

## 10 2015年度 肥料認証標準物質の開発

—汚泥発酵肥料 FAMIC-C-12 の再認証—

秋元里乃<sup>1</sup>, 阿部 進<sup>2</sup>, 八木寿治<sup>1</sup>, 長谷川正憲<sup>1</sup>,  
佐久間健太<sup>1</sup>, 白井裕治<sup>1</sup>

キーワード 認証標準物質, 汚泥発酵肥料, 主成分, 有害成分, ISO/IEC Guide 31,  
ISO/IEC Guide 35, 共同試験

### 1. はじめに

独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC) では, 安全な肥料の生産, 流通を確保するために立入検査を実施し, その際に収去した肥料の主成分及び有害成分の分析を実施しているが, これらの分析を行うにあたり試験法の信頼性確保が求められている. 従前より, 肥料生産事業場の品質管理室, 生産事業場等からの分析依頼を受けた分析機関, 肥料検査機関等の試験室では, 試験成績の信頼性維持及び分析技術の向上のため, 管理試料又は肥料認証標準物質<sup>1)</sup>による内部品質管理が日常的に行われ, 更に共通試料を用いた試験室間の共同試験に参加して外部精度管理を実施している. 近年, 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 Q17025:2005)<sup>2)</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. その要求事項において「認証標準物質の定期的な使用」及び「試験所間の比較又は技能試験プログラムへの参加」が推奨されている.

現在, FAMIC においては, 肥料認証標準物質 A (高度化成肥料), 肥料認証標準物質 B (普通化成肥料) 及び肥料認証標準物質 C (汚泥発酵肥料) を調製・販売しており, これらの調製については国際的整合性確保のため ISO Guide 34:2009 (JIS Q 0034:2012)<sup>3)</sup>の「5 技術及び生産に関する要求事項」を参考に調製することとし, ISO Guide 35:2006 (JIS Q 0035:2008)<sup>4)</sup>を参考に解析を行った上で ISO Guide 31:2000 (JIS Q 0031:2002)<sup>5)</sup>を参考に認証書及びラベルを作成し, 肥料等技術検討会肥料認証標準物質調製部会の審議を受け承認を得ているところである. FAMIC-C-12 が 2016 年 6 月に有効期限を迎えるため, 新たな認証標準物質を調製することとなるが, 在庫本数が十分にあり, 認証値設定時 (2012 年 8 月) からの長期安定性試験にも問題がないことが確認されていることから, 同試料を有効活用することとした. しかし, 2012 年の認証値の決定のための解析にあたり, 水銀については室間再現標準偏差が十分小さいのに更に外れ値検定をしていた. また, 鉛については参加試験室数の 2/9 を超える<sup>6)</sup> 試験室を外れ値検定で除外していたため, 水銀及び鉛の不確かさが小さく, 品質管理として使用しにくいとの意見があった.

そのため, この水銀及び鉛について再度共同試験を実施し, その試験成績を解析して再認証し, 内容物が同じであることから肥料認証標準物質の名称を FAMIC-C-12-2 に変更し, 認証値及び拡張不確かさ等の修正を行ったのでその概要を報告する.

### 2. 材料及び方法

<sup>1</sup> 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

<sup>2</sup> 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部 (現) 仙台センター

### 1) FAMIC-C-12

FAMIC-C-12の基材は、新潟県内の18カ所の下水処理場(高分子凝集剤使用が90%，一部ポリ鉄併用及び石灰使用)から発生する下水汚泥(86%)を主原料とし、5カ所の食品工業汚泥(10%)と、動物質原料(廃鶏)とを混合して45日間発酵させた市販の汚泥発酵肥料であり、2012年4月に生産されたものを購入して乾燥、粉碎、瓶詰めした後γ線滅菌したものである。

なお、2012年に均質性を確認していることから、今回は均質性確認試験を省略した。

### 2) 共同試験

再認証を行うため、参加試験室FAMICの6試験室及び分析機関6試験室(計12試験室)において共同試験を実施した。各試験室にFAMIC-C-12(約120g褐色瓶入り)を2本送付し、試験成分毎に3点併行試験を実施日及び配付試料の瓶を変えて2回実施した。水銀及び鉛については有効数字4桁目を四捨五入し、有効数字3桁で報告し、水分については小数第2位を四捨五入して小数第1位までを報告することとした。

