

## 2 液状肥料中の水溶性成分の簡易抽出方法

川口伸司<sup>1</sup>

**キーワード** 液状肥料, 水溶性主成分, 効果発現促進材

### 1. はじめに

近年, 肥料等試験法<sup>1)</sup>に記述されている上下転倒式回転振り混ぜ機による抽出方法は肥料以外の分析法には用いられてはいないこと, 更に恒温式上下転倒式回転振り混ぜ機は特注品であることから, これらを用いない抽出方法の確立について要望が寄せられている。

肥料等試験法<sup>1)</sup>に掲載されている水溶性りん酸(W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O), 水溶性マンガン(W-MnO), 水溶性亜鉛(W-Zn), 水溶性銅(W-Cu), 水溶性鉄(W-Fe)及び水溶性モリブデン(W-Mo)の抽出方法について上下転倒式回転振り混ぜ機を用いない方法について検討した。

今回は, 液状肥料中の水溶性りん酸(W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O), 水溶性マンガン(W-MnO), 水溶性亜鉛(W-Zn), 水溶性銅(W-Cu), 水溶性鉄(W-Fe)及び水溶性モリブデン(W-Mo)を対象として手で振り混ぜる簡易抽出方法の適用を検討したので, その概要を報告する。

### 2. 材料及び方法

#### 1) 分析用試料

分析用試料として, 流通している液状複合肥料、家庭園芸用複合肥料(液状肥料)及び液体微量元素複合肥料を用いた。

#### 2) 試薬

- (1) 水: JIS K 0557 に規定する A3 相当の水を使用した。
- (2) 塩酸: JIS K 8180 に規定する試薬。
- (3) 硝酸: JIS K 8541 に規定する試薬。
- (4) 硫酸: JIS K 8951 に規定する試薬。
- (5) 過塩素酸: JIS K 8223 に規定する試薬。
- (6) アンモニア水: JIS K 8085 に規定する試薬。
- (7) フェノールフタレイン溶液: JIS K 8799 に規定するフェノールフタレイン 1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール(95) 100 mL に溶かした。
- (8) 硫酸鉄(Ⅲ)溶液: JIS K 8981 に規定する硫酸鉄(Ⅲ) 5 g を硫酸(1+1) 約 10 mL 及び適量の水に溶かし, 更に水を加えて 100 mL とした。
- (9) チオシアン酸ナトリウム溶液: JIS K 9002 に規定するチオシアン酸ナトリウム 50 g を水に溶かして 500 mL とした。
- (10) 塩化すず(Ⅱ)溶液: JIS K 8136 に規定する塩化すず(Ⅱ) 二水和物 50 g を塩酸(1+1) 200 mL に加温

<sup>1</sup> 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

して溶かしたのち、水を加えて 500 mL とした。

(11) リン酸標準液( $P_2O_5$  10 mg/mL): JIS K 9007 に規定するリン酸二水素カリウムを  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、19.17 g をひょう量皿にはかりとった。少量の水で溶かし、全量フラスコ 1000 mL に移し入れ、硝酸 2 mL~3 mL を加え、標線まで水を加えた。

(12) リン酸標準液( $P_2O_5$  0.5 mg/mL): リン酸標準液( $P_2O_5$  10 mg/mL) 50 mL を全量フラスコ 1000 mL にとり、硝酸 2 mL~3 mL を加え、標線まで水を加えた。

(13) カリウム標準液( $K_2O$  1mg/mL): カリウム標準液(K: 1000 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(14) マンガン標準液(MnO 1 mg/mL): マンガン標準液(Mn: 100 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(15) 亜鉛標準液(Zn 0.1 mg/mL): 亜鉛標準液(Zn: 100 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(16) 銅標準液(Cu 0.1 mg/mL): 銅標準液(Cu: 100 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(17) 鉄標準液(Fe 0.1 mg/mL): 鉄標準液(Fe: 100 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(18) モリブデン標準液(Mo 1 mg/mL): モリブデン標準液(Mo: 1000 mg/L) (関東化学;JCSS)を使用した。

(19) モリブデン標準液(Mo 0.01 mg/mL): モリブデン標準液(Mo 1 mg/mL)の一定量の水で正確に 100 倍に希釈した。

(20) 発色試薬溶液: JIS K 8747 に規定するバナジン(V)酸アンモニウム 1.12 g を水に溶かし、硝酸 250 mL を加えた後、JIS K 8905 に規定する七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 27 g を水に溶かして加え、更に水を加えて 1000 mL とした。

(21) 干渉抑制剤溶液 1: JIS K 8617 に規定する炭酸カルシウム 12.5 g をビーカー 2000 mL にはかりとり、少量の水を加え、塩酸 105 mL を徐々に加え、少時加熱し、放冷後、水を加えて 1000 mL とした。水溶性加里(W- $K_2O$ )の分析に用いた。

(22) 干渉抑制剤溶液 2: JIS K 8132 に規定する塩化ストロンチウム六水和物 152.1 g をビーカー 2000 mL にはかりとり、少量の水を加えた後、塩酸 420 mL を徐々に加えて溶かし、更に水を加えて 1000 mL とした。水溶性マンガン(W-MnO)の分析に用いた。

