

ICPE-9820を用いたマルチ抽出法による 農地土壌抽出液の多元素同時分析

井門 勇太、橋本 晋

ユーザーベネフィット

- ◆ 農地土壌中の多元素を迅速に分析することができます。
- ◆ マルチ抽出法の高塩試料（0.2 mol/L 塩化ナトリウム）でも正確な分析が可能です。

■はじめに

農地土壌中の各成分量のバランスは作物の収量や品質に影響を与えます。「土壌診断分析」では土壌抽出液の分析によって各成分量を把握することができ、成分量バランスの最適化に必要な施肥量の決定に広く利用されています。

一般的な土壌診断法は、診断項目ごとに異なる抽出処理を行うため、多くの分析操作が必要です。そのため、より迅速な方法として、単一の抽出法で複数項目を分析するマルチ抽出法が実用化されています。東京農大式土壌診断システム^{*1}では、マルチ抽出法として塩化ナトリウム抽出法が採用されており、1つの抽出液から交換性成分の分析（Al、Ca、K、Mg、P、S）、無機態窒素（アンモニア態窒素・硝酸態窒素）の分析、CEC（陽イオン交換容量）の推定が可能です。

マルチタイプICP発光分光分析装置ICPE-9820は、複数元素を同時に分析することで、元素分析を迅速に行うことが可能です。塩化ナトリウム抽出法とICPE-9820による同時多元素分析を組み合わせることで、土壌診断に必要な分析時間を大幅に短縮することができます。

本アプリケーションでは、ICPE-9820を用いて農地土壌抽出液中の交換性成分と可給態ホウ素、可給態微量元素を分析しました。また、添加回収試験と希釈試験による分析の妥当性確認を行いました。

*1:「[全国土の会](#)」の土壌診断分析法

■試料

多腐植質厚層黒ボク表層土(TUAS-1)、砂丘未熟土(TUAS-4)を試料として使用しました。

各試料は全国土の会にて採取していただきました。採取した試料は抽出処理後、抽出液として提供いただきました。

■試料前処理

東京農大式土壌診断システムで使用されている3つの抽出用試薬によって交換性成分と可給態ホウ素、可給態微量元素を抽出し、測定溶液としました。表1に各分析項目の抽出条件を示します。

抽出用試薬に1 mol/L 塩化ナトリウム水溶液を使用した場合は、ろ液を5倍希釈したものを測定溶液としました。

■検量線試料

本アプリケーションでは、マトリックスマッチングのために、分析項目ごとに検量線試料を調製しました。Al、B、Ca、Co、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Ni、P、S、Zn単元素標準液を各抽出液で希釈、混合して調製しました。各検量線試料に含まれる測定元素の濃度を表2に示します。交換性成分分析用の検量線試料を希釈する際には、1 mol/L 塩化ナトリウム水溶液を5倍希釈した溶液を使用しました。

表2 検量線試料中の測定元素の濃度

元素	交換性成分分析用 検量線試料 (mg/L)				
	STD 0	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4
Ca	0	25	50	75	100
K, Mg, P, S	0	2.5	5	7.5	10
Al, Mn	0	0.25	0.5	0.75	1
塩化ナトリウム	0.2 mol/L				

元素	可給態ホウ素分析用 検量線試料 (mg/L)				
	STD 0	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4
B	0	0.5	1	1.5	2
塩化カルシウム	0.01 mol/L				

元素	可給態微量元素分析用 検量線試料 (mg/L)				
	STD 0	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4
Fe	0	50	100	150	200
Mn	0	12.5	25	37.5	50
Co, Cu, Ni, Zn	0	1.25	2.5	3.75	5
DTPA	5 mmol/L				
TEA	0.1 mol/L				
塩化カルシウム	0.01 mol/L				

表1 各分析項目の抽出条件

分析項目	抽出用試薬	抽出用試薬の添加割合 (土壌:抽出液)	目的元素
交換性成分	1 mol/L 塩化ナトリウム水溶液	1:20	Al, Ca, K, Mg, Mn, P, S
可給態ホウ素	0.01 mol/L 塩化カルシウム水溶液	1:2	B
可給態微量元素	5 mmol/L DTPA (diethylene triamine penta acetic acid) + 0.1 mol/L TEA(triethanol amie) + 0.01mol/L 塩化カルシウム	1:2	Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn

■装置構成

装置構成を表3に示します。高塩用トーチとウォーターバブラを使用することで、複雑なマトリックスをもつサンプルでも分析することができます。Twisterサイクロンチャンバーを使用することで、短い測定時間で精度の高い分析が可能です。

表3 装置構成

装置	:	ICPE-9820
ネブライザー	:	ネブライザー, 10UES
チャンバー	:	Twisterサイクロンチャンバー, HE
トーチ	:	高塩用トーチ
オートサンプラ	:	AS-10
その他付属品	:	ウォーターバブラ

■分析条件

分析条件を表4に示します。プラズマの観測方向として、軸方向観測と横方向観測の両方を使用しました。軸方向観測は横方向観測よりも高感度な分析が可能です。一方で、横方向観測はプラズマの高温部分のみを分析するため、イオン化干渉の影響を軽減させることが可能です。農地土壌抽出液はマトリックスを多く含むため、イオン化干渉が生じます。

本アプリケーションでは、イオン化干渉を受けやすいアルカリ土類金属元素の分析に横方向観測を使用し、分析の正確度を向上させました。また、2つの観測方向を使い分けることで、測定元素ごとに測定溶液を希釈することなく一斉分析を行いました。

表4 分析条件

高周波出力	:	1.20 kW
プラズマガス流量	:	15.0 L/min
補助ガス流量	:	1.20 L/min
キャリアガス流量	:	0.70 L/min
観測方向	:	軸方向 / 横方向

■妥当性確認試験

表2の検量線試料を用いて検量線を作成し、3種類の農地土壌抽出液中の交換性成分と可給態ホウ素、可給態微量元素、カドミウムを定量分析しました。表5に妥当性確認試験の結果と抽出液中での定量値を示します。希釈試験と添加回収試験の両方で、回収率が100±10%以内の範囲に収まる良好な結果が得られました。この結果から、ICPE-9820による農地土壌抽出液分析の正確度を確認することができました。

表5 妥当性確認試験の結果

測定項目	元素	波長 (nm)	観測方向	定量下限 (mg/L)	TUAS-1 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-4 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-1 希釈試験		TUAS-4 添加回収試験		
							10倍希釈試料 (mg/L)	希釈試験回収率 (%)	添加濃度 (mg/L)	添加試料 (mg/L)	添加回収率 (%)
交換性成分	Ca	317.933	横	0.04	70.5	11.4	7.27	97	/	/	/
	Mg	285.213	横	0.01	7.45	0.92	0.763	98	5	6.01	102
	K	766.490	軸	0.01	6.25	1.91	0.644	97	5	7.04	103
	Al	394.403	軸	0.04	<	0.05	/	/	0.5	0.57	104
	P	213.618	軸	0.1	0.1	1.1	/	/	5	6.2	102
	S	182.037	軸	0.2	1.8	0.2	/	/	5	5.2	100
	Mn	257.610	軸	0.0003	0.0128	0.0307	/	/	5	0.539	102

測定項目	元素	波長 (nm)	観測方向	定量下限 (mg/L)	TUAS-1 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-4 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-1 希釈試験		TUAS-4 添加回収試験		
							10倍希釈試料 (mg/L)	希釈試験回収率 (%)	添加濃度 (mg/L)	添加試料 (mg/L)	添加回収率 (%)
可給態ホウ素	B	249.773	軸	0.001	0.965	0.212	0.099	97	2	2.29	104

測定項目	元素	波長 (nm)	観測方向	定量下限 (mg/L)	TUAS-1 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-4 抽出液中濃度 (mg/L)	TUAS-1 希釈試験		TUAS-4 添加回収試験		
							10倍希釈試料 (mg/L)	希釈試験回収率 (%)	添加濃度 (mg/L)	添加試料 (mg/L)	添加回収率 (%)
可給態微量元素	Co	228.616	軸	0.008	0.024	0.018	/	/	0.5	0.518	100
	Cu	324.754	軸	0.002	1.64	0.635	0.173	95	2	2.63	100
	Fe	259.940	横	0.009	19.3	9.93	2.05	94	/	/	/
	Mn	257.610	横	0.003	5.10	5.24	0.539	95	10	15.1	99
	Ni	341.476	軸	0.009	0.347	0.104	0.037	94	2	2.10	100
	Zn	213.856	軸	0.003	7.96	2.74	0.841	95	2	4.70	98