なお、共同試験室は農林水産省において平成20年度から平成23年度にかけて行われた「汚泥肥料中の有害物質のサンプリング手法の開発委託事業」に参加した分析機関であり、汚泥肥料の分析に当たり十分な精度管理を行っている下記試験室である。(五十音順)

一般社団法人 新潟県環境衛生中央研究所

一般財団法人 日本食品分析センター

株式会社 那須環境技術センター

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

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

平成理研 株式会社

表1 肥料認証標準物質Cの試験成分及び試験法

試験成分	試験項目番号 <sup>a)</sup>	試験法の概要
水分(H <sub>2</sub> O)	3.1.a	乾燥器による乾燥減量法
	3.1.b	水分計による乾燥減量法
水銀(Hg)	5.1.a	還元気化原子吸光法
鉛(Pb)	5.6.a	フレイム原子吸光法

a) 肥料等試験法(2014)の試験項目番号

### 3) 試験項目及び分析方法

試験項目は水銀及び鉛とした(表1)。また、参考情報として記載するため、水分も試験項目とした。各試験項

目の試験法として肥料等試験法(2014)<sup>7)</sup>を用いた。

### 3. 結果及び考察

#### 1) 共同試験結果

各試験室から報告された共同試験成績を表2に示した。試験成績の外れ値を検出するために、2日間にわたる測定を室内精度としてプールしてコクラン(Cochran)の検定及びグラブズ(Grubbs)の検定を実施した<sup>8)</sup>。なお、コクラン(Cochran)の検定及びグラブズ(Grubbs)の検定により有意水準1%で除外される値はなかった。

試験室 <sup>a)</sup>	水分						質量分率 (%)					
A	12.0	12.0	12.0	11.6	11.5	11.6						
B	10.3	10.8	10.7	11.0	11.1	10.9						
C	9.9	9.7	9.8	9.7	10.1	9.7						
D	11.5	11.4	11.3	11.4	11.3	11.2						
E	12.2	12.1	12.1	12.1	12.2	12.1						
F	11.7	11.8	11.7	11.6	11.7	11.6						
G	12.2	12.3	12.1	11.5	11.4	11.8						
H	12.5	12.6	12.5	12.3	12.5	12.4						
I	11.5	11.5	11.5	11.4	11.4	11.4						
J	11.5	11.4	11.4	12.0	11.9	11.5						
K	11.4	11.4	11.5	11.6	11.6	11.7						
L	12.8	12.3	12.3	12.3	12.4	12.4						

a) 共同試験に参加した試験室の記号(順不同)

試験室 <sup>a)</sup>	水銀						鉛						(mg/kg)
A	0.490	0.508	0.476	0.506	0.493	0.507	37.0	37.2	37.5	37.7	37.9	37.6	
B	0.468	0.471	0.451	0.477	0.479	0.482	34.9	36.4	35.5	35.1	34.7	34.7	
C	0.555	0.526	0.518	0.538	0.530	0.514	34.9	34.9	34.6	35.6	34.9	34.1	
D	0.474	0.467	0.468	0.481	0.486	0.483	34.9	34.9	34.3	35.3	35.2	35.4	
E	0.525	0.505	0.501	0.559	0.536	0.540	34.6	36.0	34.9	35.9	34.3	34.6	
F	0.481	0.468	0.496	0.517	0.484	0.451	35.7	35.4	35.6	35.2	35.1	35.3	
G	0.411	0.451	0.427	0.481	0.466	0.469	37.2	37.1	37.1	37.2	37.7	37.7	
H	0.470	0.483	0.530	0.502	0.490	0.522	36.4	36.4	36.4	36.4	36.4	36.2	
I	0.500	0.505	0.511	0.490	0.482	0.481	35.7	35.4	35.7	36.9	36.2	36.2	
J	0.487	0.524	0.500	0.503	0.528	0.483	34.7	34.7	35.0	35.9	35.5	35.2	
K	0.495	0.502	0.488	0.518	0.483	0.449	35.8	36.1	36.0	35.1	34.9	34.7	
L	0.493	0.486	0.469	0.497	0.500	0.491	36.1	36.0	35.8	37.9	37.7	37.4	

