

ICPE™-9820 による液体肥料の分析

はじめに

肥料には窒素、カリウム、リンといった主要成分のほかにも、作物の生育に有用な元素が多く含まれています。肥料の分析方法として農林水産省が1992年に「肥料分析法」を定めました。しかし、「肥料分析法」の策定から年月が経過したため、独立行政法人農林水産消費安全技術センター（FAMIC）は、時代に即した分析条件や分析方法等を導入した「肥料等試験法」を発行しています。この「肥料等試験法」中に水溶性金属成分の分析方法として ICP 発光分光分析法の記載があります^{1),2)}。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いて、液体肥料中の水溶性成分を分析した例をご紹介します。

Y. Matsui

分析試料

市販の液体肥料 4 種類を分析に用いました。

試料の前処理

肥料等試験法に基づき、試料 1g を秤量し、全量フラスコ 100 mL に入れ、標線まで純水でメスアップしました。その後、ろ紙を用いてろ過を行いました。ろ液を一定量分取し、全量フラスコ 100 mL に入れました。塩酸と内標準元素として Y を添加し、標線まで純水でメスアップして測定溶液としました。

装置と測定条件

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いました。

測定条件を表 1 に示します。

表 1 測定条件

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアーガス流量	: 0.7 (L/min)
ネブライザー	: ネブライザー-10
チャンバー	: サイクロンチャンバー
トーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 横方向 (RD) / 軸方向 (AX)

分析

表 2 に各元素の観測方向と測定波長を示します。測定波長は肥料等試験法に基づきました。

表 2 各元素の観測方向と測定波長

元素	観測方向	測定波長 (nm)
B	軸	249.773
Ca	横	393.366
Co	軸	228.616
Cu	軸	327.396
Fe	軸	259.940
K	横	766.490
Mg	横	279.553
Mn	軸	257.610
Mo	軸	202.030
P	横	178.287
Zn	軸	213.856

条件検討

イオン化干渉の有無の確認と肥料等試験法で指定された波長で一斉分析を行うために条件検討を行いました。高濃度のアルカリ金属元素の分析では、自己吸収などによるイオン化干渉に留意する必要があります。軸方向観測ではイオン化干渉により検量線が曲がることが知られています。図 1 に K の横方向 (RD) と軸方向 (AX) の検量線を示します。軸方向 (AX) 観測の検量線が曲がっていることが分かります。一方で横方向 (RD) 観測ではイオン化干渉を抑制でき、検量線は直線になっています。また感度の良い Ca についても横方向 (RD) 観測を行うことで指定された波長で分析を行うことができます。軸方向/横方向観測を併用することで、低濃度成分から高濃度成分まで元素ごとに希釈倍率を変えることなく一斉に分析できます。

分析結果

表 3 に各試料の定量結果を、表 4 に各試料の希釈試験および添加回収試験の結果を示します。干渉の有無を確かめるために、含有濃度が高いものについては希釈試験を実施し、含有濃度が低いものについては添加回収試験を実施しました。

いずれの試料においても希釈試験および添加回収試験の結果が 90~110%以内と良好な結果が得られました。

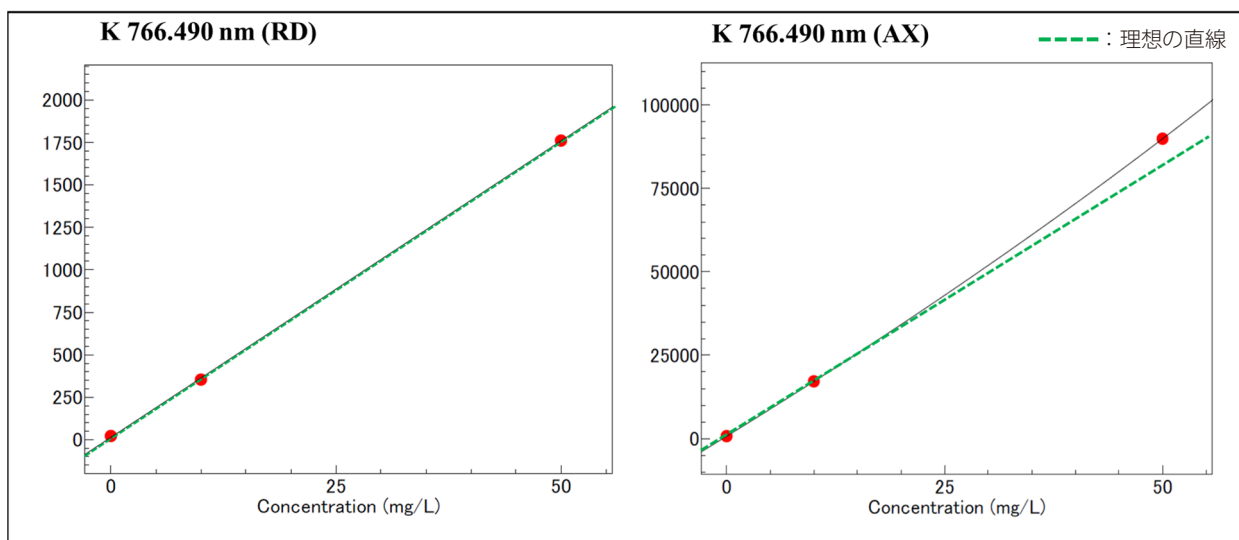


図1 Kの横方向 (RD) と軸方向 (AX) 検量線

■まとめ

肥料等試験法 (2019) に従い、液体肥料中の水溶性成分 11 元素について測定しました。ICPE-9820 を用い、高感度の軸方向観測 (AX) と高濃度成分の分析に適した横方向観測 (RD) を併用することで、低濃度成分から高濃度成分まで一斉分析ができます。また、希釈試験と添加回収試験の結果が示すように低濃度成分も高濃度成分の干渉を影響を受けることなく分析できます。

<参考文献>

- 1) 肥料等試験法 (2019) (独立行政法人 農林水産消費安全技術センター)
- 2) ICP 発光分光分析 (ICP-OES) 法による液状肥料中の水溶性成分の測定 (2015) (肥料研究報告 第 8 号 青山恵介)

表 3 各試料の分析結果

単位: mg/L

元素	液体肥料 A	液体肥料 B	液体肥料 C	液体肥料 D	定量下限 10σ
B	0.180	0.022	0.004	0.061	0.002
Ca	<	0.22	0.04	0.06	0.02
Co	<	<	<	<	0.002
Cu	0.059	<	<	<	0.003
Fe	0.141	0.485	0.007	0.015	0.001
K	46	47	69	48	1
Mg	0.073	0.390	0.253	0.654	0.001
Mn	0.054	0.013	0.002	0.051	0.0003
Mo	0.062	0.008	0.005	0.007	0.004
P	54	48	31	48	1
Zn	0.062	0.005	0.004	0.008	0.001

<: 定量下限以下

表 4 各試料の添加回収試験および希釈試験結果

単位: %

元素	液体肥料 A	液体肥料 B	液体肥料 C	液体肥料 D
B	106	100	99	99
Ca	100	100	99	100
Co	104	106	102	102
Cu	104	102	99	100
Fe	108	98*	104	103
K	102*	101*	99*	102*
Mg	99	100	100	100
Mn	107	105	103	104
Mo	104	101	100	98
P	99*	95*	99*	99*
Zn	106	104	102	103

*: 希釈試験結果

ICPE は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2019 年 11 月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。