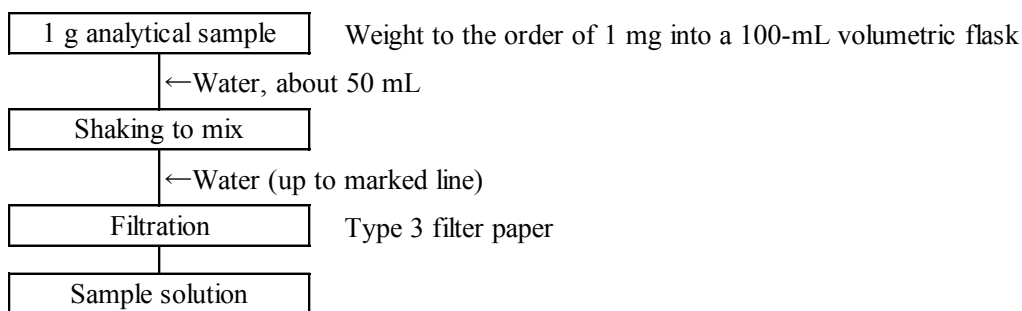
### 3) 器具及び装置

- (1) 電子天びん: sartorius CPA423S
- (2) 上下転倒式恒温回転振り混ぜ機: 三喜製作所 RS-12
- (3) ホットプレート: 柴田科学 NP-6
- (4) 分光光度計: 島津製作所 UVmini-1240
- (5) 原子吸光分析装置: 日立ハイテクノロジーズ Z-2310

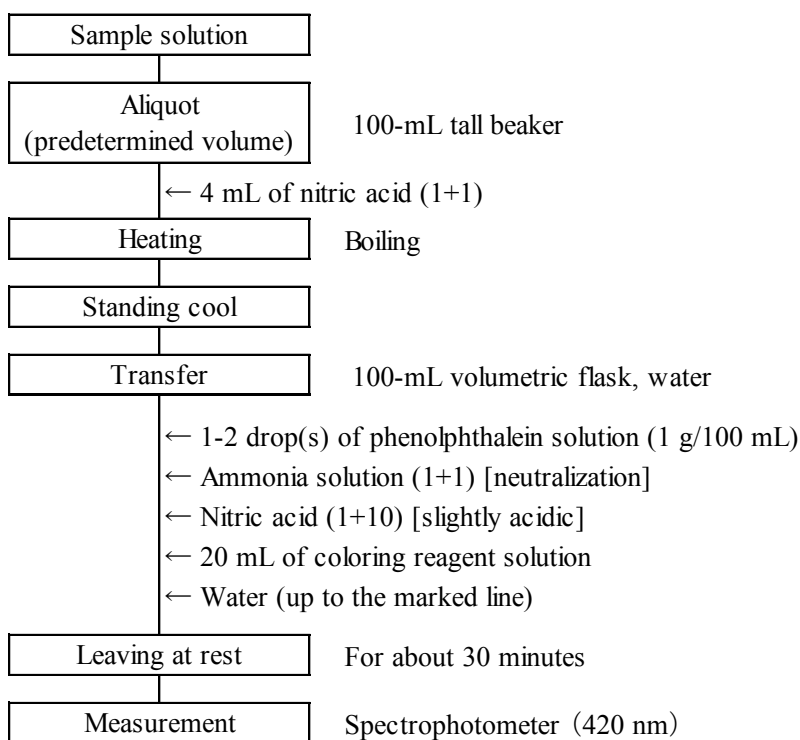
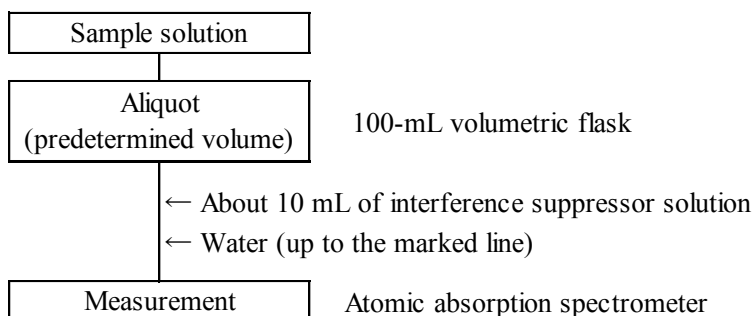
### 4) 分析方法

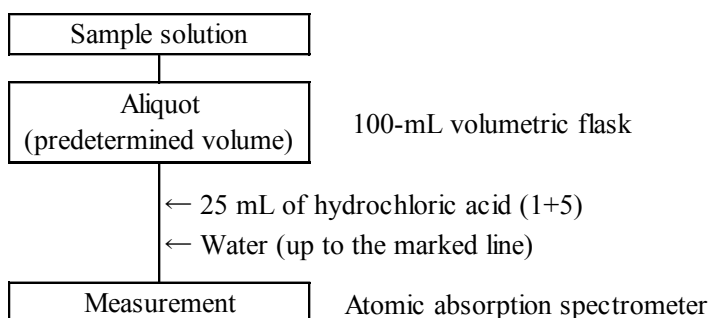
試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、全量フラスコ 100 mL に入れ、水約 50 mL を加えて振り混ぜた後水で定容し、ろ紙 3 種でろ過して試料溶液とした(Scheme 1)。この試料溶液について、水溶性りん酸(W- $P_2O_5$ )はバナドモリブデン酸アンモニウム吸光光度法(Scheme 2)、水溶性加里(W- $K_2O$ )、水溶性マンガン(W-MnO)、水溶性亜鉛(W-Zn)、水溶性銅(W-Cu)及び水溶性鉄(W-Fe)はフレイム原子吸光法、水溶性モリブデン(W-Mo)はチオシアン酸ナトリウム吸光光度法の手順でそれぞれ測定した(Scheme 3~5)。