## 2) 共同試験成績の評価

試験成績より算出した平均値, 室内標準偏差 ( $s_w$ : 2日間にわたる測定を室内精度としてプール), 室間再現標準偏差 ( $s_R$ ), 室間再現相対標準偏差 ( $RSD_R$ ) 及び肥料等試験法における室間再現相対標準偏差の目安 ( $CRSD_R$ ) を表3に示した. また, 認証値設定時(2012年8月)の共同試験成績について同様に解析した結果を同表に示した. 2015年に実施した水分, 水銀及び鉛の平均値は2012年の平均値に対して99%~102%であり, これらの成分の変動は認められなかった. 水銀及び鉛の室間再現相対標準偏差はいずれも大きくなったが, 肥料等試験法<sup>7)</sup>における室間再現相対標準偏差の目安 ( $CRSD_R$ ) 以内であった.

表3 共同試験成績の解析結果

試験項目	試験実施年	試験室数 <sup>a)</sup>	平均値 <sup>b)</sup>	$s_w$ <sup>c)</sup>	$s_R$ <sup>d)</sup>	$RSD_R$ <sup>e)</sup>	$CRSD_R$ <sup>f)</sup>
			(%) <sup>g)</sup>	(%) <sup>g)</sup>	(%) <sup>g)</sup>	(%)	(%)
水分 (H <sub>2</sub> O)	2015	12	11.6	0.20	0.74	6.4	3
	2012	11	11.7	0.17	0.81	6.9	3
			(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(%)	(%)
水銀 (Hg)	2015	12	0.492	0.02	0.03	5.5	22
	2012	11	0.481	0.02	0.02	5.0	22
鉛 (Pb)	2015	12	35.8	0.53	1.06	3.0	11
	2012	8	35.4	0.68	0.88	2.5	11

a) 解析に用いた試験室数

b) 平均値 ( $n$ =試験室数×併行分析回数(3))

c) 室内標準偏差

d) 室間再現標準偏差

e) 室間再現相対標準偏差

f) 肥料等試験法における室間再現相対標準偏差の目安

g) 質量分率 (%)

## 3) 認証値及び不確かさ

ISO Guide 31:2000 (JIS Q 0031:2002)<sup>5)</sup>において肥料認証標準物質の認証書の必須内容として要求されている認証値及び拡張不確かさを表4-1及び4-2に示した. また, ISO Guide 33:2000 (JIS Q 0033:2002)<sup>9)</sup>において肥料認証標準物質の使用にあたり必要となる参考データ(共同試験における室内標準偏差, 室間再現標準偏差及び解析に用いた試験室数)を同表に示した. 同様に, FAMIC-C-12の認証書に記載されている認証値, 拡張不確かさ及び参考データを同表に示した.

### (1) 拡張不確かさの算出方法

共同試験の総平均値の標準不確かさ  $u$  は ISO/TS 21748:2004 (JIS Z 8404-1:2006)<sup>10)</sup> に従い, 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 ( $p = 11 \sim 15$ ) 及び各試験室での繰返し試験数 ( $n = 6$ ) から, (a)式により求めた. 平均値の不確かさは, 拡張不確かさとし, 標準不確かさ ( $u$ ) を有効数字1桁に丸めた後, 包含係数 ( $k$ ) を乗じて求め ((b)式), 肥料等試験法における定量下限の桁に丸めた. 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. なお, 2日間にわたる測定をプールせずに解析したところ, 平均値及び拡張不確かさは同じ値となることを確認した.

