

肥料認証標準物質 C
汚泥発酵肥料

FAMIC-C-21

No. +++

認証書(見本)

本標準物質は、普通肥料の公定規格¹⁾に規定されている汚泥肥料を粉砕して均質化した物質である。汚泥肥料又は類似した肥料中の主成分、有機炭素及び有害成分の定量において、表 2 に記載した肥料等試験法²⁾により実施した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る。表示桁数は肥料等試験法における定量下限の桁までとした。

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) 燃焼法	4.11	0.02
窒素全量(T-N) ケルダール法	3.8	0.1
りん酸全量(T-P ₂ O ₅)	5.29	0.04
加里全量(T-K ₂ O)	0.53	0.02
石灰全量(T-CaO)	4.16	0.08
有機炭素(O-C)	27.0	0.20

成分	含有量 (μ) (mg/kg)	拡張不確かさ ($U_{95\%}$) (mg/kg)
銅全量(T-Cu)	447	8
亜鉛全量(T-Zn)	1340	14
砒素(As)	7.3	0.6
カドミウム(Cd)	2.0	0.1
水銀(Hg)	0.61	0.02
ニッケル(Ni)	27	2
クロム(Cr)	31	2
鉛(Pb)	23	1

【分析法】

分析は肥料等試験法により行った。各成分の分析法を表2に示す。

表2 分析法

成分	肥料等試験法記号	1回の分析に用いる 最小試料量(g)
窒素全量 (T-N)	4.1.1.b 燃焼法	0.05 ~0.5
	4.1.1.a ケルダール法	2.5
りん酸全量 (T-P ₂ O ₅)	4.2.1.a バナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法	2.5~5
加里全量 (T-K ₂ O)	4.3.1.a フレーム原子吸光法又はフレーム光度法	5
石灰全量 (T-CaO)	4.5.1.a フレーム原子吸光法	5
有機炭素 (O-C)	4.11.1.a ニクロム酸酸化法	0.05
	4.11.1.b 燃焼法	0.05
銅全量 (T-Cu)	4.10.1.a フレーム原子吸光法	5
	4.10.1.b ICP発光分光分析法	5
亜鉛全量 (T-Zn)	4.9.1.a フレーム原子吸光法	5
	4.9.1.b ICP発光分光分析法	5
砒素(As)	5.2.a 水素化物発生原子吸光法	1~2
	5.2.b ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法	1~2
カドミウム(Cd)	5.3.a フレーム原子吸光法	5
	5.3.b ICP発光分光分析法	5
水銀(Hg)	5.1.a 還元気化原子吸光法	1
ニッケル(Ni)	5.4.a フレーム原子吸光法	5
	5.4.b ICP発光分光分析法	5
クロム(Cr)	5.5.a フレーム原子吸光法	5
	5.5.d ICP発光分光分析法	5
鉛(Pb)	5.6.a フレーム原子吸光法	5
	5.6.b ICP発光分光分析法	5
(参考) 水分	3.1.a 乾燥器による乾燥減量法*	5
	3.1.b 水分計による乾燥減量法**	5

*100 °C±2 °C, 5時間

**100 °Cにて恒量になるまで乾燥(質量減少量1 mg/90秒又は140秒)

上記の成分の分析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。

肥料等試験法 http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikhenho_2021.pdf

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値の決定のため、14 試験室による共同試験を2021年11月に実施し³⁾ 4)、

共同試験の定量値の平均値を認証値とした。平均値の算出に当たり、片側有意水準 1 % の Cochran の検定及び両側有意水準 1 % の 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、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。また、共同試験は肥料等試験法に従い、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又は JIS に準ずる試薬を用いた。ただし、窒素全量(T-N)における 4.1.1.b 燃焼法及び有機炭素(O-C)における 4.11.1.b 燃焼法については、肥料等試験法に定めがないため、この限りではない。

【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)を 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までに丸めた。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),6)}。

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

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

【認証日付】 2022 年 2 月 25 日

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記の保存条件のもとで 2026 年 6 月末までとし、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 150 g 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法により定量し、10 試料各繰返し 2 回の一元配置による分散分析を実施した⁷⁾。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 0.2 %～5.9 %であった。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、20 °C±10 °C で保管し、直射日光及び高温、多湿を避け、冷蔵保存はしないこと。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。

