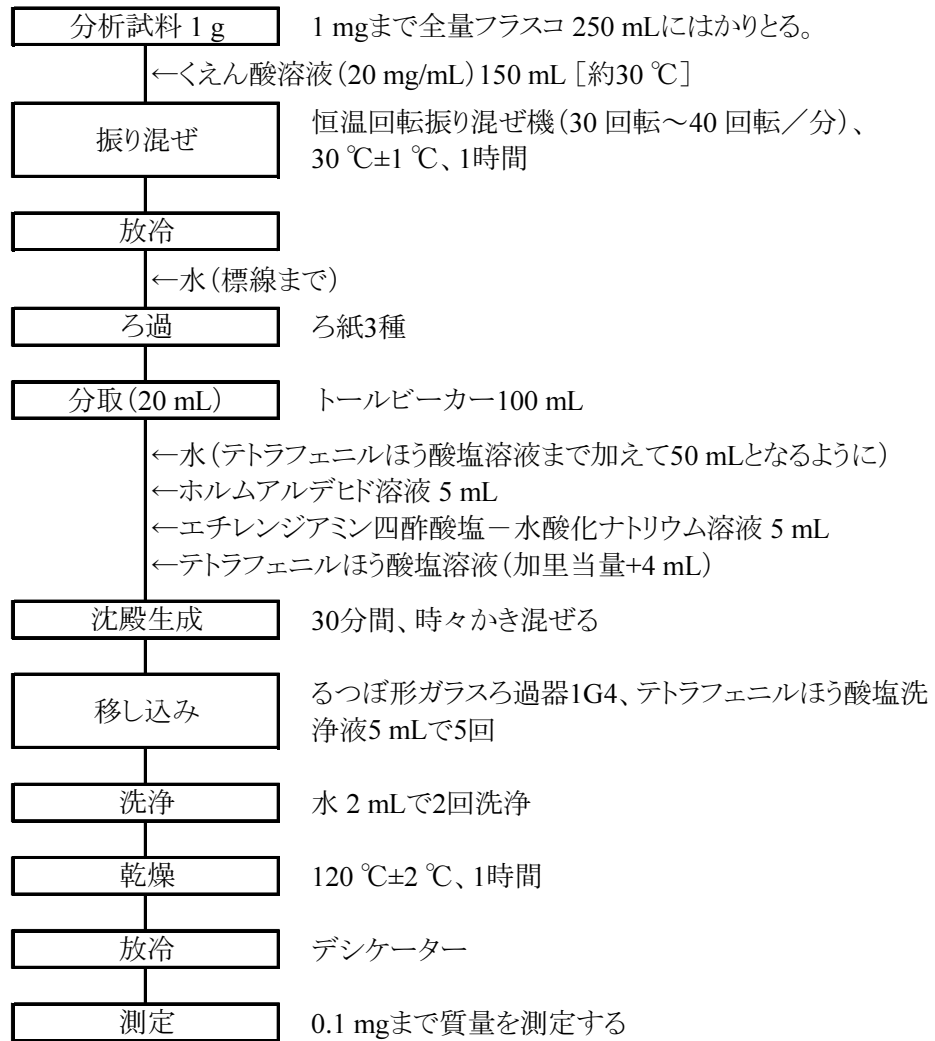


図2 肥料中のく溶性加里試験法フローシート

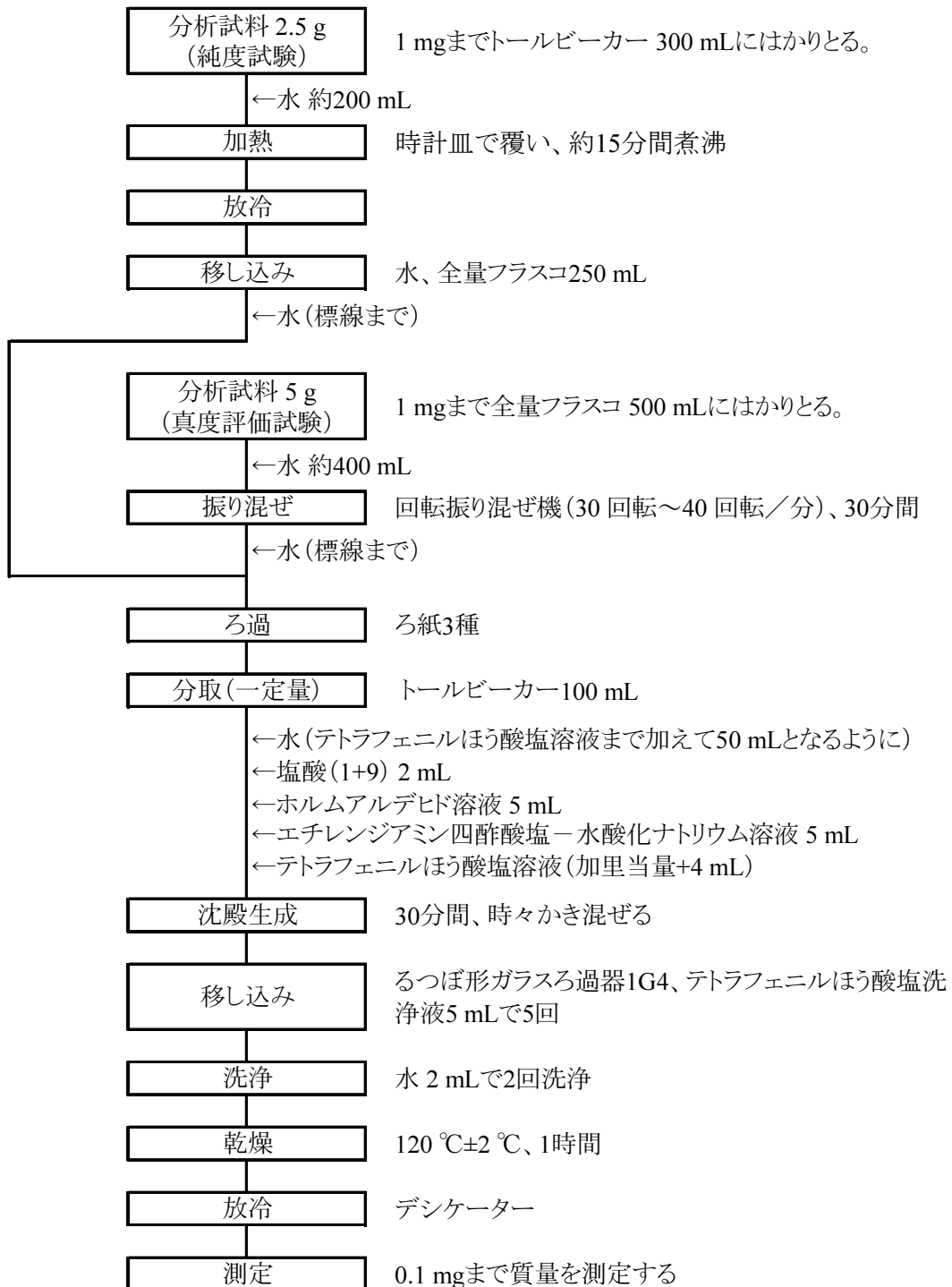


図3 肥料中の水溶性加里試験法フローシート

### 3. 結果及び考察

#### 1) 試料の調製に用いた塩化カリウム中のカリウムの含有量

試料の調製に用いた塩化カリウム中のカリウムの含有量を肥料等試験法(水溶性加里)により 3 点併行で測定した結果を表 4 に示した. 平均値より算出した純度は質量分率 100.2 %と試薬の表示値(min. 99.5 %)を満たしており, その相対標準偏差は 0.2 % と小さかった. このことから, 試料の調製では理論値を用いて配合設計を

行った。

表4 試料の調製に用いた塩化カリウム中のカリウムの測定値

試料	理論値 <sup>1)</sup> (%) <sup>4)</sup>	平均値 <sup>2)</sup> (%) <sup>4)</sup>	標準偏差 (%) <sup>4)</sup>	純度 <sup>3)</sup> (%) <sup>4)</sup>	相対標準偏差 (%)
塩化カリウム	63.18	63.33	0.10	100.2	0.2

- 1) 塩化カリウム中の加里 (K<sub>2</sub>O) 理論値
- 2) 加里全量 (K<sub>2</sub>O) の3点併行試験の平均値
- 3) (平均値/理論値)×100
- 4) 質量分率

## 2) 真度評価結果

真度評価用試料を用いて 3 点併行で加里全量 (T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里 (C-K<sub>2</sub>O) 及び水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O) の試験を実施した成績を表 5 に示した。