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

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

$s_R$ : 室間再現標準偏差

$s_W$ : 室内標準偏差

$n$ : 共同試験の室内繰返し試験数( $n = 6$ )

$p$ : 共同試験の試験室数

$k$ : 包含係数( $k = 2$ )

## (2) 認証値等の決定方法

水銀及び鉛について、FAMIC-C-12-2 の認証値は共同試験の平均値を拡張不確かさの桁数に丸めて<sup>11)</sup>表示した。参考データの室内標準偏差( $s_W$ )及び室間再現標準偏差( $s_R$ )も同様に拡張不確かさの桁数に丸めて表示した。よって、FAMIC-C-12-2 のこれらの桁数はFAMIC-C-12 の桁数と異なることとなった。水分については肥料等試験法における室間再現相対標準偏差の目安( $CRSD_R$ )以内でないことから認証せずに参考情報として提供することとした。

表 4-1 認証書に記載を要する項目

試験成分	標準物質の 名称 <sup>a)</sup>	表示する項目		参考データ		
		参考値 (%) <sup>f)</sup>	拡張不確かさ <sup>b)</sup> (%) <sup>f)</sup>	$s_W$ <sup>c)</sup> (%) <sup>f)</sup>	$s_R$ <sup>d)</sup> (%) <sup>f)</sup>	試験室数 <sup>e)</sup>
水分(H <sub>2</sub> O) <sup>g)</sup>	FAMIC-C-12-2	11.6	0.4	0.2	0.7	12
	FAMIC-C-12	11.7	0.5	0.17	0.81	11

a) 認証書に記載した認証標準物質

b) 包含係数( $k=2$ )

c) 室内標準偏差

d) 室間再現標準偏差

e) 解析に用いた試験室数

f) 質量分率

g) 参考情報として提供

表 4-2 認証書に記載を要する項目

試験成分	標準物質の 名称 <sup>a)</sup>	認証する項目		参考データ		
		認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ <sup>b)</sup> (mg/kg)	$s_W$ <sup>c)</sup> (mg/kg)	$s_R$ <sup>d)</sup> (mg/kg)	試験室数 <sup>e)</sup>
水銀(Hg)	FAMIC-C-12-2	0.49	0.01	0.02	0.03	12
	FAMIC-C-12	0.481	0.009	0.02	0.02	11
鉛(Pb)	FAMIC-C-12-2	36	1	0.5	1	12
	FAMIC-C-12	35.4	0.4	0.68	0.88	8

脚注は表4-1を参照

#### 4) 警戒限界及び処置限界の比較

ISO/IEC 17025:2005 (JIS Q 17025:2005)<sup>2)</sup>では、認証標準物質を用いて試験所の日常の内部品質管理又は試験所が開発した試験方法の妥当性確認を実施することが推奨されており、認証標準物質を用いた試験成績の真度評価の一例として、当センターにおいて採用している内部品質管理方法を「本認証標準物質の使い方」として紹介している。

今回の再共同試験成績により求められた妥当性確認の基準と、現在示している基準とを比較し、表5に示した。結果、下方警戒限界(LWL)及び下方処置限界(LAL)はほぼ同じとなり、幾分か上方警戒限界(UWL)及び上方処置限界(UAL)が高くなった。これにより、今回の再共同試験参加試験室の水銀及び鉛の平均値はすべて警戒限界の範囲内となった。

##### (1) 警戒限界(WL)及び処置限界(AL)の算出方法

内部品質管理のために実施した併行試験の繰返し数( $n$ )、認証値( $\mu$ )、共同試験の結果より得られた室内標準偏差( $s_W$ )及び室間再現標準偏差( $s_R$ )を用いて(a)式、(b)式及び(c)式により、技能評価のための標準偏差、警戒限界及び処置限界を求めた<sup>12)</sup>。

品質管理成績が処置限界の範囲を超えた場合は、その一連の試験を不適合とし、再試験を実施することが望まれる。2回連続してその品質管理成績が警戒限界(WL)の範囲を超えた場合は、2回目の試験を不適合とし、再試験を実施することが望まれる<sup>9)</sup>。

$$\text{技能評価のための標準偏差}(\sigma) = \sqrt{(s_R^2 - s_W^2) + \frac{s_W^2}{n}} \quad \dots (a)$$