均質性の観点から 1 回の分析に使用する最小量は、表 2 に記載された量とする。

また、本標準物質を用いて生育した植物体は食用に供しないこと。

【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。

開封の際は蓋の縁で手を切る等の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、し尿汚泥、工業汚泥、下水汚泥及び動植物原料(食品残渣)を混合し 45～60 日間発酵させ生産された市販の汚泥肥料を基材とした。汚泥肥料約 100 kg を定温乾燥機により 65 °C で 5 時間以上乾燥した後、超遠心粉碎機で、目開き 500 μm のふるいを通すまで粉碎し、均質化した後、約 150 g を褐色ガラス瓶に小分けし密封した。その後、成分の長期安定性を高めるための防かび対策として、ガンマ線照射殺菌を行った。

【参考情報】

本標準物質の認証値はすべて有姿当たりの数値である。水分は乾燥器による加熱減量法(肥料等試験法 3.1.a)及び水分計による乾燥減量法(肥料等試験法 3.1.b)で試験を実施しており、方法別の水分量を参考に表 3 に示す。また、乾燥器による乾燥減量法の水分量を用いて求めた認証値の乾物換算値、認証値の決定のために実施した共同試験結果から算出した室間再現標準偏差、室内標準偏差及び有効データ数を参考として表 4 に示す。

なお、窒素全量については共同試験結果においてケルダール法と燃焼法の 2 方法間に平均値の差が見られた。この差は試料中に硝酸性窒素が質量分率 0.36 % (試験室数=1、n=3、フェノール硫酸法(肥料等試験法 4.1.3.c))含まれている(表 5)ためであることから、本認証標準物質においては分析法毎に認証値を設定(表 1)したので、本標準物質使用時に注意すること。

表 3 水分の方法別による室間再現標準偏差及び室内標準偏差

成分	試験室数 $(p(q))^*$	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(%)
水分(H ₂ O)乾燥器	8 (1)	12.0	0.5	0.2
水分(H ₂ O)水分計	6 (0)	13.2	0.2	0.2

* p : 有効な試験室数 q : 棄却された試験室数

表4 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(乾燥器による乾燥減量法)

成分	試験室数 (p (q))*	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) 燃焼法	9 (1)	4.11	0.02	0.02	4.67
窒素全量(T-N) ケルダール法	9 (0)	3.8	0.17	0.09	4.32
りん酸全量(T-P ₂ O ₅)	12 (1)	5.29	0.07	0.04	6.01
加里全量(T-K ₂ O)	12 (0)	0.53	0.03	0.01	0.60
石灰全量(T-CaO)	9 (3)	4.16	0.12	0.07	4.7
有機炭素(O-C)	10 (1)	27.0	0.4	0.2	30.7
成分	データ数 (p (q))*	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)
銅全量(T-Cu)	11 (2)	447	16	9	508
亜鉛全量(T-Zn)	10 (3)	1340	35	31	1522
ヒ素(As)	11 (0)	7.3	1.1	0.3	8.3
カドミウム(Cd)	11 (2)	2.0	0.06	0.04	2.2
水銀(Hg)	12 (1)	0.61	0.05	0.03	0.70
ニッケル(Ni)	13 (0)	27	3	1	31
クロム(Cr)	13 (0)	31	3	1	35
鉛(Pb)	11 (2)	23	1	0.4	26

* p:有効な試験室数 q:棄却された試験室数

表5 本認証標準物質中の硝酸性窒素

成分	参考値(μ) ^{a)} 質量分率(%)	標準偏差(s) 質量分率(%)
硝酸性窒素(N-N) ^{c)}	0.36	0.002

a) n=3

b) 肥料等試験法4.1.3.c フェノール硫酸法

【共同試験参加試験室(五十音順)】

一般財団法人 日本食品分析センター
 株式会社環境研究センター
 株式会社住化分析センター
 株式会社那須環境技術センター
 株式会社北陸環境科学研究所
 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
 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
 長崎県農林技術開発センター

【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。

ホームページ上掲載箇所の URL : <http://www.famic.go.jp/ffis/fert/sub6.html>

【参考規格及び文献】

- 1) 農林水産省告示:肥料の品質の確保等に関する法律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、最終改正令和 3 年 6 月 14 日、農林水産省告示第 1010 号(2021)
- 2) 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/shikenho_2021.pdf>
- 3) JIS Q 0035,標準物質の認証—一般的及び統計学的原則(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) 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) 日本分析化学会監訳、「分析値の不確かさ-求め方と評価」日本分析化学会(2013)
- 7) 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 木内 岳志