定量下限：STD0を繰り返し10回測定した際の標準偏差の10倍濃度

<：定量下限未満

希釈試験回収率(%)=希釈前試料 / (10倍希釈試料 × 10) × 100

添加回収率(%) = (添加試料 - 未添加試料) / 添加濃度 × 100

■分析結果

表5の抽出液中の定量結果を土壤中濃度に換算した定量値（交換性Mn以外の交換性成分については酸化物換算）を表6に示します。

表6 定量結果（土壤中濃度）

分析項目	分析成分	定量下限濃度 (mg/100g)	検量線上限濃度 (mg/100g)	TUAS-1 試料中酸化物含有量 (mg/100g)	TUAS-4 試料中酸化物含有量 (mg/100g)
交換性成分	CaO	0.6	1399	986	160
	MgO	0.2	170	126	15.6
	K ₂ O	0.1	120	75.3	23.0
	Al ₂ O ₃	0.8	19	<	0.9
	P ₂ O ₅	2	229	2	25
	SO ₄	6	300	54	6
	Mn	0.03 mg/kg	100 mg/kg	1.28 mg/kg	3.07 mg/kg

分析項目	分析成分	定量下限濃度 (mg/kg)	検量線上限濃度 (mg/kg)	TUAS-1 試料中含有量 (mg/kg)	TUAS-4 試料中含有量 (mg/kg)
可給態ホウ素	B	0.006	4	1.93	0.424

分析項目	分析成分	定量下限濃度 (mg/kg)	検量線上限濃度 (mg/kg)	TUAS-1 試料中含有量 (mg/kg)	TUAS-4 試料中含有量 (mg/kg)
可給態微量元素	Co	0.02	10	0.05	0.04
	Cu	0.004	10	3.28	1.27
	Fe	0.02	400	38.6	19.9
	Mn	0.006	100	10.2	10.5
	Ni	0.02	10	0.69	0.21
	Zn	0.006	10	15.9	5.48

定量下限濃度（交換性成分）＝定量下限（表5）×抽出用試薬の添加比率×希釈倍率×1/10×酸化物換算係数（交換性Mnは酸化物換算しない）
 検量線上限濃度（交換性成分）＝STD4の濃度（表2）×抽出用試薬の添加比率×希釈倍率×1/10×酸化物換算係数（交換性Mnは酸化物換算しない）
 試料中含有量（交換性成分）＝抽出液中濃度（表5）×抽出用試薬の添加比率×希釈倍率×1/10×酸化物換算係数（交換性Mnは酸化物換算しない）
 定量下限濃度（可給態ホウ素、可給態微量元素）＝定量下限（表5）×抽出用試薬の添加比率
 検量線上限濃度（可給態ホウ素、可給態微量元素）＝STD4の濃度（表2）×抽出用試薬の添加比率
 試料中含有量（可給態ホウ素、可給態微量元素）＝抽出液中濃度（表5）×抽出用試薬の添加比率
 <：定量下限未満

■まとめ

本アプリケーションでは、ICPE-9820を使用して、東京農大式土壌診断システムで使用されている3種類の農地土壌抽出液中の交換性成分と可給態ホウ素、可給態微量元素の分析を行いました。妥当性確認試験では良好な結果が得られ、分析の正確度を確認することができました。また、軸方向観測と横方向観測を使い分けることで、低濃度成分から高濃度成分までを、測定元素ごとに測定溶液を希釈することなく一斉に分析することができました。

ICPEは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

<関連アプリケーション>

1. ICPE™-9820による液体肥料の分析 [Application News an_j127](#)

<謝辞>

本アプリケーションの作成にあたり、東京農業大学 名誉教授 後藤逸男先生には、試料のご提供など多大なるご協力をいただきました。心より感謝申し上げます。

＞ 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。



＞ ICPE-9800シリーズ
マルチタイプICP発光分光分析装置

関連分野

＞ 環境

＞ 土壌

＞ 食品・飲料

＞ 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