なお、方法間比較による真度の評価に使用した従来の上下転倒式恒温回転振り混ぜ機を用いた抽出手順を Scheme 6 に示した。

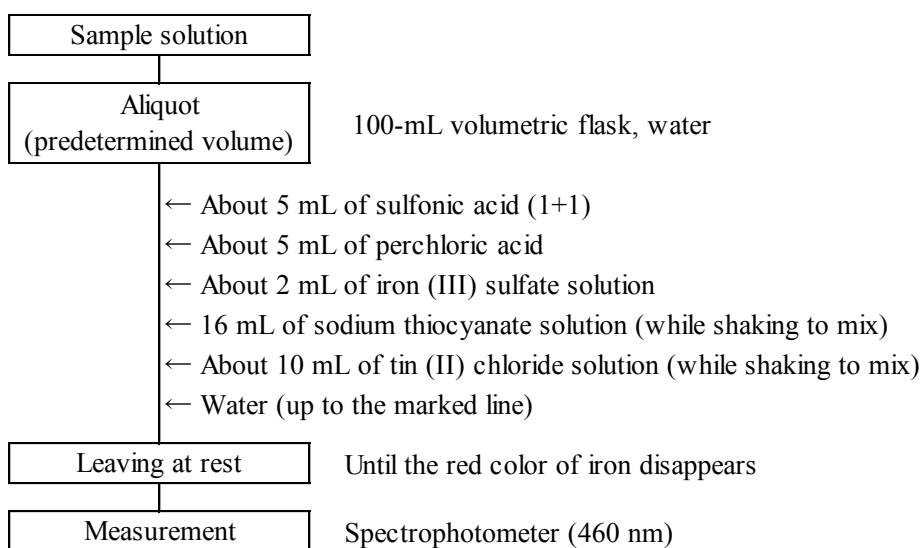


Scheme 1 The flow sheet of simple extraction procedure

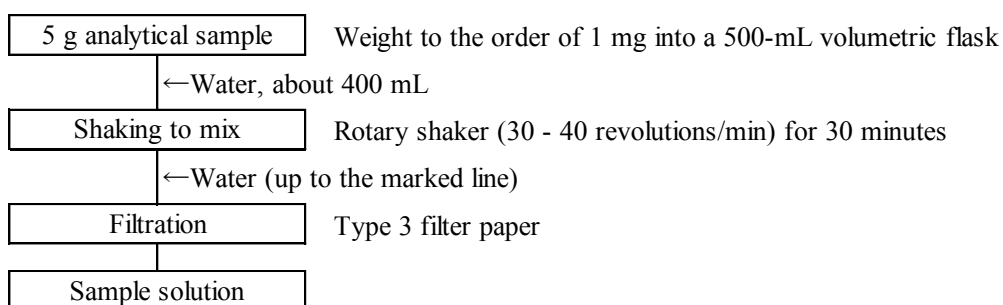
Scheme 2 The flow sheet for water-soluble phosphoric acid (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)Scheme 3 The flow sheet for water-soluble potassium (W-K<sub>2</sub>O)  
and water-soluble manganese (W-MnO)



Scheme 4 The flow sheet for water-soluble zinc (W-Zn), water-soluble copper (W-Cu) and water-soluble iron (W-Fe)



Scheme 5 The flow sheet for water-soluble molybdenum (W-Mo)



Scheme 6 The flow sheet of extraction procedure using rotary shaker

### 3. 結果及び考察

#### 1) 方法間比較による真度の評価

水溶性りん酸、水溶性マンガン、水溶性亜鉛、水溶性銅及び水溶性鉄については試料12点、水溶性加里については試料13点を用いて、上下転倒式回転振り混ぜ機を用いた抽出方法と本法との測定値の相関及び本法の予測値の95%信頼区間を回帰直線の周囲に描き Fig. 1 に示した。

