SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. A638

光吸収分析

FTIR による肥料の同一性確認 –肥料の鑑定方法（2020）に準拠した分析–

わが国では、肥料の品質保全、公正な取引および安全な施用を確保するため、肥料取締法[1]において肥料の規格や施用基準が定められています。品質保全のために重要となる肥料の分析については、「肥料等試験法（2020）」および「肥料の鑑定方法（2020）」によって規定されています。「肥料の鑑定方法」は「肥料中の成分等を測定する分析方法とは異なり、形態の観察や使用原料の推定を行うものである[2]」とされており、顕微鏡観察による同定、試薬や試験紙による肥料成分の検出、X 線回折装置による同定などが収載されていました。このたび、「肥料の鑑定方法（2020）」では、新たにフーリエ変換形赤外分光光度計（FTIR）による同定が追加収載されました。FTIR を用いた赤外スペクトル測定は複雑な前処理を必要とせず、短時間で行うことができます。

今回は、イソブチルアルデヒド縮合尿素配合肥料について、赤外スペクトル測定および確認試験を行いました。

H. Iwamae

■肥料の鑑定方法（2020）に準拠した肥料の同定

肥料の鑑定方法（2020）に収載された FTIR による同定について、概要と測定条件の一例を表 1 に示します。

表 1　FTIR による肥料の同定方法

概要	有機化合物を原料とする肥料、あるいは被覆肥料の樹脂系被覆原料等に適応する。
測定条件	
測定方法	全反射法（ATR 法）
波数範囲	4000 cm^{-1}～650 cm^{-1}
分解能	4.0 cm^{-1}
積算時間	30 秒～60 秒程度
同定方法	①既知化合物の赤外吸収スペクトルとの比較 ②赤外吸収データベースによる検索

FTIR による同定の対象となる肥料としては、尿素化合物をはじめとした有機化合物を原料とする肥料や、樹脂系被覆原料などがあります。

測定方法として挙げられている全反射法（ATR 法）は赤外透過材料製のプリズムに試料を密着させて測定する手法で、試料の前処理がほとんど不要なため、非常に簡便な手法です。プリズムは試料や分析目的に応じて選択でき、650 cm^{-1} まで測定できるプリズムとしては、ダイヤモンドプリズムや ZnSe などが用いられます。ATR 法の原理やプリズムの種類によるデータへの影響については Application News No. A485 をご参照ください。

同定方法は大きく分けて 2 つの方法があります。①「既知化合物の赤外吸収スペクトルとの比較」は、特定のピークが指定されている場合はその有無を、無い場合は全体のスペクトル形状の同一性について目視による確認を行うのが一般的です。標準品を測定してスペクトルの比較を行う場合は、ソフトウェアの機能を用いた一致度計算を使用することも可能です。②「赤外吸収データベースによる検索」では、市販のライブラリを用いた検索や、あらかじめ測定した標準試料のスペクトルをプライベートライブラリに登録しておき検索する方法などがあります。今回は①「既知化合物の赤外吸収スペクトルとの比較」を用いました。

■使用装置

フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit™に、試料室一体型の ATR 測定装置 QATR™-S を付属したシステムを使用しました。図 1 に外観を示します。プリズムはダイヤモンドを使用しました。IRSpirit に標準付属する専用プログラム IR Pilot™には確認試験用のプログラムが含まれており、スペクトルの指定ピーク検出やスペクトル形状の一致度を基にした確認試験を誰でも簡単に実施することができます。

図 1　IRSpirit™+QATR™-S の外観図

■イソブチルアルデヒド縮合尿素配合肥料

イソブチルアルデヒド縮合尿素はイソブチリデンジウレアとも呼ばれ、尿素とイソブチルアルデヒドの縮合によって製造される単一化合物です。水に難溶で、加水分解や微生物分解によって徐々に無機化するため、長く肥料としての効果を発揮する、化学的緩効性肥料としてよく知られています。

今回は、イソブチルアルデヒド縮合尿素を含む化成肥料について分析を行いました。分析に用いた肥料の外観を図 2 に示します。

図 2　イソブチルアルデヒド縮合尿素配合肥料

直径 8～10 mm ほどの粒状の肥料を軽く破砕し、一部を採取して、プリズムへ押し付けて測定を行いました。表 2 に測定条件を、図 3 に測定したスペクトルを示します。このスペクトルを標準品のスペクトルとして、確認試験を行いました。

表 2　測定条件

装置	: IRSpirit-T（KRS-5 窓板） : QATR-S（広帯域ダイヤモンドディスク）
分解能	: 4 cm^{-1}
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: Sqr Triangle
検出器	: DLATGS