肥料取締法<sup>7)</sup>において, 保証成分量(含有する主成分の最小量)を生産業者保証票又は輸入業者保証票(以下,「保証票」という)に記載することを普通肥料(污泥肥料等を除く)の生産又は輸入した業者(以下,「生産業者等」という)に義務づけている。よって, 加里 (K<sub>2</sub>O) の設計値と各試験法の測定値の差について算出した。各加里 (K<sub>2</sub>O) の設計値と測定値との差及びその設計値に対する割合は, 加里全量 (T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里 (C-K<sub>2</sub>O) 及び水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O) の含有量の少ない試料 (K<sub>2</sub>O-15 及び K<sub>2</sub>O-10) では質量分率-0.38 %~0.22 %及び-3.8 %~2.2 %であり, 加里全量 (T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里 (C-K<sub>2</sub>O) の含有量の多い試料 (K<sub>2</sub>O-30, K<sub>2</sub>O-25 及び K<sub>2</sub>O-20) では-0.27 %~0.24 %及び-0.7 %~0.8 %であり, 水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O) の含有量の多い試料 (K<sub>2</sub>O-50, K<sub>2</sub>O-30 及び K<sub>2</sub>O-20) では質量分率-0.14 %~0.40 %及び-0.7 %~0.8 %であった。このことから, これらの試験法は, 普通肥料(指定配合肥料を含む)の加里 (K<sub>2</sub>O) の保証成分量の評価を得るに十分な正確さを有していたことが確認された。

また, 肥料取締法において, 主要な成分の含有量(加里全量 (T-K<sub>2</sub>O))を保証票又は表示に記載することを污泥肥料等又はたい肥等の生産業者等に義務づけている。特殊肥料の品質表示基準<sup>8)</sup>において, 表示値に対する許容誤差(表示値が 3 %以上の場合には表示値の±10 %, 表示値が 3 %未満の場合には±0.3 %)を定めている。よって, 加里全量 (T-K<sub>2</sub>O) の設計値と測定値の差及び回収率について算出した。K<sub>2</sub>O-30, K<sub>2</sub>O-25, K<sub>2</sub>O-20, K<sub>2</sub>O-15 及び K<sub>2</sub>O-10 の回収率は 99.5 %~100.8 %であり, K<sub>2</sub>O-10 の設計値と測定値との差は, 0.07 %であった。このことから, これらの試験法は, 污泥肥料等又はたい肥等の加里全量 (T-K<sub>2</sub>O) の表示値の評価を得るに十分な正確さを有していたことが確認された。

なお, AOAC<sup>9)</sup>における濃度レベルにおける回収率の許容範囲は質量分率 100 %で 98 %~101 %, 質量分率 10 %で 95 %~102 %及び質量分率 1 %で 92 %~105 %であり, 加里全量 (T-K<sub>2</sub>O) のいずれの回収率もこれらの許容範囲内であった。

表5 試料中の加里 (K<sub>2</sub>O) の試験成績 (%)

試験成分	試料	設計値	測定値	設計値との差	差の割合	回収率	標準偏差	相対標準偏差
		A <sup>1)</sup> (%) <sup>2)</sup>	B <sup>3)</sup> (%) <sup>2)</sup>	C <sup>4)</sup> (%) <sup>2)</sup>	D <sup>5)</sup> (%)	E <sup>6)</sup> (%)	F <sup>7)</sup> (%) <sup>2)</sup>	G <sup>8)</sup> (%)
T-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-30	30	30.24	0.24	0.8	100.8	0.16	0.5
	K <sub>2</sub> O-25	25	24.97	-0.03	-0.1	99.9	0.14	0.6
	K <sub>2</sub> O-20	20	19.91	-0.09	-0.5	99.5	0.17	0.9
	K <sub>2</sub> O-15	15	15.09	0.09	0.6	100.6	0.09	0.6
	K <sub>2</sub> O-10	10	10.07	0.07	0.7	100.7	0.03	0.3
C-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-30	30	30.17	0.17	0.6	100.6	0.39	1.3
	K <sub>2</sub> O-25	25	24.86	-0.14	-0.6	99.4	0.11	0.5
	K <sub>2</sub> O-20	20	19.73	-0.27	-1.4	98.6	0.08	0.4
	K <sub>2</sub> O-15	15	14.70	-0.31	-2.0	98.0	0.14	1.0
	K <sub>2</sub> O-10	10	9.62	-0.38	-3.8	96.2	0.23	2.3
W-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-50	50	50.40	0.40	0.8	100.8	0.09	0.2
	K <sub>2</sub> O-30	30	30.06	0.06	0.2	100.2	0.24	0.8
	K <sub>2</sub> O-20	20	19.86	-0.14	-0.7	99.3	0.13	0.7
	K <sub>2</sub> O-15	15	15.06	0.05	0.4	100.4	0.06	0.4
	K <sub>2</sub> O-10	10	10.22	0.22	2.2	102.2	0.13	1.3