水溶性りん酸( $y=1.005x+0.005$ ,  $r=0.999$ )の傾きの95%信頼区間は0.997~1.012で、切片の95%信頼区間

は $-0.057 \sim 0.067$ , 水溶性加里 ( $y=1.001x+0.011$ ,  $r=0.999$ )の傾きの95%信頼区間は $0.980 \sim 1.022$ で, 切片の95%信頼区間は $-0.104 \sim 0.125$ , 水溶性マンガン ( $y=1.006x-0.001$ ,  $r=1.000$ )の傾きの95%信頼区間は $0.999 \sim 1.013$ で, 切片の95%信頼区間は $-0.005 \sim 0.003$ , 水溶性亜鉛 ( $y=1.005x-0.001$ ,  $r=1.000$ )の傾きの95%信頼区間は $0.999 \sim 1.010$ で, 切片の95%信頼区間は $-0.003 \sim 0.001$ , 水溶性銅 ( $y=1.001x$ ,  $r=1.000$ )の傾きの95%信頼区間は $0.999 \sim 1.004$ で, 切片の95%信頼区間は $-0.0004 \sim 0.0003$ , 水溶性鉄 ( $y=0.997x$ ,  $r=1.000$ )の傾きの95%信頼区間は $0.992 \sim 1.002$ で, 切片の95%信頼区間は $-0.001 \sim 0.001$ であり, いずれも肥料等試験法<sup>1)</sup>に示されている真度評価の推奨範囲内であった。

水溶性モリブデンについては, 試料3点を用い, 上下転倒式回転振り混ぜ抽出法と本法に従ってそれぞれ4点併行で試験を実施して得られた結果をTable 1に示した。また, この結果からそれぞれ2群の成績のF検定及びt検定の結果をTable 2に示した。いずれの試料においても, 肥料等試験法<sup>1)</sup>で求められている両側有意水準5%で有意な差は認められなかった。

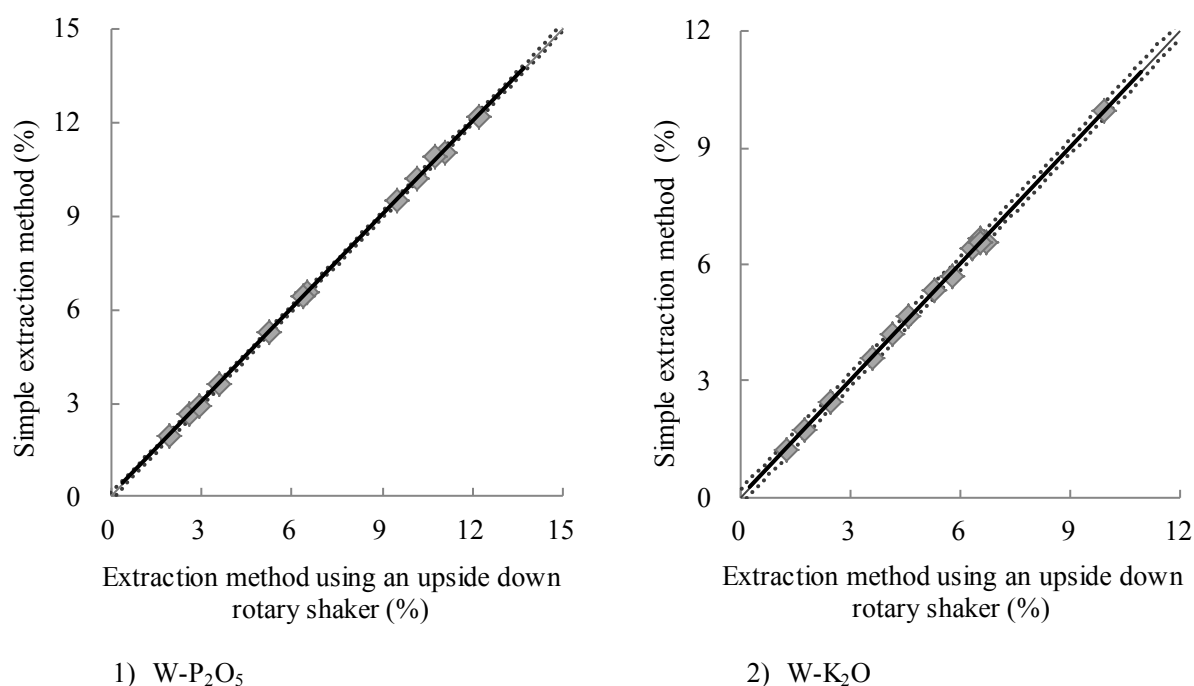


Fig. 1 Comparison of extraction method using an upside down rotary shaker and simple extraction method