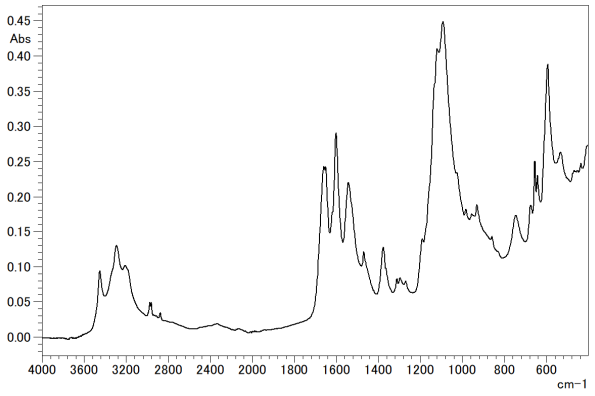

図 3　イソブチルアルデヒド縮合尿素配合肥料の ATR スペクトル

IR Pilot を用いた確認試験

試験品のスペクトル測定および確認試験レポート作成には、IRSpirit 専用プログラム IR Pilot を用いました。IR Pilot は、画面の指示に従って、①目的、②測定方法、③使用する付属品（付属品自動認識のある付属品では不要です）、④必要なデータ処理の 4 項目を選択するだけで、目的試料の測定、解析、印刷までを簡単に行うことができる便利な機能です。図 4 に IRPilot を用いた測定の流れを示します。(a)のメインメニューで分析の目的を選択すると専用プログラムに沿った測定が開始されます。ここで、「確認試験」を選択すると、(b)の薬局方に対応した測定かどうかの選択画面に進みます。「はい」を選択すると、分解能は自動的に 2 cm^{-1} に設定され、「いいえ」を選択すると 4 cm^{-1} に設定されます。今回は「いいえ」を選択します。次に測定手法を設定します。このとき、測定手法に応じた測定波数範囲が自動的に設定されます。QATR-S は付属品が自動認識されるため、(c)の画面で使用するプリズムの種類のみを選択します。以上の操作で、表 1 に示した測定条件がすべて設定することができます。BKG 測定・サンプル測定・データ処理もプログラムによってナビゲートされます。「一致度計算」を利用する場合はスペクトル測定終了後に(d)のデータ処理の選択画面で選択し、(e)の画面であらかじめ測定しておいた標準品のスペクトルを設定します。確認試験の結果を図 5 に示します。標準品と試験品のスペクトルの重ね描きと算出された一致度がレポートとして印刷されます。スペクトル形状はよく一致しており、一致度は 0.9937 と算出されました。試験品は標準スペクトルと同一波数のところに同様の強度の吸収があり、標準品との同一性が確認できました。

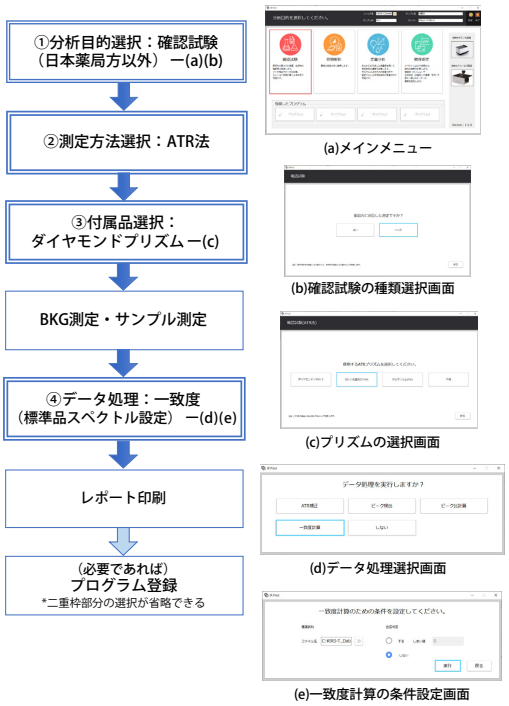

図 4　IR Pilot を用いた確認試験の流れ

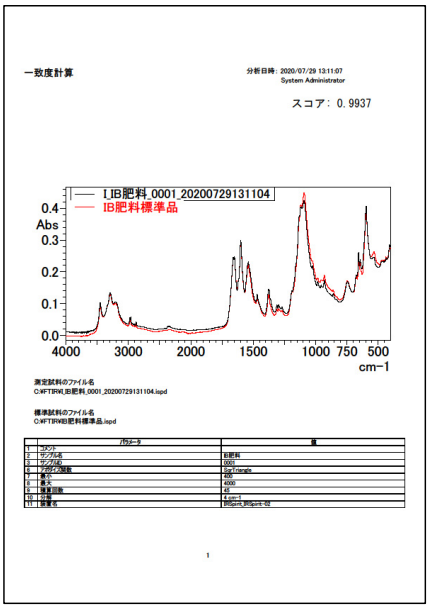

図 5　確認試験レポート印刷例

まとめ

緩効性肥料として知られるイソブチルアルデヒド縮合尿素配合肥料について、肥料の鑑定方法（2020）に準拠した確認試験を行いました。IRSpirit 専用プログラム IR Pilot を活用することで条件設定や測定を自動化でき、より簡単に確実な確認試験を実施できます。

<参考文献>
1) 独立行政法人 農林水産消費安全技術センター「肥料取締法」
http://www.famic.go.jp/ffis/fert/hourei/sub1_torihou.htm
（2020 年 7 月 17 日参照）
2) 独立行政法人 農林水産消費安全技術センター「肥料の鑑定方法（2020）」
http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/kanteiho_2020.pdf
（2020 年 7 月 17 日参照）

IRSpirit、QATR、および IR Pilot 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：2020 年 9 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。

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

IRSpirit-X シリーズ

関連分野

ライフサイエンス

石油・化学工業

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