$$\text{平均値に対する警戒限界(WL)} = \mu \pm 2 \times \sigma \quad \dots (b)$$

$$\text{平均値に対する処置限界(AL)} = \mu \pm 3 \times \sigma \quad \dots (c)$$

表5 肥料認証標準物質を用いた内部品質管理の試験成績の管理限界(例)<sup>a)</sup>

項目	標準物質の 名称 <sup>b)</sup>	単位	認証値又は 参考値 <sup>c)</sup>	LAL <sup>d)</sup>	LWL <sup>d)</sup>	UWL <sup>d)</sup>	UAL <sup>d)</sup>
水銀(Hg)	FAMIC-C-12-2	(mg/kg)	0.49	0.42	0.44	0.54	0.56
	FAMIC-C-12	(mg/kg)	0.481	0.423	0.442	0.519	0.539
鉛(Pb)	FAMIC-C-12-2	(mg/kg)	36	33	34	38	39
	FAMIC-C-12	(mg/kg)	35.4	33.2	34.0	36.9	37.6
水分 <sup>e)</sup>	FAMIC-C-12-2	(%) <sup>e)</sup>	11.6	9.4	10.2	13.0	13.8
	FAMIC-C-12	(%) <sup>e)</sup>	11.7	9.3	10.1	13.3	14.1

a) 内部品質管理試験として2点併行試験を実施して得られた平均値の管理限界

b) 対象となる認証標準物質

c) 水分の平均値は参考情報として提供

d) LAL: 下方処置限界, LWL: 下方警戒限界, UWL: 上方警戒限界, UAL: 上方処置限界

e) 質量分率

### 5) 認証標準物質の有効期限

現在販売している FAMILC-C-12(汚泥発酵肥料)において、初期認証のための試験日から現在までの約3年の安定性は FAMILC 神戸センターにおいて長期安定性確認試験の実施により確認されている。また、FAMILC-C-09(汚泥発酵肥料)についてはその安定性を約4年半確認した<sup>13)</sup>。このことから、本認証標準物質候補の有効期限を4年半後の2020年6月に設定することとした。

なお、今後も継続的に安定性試験を実施し、安定性に問題があった成分については、認証値から参考値に落とすなどの処置を行うこととする。

### 6) 認証書の作成等

JIS Q 0031の要求事項を参考にして認証書を作成した。なお、肥料取締法の告示改正により、公定法が肥料分析法から肥料等試験法へと変更になることに伴い、認証書の内容に多くの変更が生じるが、内容物が同じであることから肥料認証標準物質の名称を FAMILC-C-12-2 に変更し、認証値及び拡張不確かさ等の修正をおこない、改訂履歴を示すこととする。また、本認証標準物質の使い方を参考資料として別冊とした。

## 4. まとめ

2015年度は肥料認証標準物質(汚泥発酵肥料)FAMILC-C-12の在庫試料を有効活用すべく、その認証値の再認証のための共同試験を行い、ISO Guide 35:2006(JIS Q 0035:2008)<sup>4)</sup>を参考に解析し、ISO Guide 31:2000(JIS Q 0031:2002)<sup>5)</sup>の要求事項に基づいて認証書及びラベルを作成した。これらのことについて、肥料等技術検討会肥料認証標準物質調製部会(平成27年12月25日開催)の審議を受け承認されたため、2016年4月より肥料認証標準物質 FAMILC-C-12-2として販売を開始した。

試験成績の信頼性維持が求められる中、標準物質を使用した内部品質管理が重要視されている。しかし、肥料の標準物質は、国内には他に作製している例はなく、国外で利用されている肥料標準物質は我が国の特有の肥料成分及びその試験方法が網羅されていない<sup>14)</sup>。このことから、当センターが作成する肥料の標準物質が肥料分析の信頼性確保に貢献するところは大きいものと期待される。

## 謝 辞

肥料認証標準物質の再認証にあたり、国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所 安井明美博士及び内藤成弘博士、公益財団法人日本肥糧検定協会今川俊明博士、並びに全国農業協同組合連合会日高秀俊博士には、ご指導いただき感謝いたします。また、共同試験にご協力いただいた一般社団法人新潟県環境衛生中央研究所、一般財団法人日本食品分析センター、株式会社那須環境技術センター、公益財団法人日本肥糧検定協会関西支部及び本部、並びに平成理研株式会社の各位に謝意を表します。