Heavy line: Regression line

Dotted lines: Upper and Lower limit of 95 % prediction interval

Thin line:  $y=x$

(%): Mass fraction

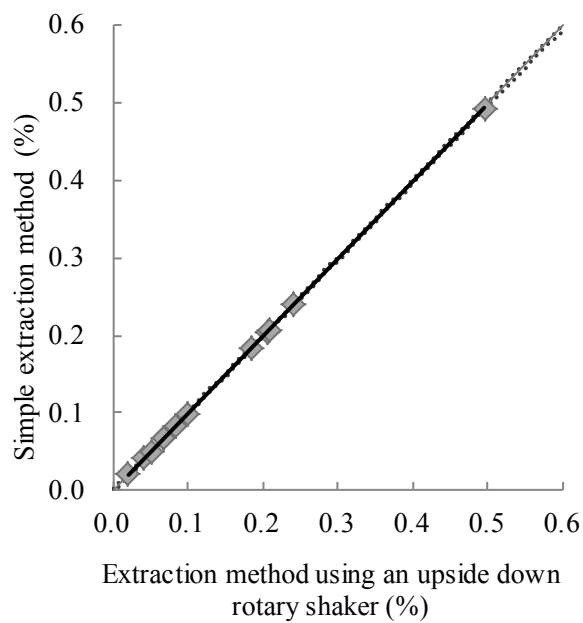
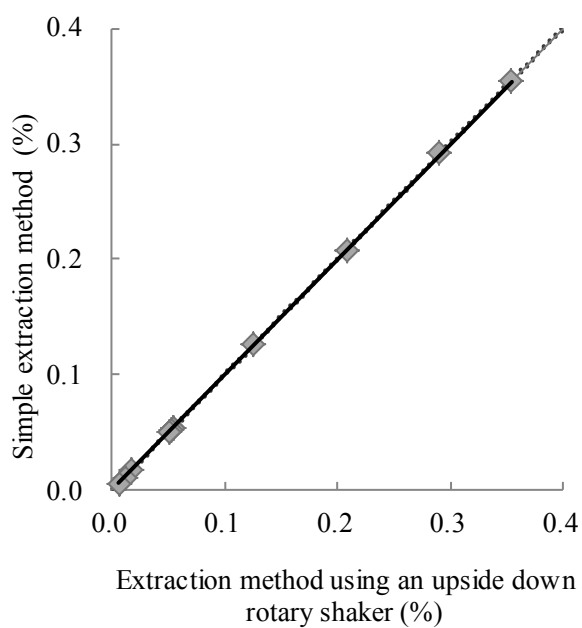
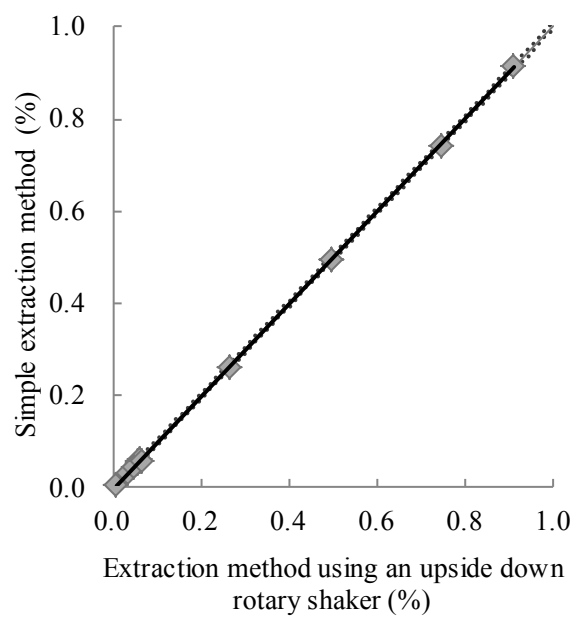
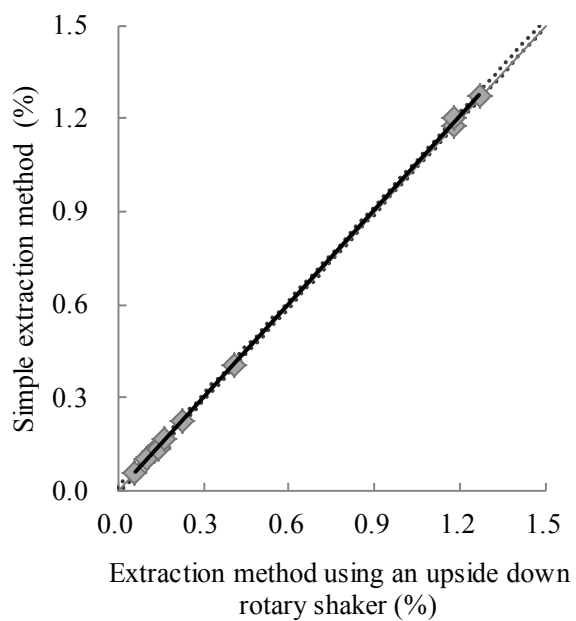


Table 1 Individual result of repetition tests using 4 samples for W-Mo (% (Mass fraction))

	Fluid mixed fertilizer 1		Fluid mixed fertilizer 2		Liquid micronutrients mixed fertilizer	
	Upside down rotary shake	Simple shake	Upside down rotary shake	Simple shake	Upside down rotary shake	Simple shake
1	0.107	0.106	0.234	0.234	0.0229	0.0230
2	0.105	0.105	0.236	0.235	0.0229	0.0229
3	0.106	0.106	0.235	0.235	0.0228	0.0229
4	0.107	0.107	0.236	0.234	0.0228	0.0230
Mean value	0.106	0.106	0.235	0.235	0.0229	0.0229

Table 2 Statistical analysis of repetition test result for W-Mo

Sample	<i>F</i> value	<i>F</i> critical value	<i>t</i> value	<i>t</i> critical value
Fluid mixed fertilizer 1	1.37	9.28	0.45	2.45
Fluid mixed fertilizer 2	4.73	9.28	1.30	2.45
Liquid micronutrients mixed fertilizer	1.21	9.28	1.36	2.45