1) 試料中の加里 (K<sub>2</sub>O) の含有量 (設計値)

2) 質量分率

3) 3点併行試験の平均値

4) C=B-A

5) D=(C/A)×100

6) E=(B/A)×100

7) 3点併行試験の標準偏差

8) G=(F/B)×100

### 3) 検出下限及び定量下限

定量下限確認用試料を用いて7点併行で加里全量(T-K<sub>2</sub>O)、く溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)及び水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)の試験を実施した結果を表6に示した。なお、定量下限は(標準偏差)×10式、また、検出下限は(標準偏差)×2×t(n-1,0.05)式を用いて算出<sup>10)</sup>したが、AOAC<sup>9)</sup>における濃度レベルにおける回収率の許容範囲は質量分率1%で92%~105%であり、く溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)の回収率が89.5%であったため、定量下限及び検出限界は推定できなかったが、参考として表6に示した。

普通肥料の公定規格<sup>11)</sup>において普通肥料(汚泥肥料等及び家庭園芸用複合肥料を除く)の加里(K<sub>2</sub>O)の含有すべき主成分の最小量並びに肥料取締法施行規則<sup>12)</sup>において指定配合肥料(家庭園芸用肥料を除く)の加里(K<sub>2</sub>O)の保証できる最小量は質量分率1.0%と規定されている。また、下水汚泥肥料等の主要な成分の指定<sup>13)</sup>及び特殊肥料の品質表示基準<sup>8)</sup>において加里全量(T-K<sub>2</sub>O)の含有量が質量分率0.5%未満の場合は「0.5%未満」と記載することができると規定されている。このことから、これらの試験法は、公定規格における普通肥料(汚泥肥料等及び家庭園芸用複合肥料を除く)、指定配合肥料(家庭園芸用肥料を除く)、汚泥肥料等、たい肥等の加里(K<sub>2</sub>O)の含有量の評価を得るに十分な定量範囲を有していないことが確認された。



表6 定量下限確認試験の成績 (質量分率(%))

試験成分	試料	設計値 <sup>1)</sup>	平均値 <sup>2)</sup>	回収率 <sup>3)</sup>	標準偏差	推定定量 下限値 <sup>4)</sup>	推定検出 下限値 <sup>5)</sup>
T-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-2	2	1.936	96.8	0.023	0.23	0.09
C-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-2	2	1.781	89.5	0.058	0.58	0.22
W-K <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O-2	2	1.986	99.3	0.063	0.63	0.25

1) 試料中の加里(K<sub>2</sub>O)の含有量(設計値)

2) 7点併行試験の平均値

3) 回収率=(平均値/設計値)×100

4) 標準偏差×10

5) 標準偏差×2×t(n-1,0.05)

#### 4. まとめ

加里全量(T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)及び水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)のテトラフェニルほう酸ナトリウム重量法の真度及び定量・検出下限を調査したところ, 次の結果を得た。

(1) 加里全量(T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)及び水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)の含有量の少ない試料(K<sub>2</sub>Oとして質量分率15%及び10%)では質量分率-0.38%~0.22%及び-3.8%~2.2%であり, 加里全量(T-K<sub>2</sub>O), <溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)の含有量の多い試料(K<sub>2</sub>Oとして質量分率20%~30%)では質量分率-0.27%~0.24%及び-0.7%~0.8%であり, 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)の含有量の多い試料(K<sub>2</sub>Oとして質量分率20%~50%)では質量分率-0.14%~0.40%及び-0.7%~0.8%であった。

(2) 定量下限確認用試料(K<sub>2</sub>Oとして質量分率2%)を用いて定量下限及び検出下限を確認したところ, 加里全量(T-K<sub>2</sub>O)で質量分率0.23%及び0.09%, であり, 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)で質量分率0.63%及び0.25%程度と推定されたが, <溶性加里(C-K<sub>2</sub>O)の回収率が89.5%であったため, 定量下限及び検出限界は推定できなかった。

(1)及び(2)の成績は, 肥料等試験法に記載された試験法が主要な成分としての加里(K<sub>2</sub>O)の含有量を評価することができる性能は, 加里(K<sub>2</sub>O)が質量分率10%以上含有する肥料について示しており, クライテリア・アプローチにおける試験法の性能規準の資料に適用するには, この条件が必要と考えられた。