## 文 献

- 1) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMILC):肥料認証標準物質の配布申請手続き  
<<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/sub6.html>>

- 2) ISO/IEC 17025 (2005): “General requirements for the competence of testing and calibration laboratories” (JIS Q 17025: 2005, 「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」)
- 3) ISO Guide 34 (2009): “General requirements for the competence of reference material producers” (JIS Q 0034: 2012, 「標準物質生産者の能力に関する一般要求事項」)
- 4) ISO Guide 35 (2006): “Reference materials—General and statistical principles for certification” (JIS Q 0035: 2008, 「標準物質—認証のための一般的及び統計学的な原則」)
- 5) ISO Guide 31 (2000): “Reference materials—Contents of certificates and labels” (JIS Q 0031: 2002, 「標準物質—認証書及びラベルの内容」)
- 6) Horwitz, W. , Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Collaborative Studies, Pure & Appl. Chem., **60** (6), 855-864 (1988)
- 7) 農林水産消費安全技術センター(FAMIC): 肥料等試験法(2014)  
<[http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho\\_2014.pdf](http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2014.pdf)>
- 8) ISO 5725-2 (1994): “Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method” (JIS Z 8402-2:1999, 「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」)
- 9) ISO Guide 33 (2000): “Uses of certified reference materials” (JIS Q 0033 : 2002, 「認証標準物質の使い方」)
- 10) ISO/TS 21748 (2004): “Measurement uncertainty-Part 1: Guidance for the use of repeatability reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation” (JIS Z 8404-1 :2006, 「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」)
- 11) ISO 31-0 (1992): “Quantities and units—Part 0: General principles, Annex B (Informative) Guide to the rounding of numbers” (JIS Z 8401 : 1999, 「数値の丸め方」)
- 12) ISO 5725-6 (1994): “Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 6: Use in practice of accuracy values” (JIS Z 8402-6: 1999, 「測定方法及び測定結果の精確さ(真度及び精度)—第6部: 精確さに関する値の実用的な使い方」)
- 13) 廣井利明, 秋元里乃, 八木寿治, 坂東悦子, 惠智正宏, 山西正将, 白井裕治, 柴田政人: 2011年度 肥料認証標準物質の開発 ―高度化成肥料 FAMIC-A-10, 普通化成肥料 FAMIC-B-10 及び汚泥発酵肥料 FAMIC-C-09 の長期安定性試験―, 肥料研究報告, **5**, 90~100 (2012)
- 14) 久保田正明 編著, 化学分析・試験に役立つ標準物質活用ガイド, p.215~223, 丸善, 東京(2009)



## **Re-authentication of Certified Reference Material (CRM) for Determination of Major Components and Harmful Elements: Composted Sludge Fertilizer (FAMIC-C-12-2)**

Satono AKIMOTO<sup>1</sup>, Shin ABE<sup>2</sup>, Toshiharu YAGI<sup>1</sup>, Masanori HASEGAWA<sup>1</sup>,  
Kenta SAKUMA<sup>1</sup> and Yuji SHIRAI<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department

<sup>2</sup> Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department  
(Now) Sendai Regional Center

Food and Agricultural Materials Inspection Center (FAMIC) has developed a certified reference material (CRM). Composted sludge fertilizer (FAMIC-C-12) was created in 2012. Since it was found that the uncertainty about the mercury and the lead of the certified reference material had been estimated too small, it was decided to re-authenticate conducting joint test again for these. A collaborative study carried out in 12 laboratories, and re-certification for mercury and lead FAMIC-C-12 from the analysis and the results. It changed its name to FAMIC-C-12-2. At that time, also adds a change for rounding such as numeric, was revised a certificate. The CRMs were expected to be useful for the quality assurance and the quality control in the analysis of major components and harmful elements in ordinary compound fertilizer.

*Key words* certified reference material (CRM), composted sludge fertilizer, major component, harmful elements, ISO Guide 31, ISO Guide 35, collaborative study

(Research Report of Fertilizer, **9**, 136-144, 2016)