## 2) 併行精度及び中間精度の評価

併行精度及び中間精度を確認するため、液状複合肥料及び液体微量要素複合肥料を用いて、2 濃度の水溶性りん酸 (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)、水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O)、水溶性マンガン (W-MnO)、水溶性亜鉛 (W-Zn)、水溶性銅 (W-Cu)、水溶性鉄 (W-Fe) 及び水溶性モリブデン (W-Mo) を 2 点併行で日を変えて 7 回試験を実施して得られた結果を Table 3 に示した。また、この結果から一元配置分散分析を行って得られた併行精度及び中間精度を Table 4 に示した。水溶性りん酸 (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) の平均値は質量分率 12.19 % 及び 2.88 % で、併行相対標準偏差は 0.2 % 及び 0.2 %、中間相対標準偏差は 0.4 % 及び 0.5 %、水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O) の平均値は質量分率 9.96 % 及び 2.44 % で、併行相対標準偏差は 0.2 % 及び 0.4 %、中間相対標準偏差は 0.7 % 及び 0.8 %、水溶性マンガン (W-MnO) の平均値は質量分率 1.28 % 及び 0.232 % で、併行相対標準偏差は 0.4 % 及び 0.5 %、中間相対標準偏差は 1.3 % 及び 1.5 %、水溶性亜鉛 (W-Zn) の平均値は質量分率 0.0591 % 及び 0.0314 % で、併行相対標準偏差は 0.7 % 及び 0.4 %、中間相対標準偏差は 1.0 % 及び 0.7 %、水溶性銅 (W-Cu) の平均値は質量分率 0.0540 % 及び 0.0172 % で、併行相対標準偏差は 0.6 % 及び 0.7 %、中間相対標準偏差は 1.3 % 及び 1.5 %、水溶性鉄 (W-Fe) の平均値は質量分率 0.244 % 及び 0.0988 % で、併行相対標準偏差は 0.6 % 及び 0.5 %、中間相対標準偏差は 1.4 % 及び 2.9 %、水溶性モリブデン (W-Mo) の平均値は質量分率 0.242 % 及び 0.0228 % で、併行相対標準偏差は 0.4 % 及び 0.4 %、中間相対標準偏差は 1.0 % 及び 0.8 % であった。

この濃度におけるいずれの相対標準偏差も肥料等試験法<sup>1)</sup>に示されている併行精度 (併行相対標準偏差) 及び中間精度 (中間相対標準偏差) の目安以内であったことから、液状肥料の水溶性りん酸 (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)、水溶性加里 (W-K<sub>2</sub>O)、水溶性マンガン (W-MnO)、水溶性亜鉛 (W-Zn)、水溶性銅 (W-Cu)、水溶性鉄 (W-Fe) 及び水溶性モリブデン (W-Mo) の抽出については、上下転倒式回転振り混ぜ機を用いない簡易抽出方法でも十分であることが確認された。

Table 3 Individual result of repetition test of changing the date for the precision confirmation

(% (Mass fraction))

Test day	W-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>				W-K <sub>2</sub> O			
	Fluid mixed fertilizer 1		Fluid mixed fertilizer 2		Fluid mixed fertilizer 1		Fluid mixed fertilizer 2	
1	12.24	12.21	2.88	2.88	10.01	10.01	2.42	2.41
2	12.13	12.13	2.85	2.86	9.96	9.96	2.43	2.44
3	12.13	12.11	2.88	2.90	9.96	9.95	2.43	2.42
4	12.22	12.22	2.90	2.90	10.05	10.08	2.46	2.48
5	12.22	12.24	2.88	2.89	9.83	9.90	2.41	2.43
6	12.18	12.22	2.89	2.88	9.93	9.98	2.43	2.43
7	12.26	12.19	2.89	2.90	9.91	9.92	2.45	2.45

Table 3 Continue

Test day	W-MnO				W-Zn			
	Fluid mixed fertilizer 2		Liquid micronutrients mixed fertilizer		Fluid mixed fertilizer3		Liquid micronutrients mixed fertilizer	
1	1.27	1.28	0.229	0.228	0.0579	0.0591	0.0314	0.0314
2	1.27	1.27	0.228	0.229	0.0588	0.0588	0.0311	0.0312
3	1.26	1.26	0.232	0.229	0.0591	0.0584	0.0313	0.0315
4	1.26	1.28	0.231	0.232	0.0588	0.0591	0.0316	0.0313
5	1.29	1.29	0.234	0.234	0.0601	0.0597	0.0314	0.0312
6	1.30	1.30	0.236	0.236	0.0593	0.0594	0.0317	0.0314
7	1.30	1.31	0.238	0.236	0.0595	0.0595	0.0318	0.0317

Table 3 Continue

Test day	W-Cu				W-Fe			
	Fluid mixed fertilizer 3		Liquid micronutrients mixed fertilizer		Fluid mixed fertilizer 3		Liquid micronutrients mixed fertilizer	
1	0.0532	0.0531	0.0168	0.0168	0.240	0.238	0.0953	0.0951
2	0.0536	0.0533	0.0170	0.0169	0.245	0.244	0.0960	0.0949
3	0.0533	0.0537	0.0170	0.0170	0.248	0.251	0.1007	0.1001
4	0.0544	0.0543	0.0174	0.0173	0.243	0.242	0.0980	0.0975
5	0.0541	0.0542	0.0173	0.0177	0.244	0.242	0.0985	0.0991
6	0.0555	0.0544	0.0175	0.0173	0.242	0.246	0.1017	0.1018
7	0.0549	0.0544	0.0172	0.0173	0.247	0.246	0.1019	0.1026