#### 文 献

- 1) ISO/IEC 17025 (2005): “General requirements for the competence of testing and calibration laboratories” (JIS Q 17025 :2006, 「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」)
- 2) Codex Alimentarius Commission: “PROCEDURAL MANUAL, Twentieth edition (2011)  
<[ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/ProcManuals/Manual\\_20e.pdf](ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/ProcManuals/Manual_20e.pdf)>
- 3) 農林水産消費安全技術センター(FAMIC): 肥料等試験法 (2012)  
<<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/sub9.html>>
- 4) 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)
- 5) 肥料取締法施行令, 昭和25年6月20日, 政令第198号, 最終改正平成18年3月23日, 政令第51

号 (2006)

- 6) 農林水産省告示:肥料取締法施行令第一条の二の規定に基づき農林水産大臣の指定する有効石灰等を指定する件, 昭和 59 年 3 月 16 日, 農林水産省告示第 695 号, 最終改正平成 11 年 5 月 13 日, 農林水産省告示第 704 号 (1999)
- 7) 肥料取締法:昭和 25 年 5 月 1 日, 法律第 127 号, 最終改正平成 23 年 8 月 30 日, 法律第 105 号 (2011)
- 8) 農林水産省告示:特殊肥料の品質表示基準, 平成 12 年 8 月 31 日, 農林水産省告示第 1163 号, 最終改正平成 17 年 2 月 28 日, 農林水産省告示第 364 号 (2005)
- 9) AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals, AOAC INTERNATIONAL (2002)  
<[http://www.aoac.org/Official\\_Methods/slv\\_guidelines.pdf](http://www.aoac.org/Official_Methods/slv_guidelines.pdf)>
- 10) Codex: “Guideline on Analytical Terminology”, CAC/GL 72-2009 (2009)  
<[www.codexalimentarius.net/download/standards/11357/cxg\\_072e.pdf](http://www.codexalimentarius.net/download/standards/11357/cxg_072e.pdf)>
- 11) 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, 最終改正平成 22 年 4 月 9 日, 農林省告示第 589 号 (2010)
- 12) 農林水産省令:肥料取締法施行規則, 昭和 25 年 6 月 20 日, 農林水産省令第 64 号, 最終改正平成 20 年 2 月 29 日, 農林水産省令第 11 号 (2008)
- 13) 農林水産省告示:肥料取締法第十七条第一項第三号の規定に基づき, 肥料取締法第四条第一項第三号に掲げる普通肥料の保証票にその含有量を記載する主要な成分を定める件, 平成 12 年 1 月 27 日, 農林水産省告示第 96 号, 最終改正平成 13 年 3 月 15 日, 農林水産省告示第 337 号 (2001)

## Verification of Performance Characteristics of Testing Methods for Potassium Content in Fertilizer by Gravimetric Sodium Tetraphenylborate analysis

Keiji YAGI<sup>1</sup>, Aiko YANO<sup>2</sup> and Hideo SOETA<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center

<sup>2</sup> Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fukuoka Regional Center

(Now) Fertilizer and Feed Inspection Department

We verified performance characteristics of testing methods for total potassium (T-K<sub>2</sub>O), citric acid-soluble potassium (C-K<sub>2</sub>O) and water-soluble potassium (W-K<sub>2</sub>O) by gravimetric sodium tetraphenylborate analysis described in Testing Methods for Fertilizers. The accuracy of testing methods for the several form of potassium was assured from 3 replicate determinations of 5 fertilizer samples containing 1 % ~ 50 % potassium (as K<sub>2</sub>O) which were prepared each test. As a result, the mean recoveries ranged from 96.2 % to 102.2 %. On the basis of 10 replicate measurements of each testing method of a solid sample, the limit of quantitative value (LOQ) was estimated at 0.23 % ~ 0.63 %, respectively. Couldn't even estimate the detection limit and determination of minimum recovery rate of at citric acid-soluble potassium (C-K<sub>2</sub>O) by 89.5 %. These results indicated that these methods performance characteristics were available in establishing criteria for a determination method of potassium (Applicable to samples containing K<sub>2</sub>O at least 10 %).

*Key words* criteria approach, potassium, gravimetric sodium tetraphenylborate, Testing Methods for Fertilizers

(Research Report of Fertilizer, **5**, 201~211, 2012)