Table 3 Continue

Test day	W-Mo			
	Fluid mixed fertilizer 3		Liquid micronutrients mixed fertilizer	
1	0.241	0.240	0.0227	0.0227
2	0.240	0.243	0.0225	0.0226
3	0.242	0.243	0.0231	0.0229
4	0.240	0.240	0.0226	0.0226
5	0.243	0.245	0.0227	0.0229
6	0.246	0.248	0.0230	0.0231
7	0.242	0.240	0.0228	0.0227

Table 4 Statistical analysis of repetition test result for evaluating precision

Sample	Mean <sup>a)</sup> (%) <sup>b)</sup>	Repeatability			Intermediate precision			
		$s_r$ <sup>c)</sup> (%) <sup>b)</sup>	$RSD_r$ <sup>d)</sup> (%)	$CRSD_r$ <sup>e)</sup> (%)	$s_{I(T)}$ <sup>f)</sup> (%) <sup>b)</sup>	$RSD_{I(T)}$ <sup>g)</sup> (%)	$CRSD_{I(T)}$ <sup>h)</sup> (%)	
W-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Fluid mixed fertilizer 1	12.19	0.02	0.2	1.5	0.05	0.4	2.5
	Fluid mixed fertilizer 2	2.88	0.01	0.2	2.0	0.02	0.5	3.5
W-K <sub>2</sub> O	Fluid mixed fertilizer 1	9.96	0.02	0.2	2.0	0.07	0.7	3.5
	Fluid mixed fertilizer 2	2.44	0.01	0.4	2.0	0.02	0.8	3.5
W-MnO	Fluid mixed fertilizer 2	1.28	0.01	0.4	2.0	0.02	1.3	3.5
	Liquid micronutrients mixed fertilizer	0.232	0.001	0.5	3.0	0.003	1.5	4.5
W-Zn	Fluid mixed fertilizer 3	0.0591	0.0004	0.7	4.0	0.0006	1.0	6.5
	Liquid micronutrients mixed fertilizer	0.0314	0.0001	0.4	4.0	0.0002	0.7	6.5
W-Cu	Fluid mixed fertilizer 3	0.0540	0.0003	0.6	4.0	0.0007	1.3	6.5
	Liquid micronutrients mixed fertilizer	0.0172	0.0001	0.7	4.0	0.0003	1.5	6.5
W-Fe	Fluid mixed fertilizer 3	0.244	0.002	0.6	3.0	0.003	1.4	4.5
	Liquid micronutrients mixed fertilizer	0.0988	0.001	0.5	4.0	0.003	2.9	6.5
W-Mo	Fluid mixed fertilizer 3	0.242	0.001	0.4	3.0	0.002	1.0	4.5
	Liquid micronutrients mixed fertilizer	0.0228	0.0001	0.4	4.0	0.0002	0.8	6.5

a) Mean value ( $n = \text{Sample number of parallel test (2)} \times \text{Number of Test days (7)}$ )

b) Mass fraction

c) Repeatability standard deviation

d) Repeatability relative standard deviation

e) Criteria of repeatability (repeatability relative standard deviation) shown in Testing Methods for Fertilizers

f) Intermediate standard deviation

g) Intermediate relative standard deviation

h) Criteria of intermediate precision (intermediate relative standard deviation)

shown in Testing Methods for Fertilizers

#### 4. まとめ

液状肥料中の水溶性りん酸, 水溶性加里, 水溶性マンガン, 水溶性亜鉛, 水溶性銅, 水溶性鉄及び水溶性モリブデンについて手で振り混ぜる簡易抽出方法の適用を検討したところ, 次のとおりの結果が得られた.

(1) 水溶性りん酸, 水溶性マンガン, 水溶性亜鉛, 水溶性銅及び水溶性鉄については分析用試料 12 点を用い水溶性加里については分析用試料 13 点を用いて, 上下転倒式回転振り混ぜ機を用いた抽出方法と本法の測定値を比較したところ, 相関係数は  $r=0.999\sim r=1.000$  を示し, 強い相関が認められた.

(2) 水溶性モリブデンについては分析用試料 3 点を用いて 4 点併行で試験を実施し, 上下転倒式回転振り混ぜ機を用いた抽出方法と本法の測定値を比較したところ, 両側有意水準 5 % で有意な差は認められなかった.

(3) 液状複合肥料及び液体微量要素複合肥料を用いて, 2 濃度の水溶性りん酸(W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O), 水溶性マンガン(W-MnO), 水溶性亜鉛(W-Zn), 水溶性銅(W-Cu), 水溶性鉄(W-Fe)及び水溶性モリブデン(W-Mo)を 2 点併行で日を変えて 7 回試験を実施したところ, 水溶性りん酸(W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)の平均値は質量分率 12.19 %及び 2.88 %で, 併行相対標準偏差は 0.2 %及び 0.2 %, 中間相対標準偏差は 0.4 %及び 0.5 %, 水溶性加里(W-K<sub>2</sub>O)の平均値は質量分率 9.96 %及び 2.44 %で, 併行相対標準偏差は 0.2 %及び 0.4 %, 中間相対標準偏差は 0.7 %及び 0.8 %, 水溶性マンガン(W-MnO)の平均値は質量分率 1.28 %及び 0.232 %で, 併行相対標準偏差は 0.4 %及び 0.5 %, 中間相対標準偏差は 1.3 %及び 1.5 %, 水溶性亜鉛(W-Zn)の平均値は質量分率 0.0591 %及び 0.0314 %で, 併行相対標準偏差は 0.7 %及び 0.4 %, 中間相対標準偏差は 1.0 %及び 0.7 %, 水溶性銅(W-Cu)の平均値は質量分率 0.0540 %及び 0.0172 %で, 併行相対標準偏差は 0.6 %及び 0.7 %, 中間相対標準偏差は 1.3 %及び 1.5 %, 水溶性鉄(W-Fe)の平均値は質量分率 0.244 %及び 0.0988 %で, 併行相対標準偏差は 0.6 %及び 0.5 %, 中間相対標準偏差は 1.4 %及び 2.9 %, 水溶性モリブデン(W-Mo)の平均値は質量分率 0.242 %及び 0.0228 %で, 併行相対標準偏差は 0.4 %及び 0.4 %, 中間相対標準偏差は 1.0 %及び 0.8 %であった.

#### 文 献

- 1) 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(2015)  
<[http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikenho\\_2015.pdf](http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikenho_2015.pdf)>

## Simple Extraction Method for Water-Soluble Components in Liquid Compound Fertilizers

Shinji KAWAGUCHI<sup>1</sup>

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

The Japanese Official Methods of Analysis of Fertilizer provides several extraction methods using the upside down rotary shaker for the determination of water-soluble and citrate soluble components in fertilizers. However, these extraction methods are only used in the analytical methods for fertilizer. Therefore a simple extraction method shaking with hand without using the upside down rotary shaker for water-soluble components (water-soluble principal ingredients (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, W-K<sub>2</sub>O and W-MnO) and water-soluble effect-development promoting agent (W-Zn, W-Cu, W-Fe and W-Mo)) in liquid compound fertilizer was developed and validated as a single method validation. The quantities of W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, W-K<sub>2</sub>O, W-MnO, W-Zn, W-Cu and W-Fe were measured in 12 or 13 analytical samples by extraction methods with both the simple extraction method performed shaking with hand and the extraction method using an upside down rotary shaker. The data obtained from the simple extraction method correlated highly with that from the extraction method using an upside down rotary shaker (W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ( $r=0.999$ ,  $y=1.005x+0.005$ ), W-K<sub>2</sub>O ( $r=0.999$ ,  $y=1.001x+0.011$ ), W-MnO ( $r=1.000$ ,  $y=1.006x+0.001$ ), W-Zn ( $r=1.000$ ,  $y=1.005x+0.001$ ), W-Cu ( $r=1.000$ ,  $y=1.001x$ ) and W-Fe ( $r=1.000$ ,  $y=0.997x$ )). With regard to W-Mo, 3 samples were conducted 4-point parallel test according to the simple extraction method and the extraction method using an upside down rotary shaker, respectively. As a result, it was confirmed the homoscedasticity of 2 groups. The *t*-test for each concentration indicated that significant difference was not observed under two-tailed significant level of 5 %. W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, W-K<sub>2</sub>O, W-MnO, W-Zn, W-Cu, W-Fe and W-Mo were conducted a duplicate test per 7 test days using two analytical samples of liquid fertilizers respectively. As the result, W-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> was total mean value (mass fraction) 12.19 % and 2.88 %, repeatability relative standard deviation ( $RSD_r$ ) 0.2 % and 0.2 %, intermediate relative standard deviation ( $RSD_I$ ) 0.4 % and 0.5 %, W-K<sub>2</sub>O was total mean value (mass fraction) 9.96 % and 2.44 %,  $RSD_r$  0.2 % and 0.4 %,  $RSD_I$  0.7 % and 0.8 %, W-MnO was total mean value (mass fraction) 1.28 % and 0.232 %,  $RSD_r$  0.4 % and 0.5 %,  $RSD_I$  1.3 % and 1.5 %, W-Zn was total mean value (mass fraction) 0.0591 % and 0.0314 %,  $RSD_r$  0.7 % and 0.4 %,  $RSD_I$  1.0 % and 0.7 %, W-Cu was total mean value (mass fraction) 0.0540 % and 0.0172 %,  $RSD_r$  0.6 % and 0.7 %,  $RSD_I$  1.3 % and 1.5 %, W-Fe was total mean value (mass fraction) 0.244 % and 0.0988 %,  $RSD_r$  0.6 % and 0.5 %,  $RSD_I$  1.4 % and 2.9 %, W-Mo was total mean value (mass fraction) 0.242 % and 0.0228 %,  $RSD_r$  0.4 % and 0.4 %,  $RSD_I$  1.0 % and 0.8 %. These results indicated that this extraction method was valid for water-soluble components in a liquid compound fertilizer.

**Key words** liquid compound fertilizer, water-soluble principal ingredients, effect-development promoting agent, single-laboratory method validation

(Research Report of Fertilizer, 9, 10-20, 2016)