

Agilent 4210 MP-AES による DTPA 抽出土壌サンプル中の 有効微量栄養素の測定

アプリケーションノート
食品安全性・農業

著者

Elizabeth Kulikov
Agilent Technologies
Australia



はじめに

農業ラボでは、植物の発育および農作物の生産量を左右する土壌の品質を評価するために、土壌中の微量栄養素の分析が広く行われています。土壌中の銅、鉄、マンガン、亜鉛などの微量栄養素は、ジエチレントリアミン五酢酸 (DTPA) などのキレート剤を含む溶液で抽出されます。

これらの微量栄養素は、フレイム原子吸光分析法 (FAAS) や誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES) などで測定するのが一般的です。ところが、現代の農業ラボでは、運用コスト削減および安全性向上へのプレッシャーが強まっており、これまでの分析法に代わってマイクロ波プラズマ原子発光分光分析法 (MP-AES) に目が向けられるようになってきました。



Agilent Technologies

従来の手法ではなく MP-AES を選ぶ理由

MP-AES は、土壌などの環境サンプルの分析において次のような優位性を発揮します。

- 運用コストの削減と安全性の向上。
MP-AES は、ポンベの窒素ガス、または Agilent 4107 窒素ジェネレータで空気から抽出した窒素ガスで動作します。アセチレンなど高価で危険なガスが必要ないため、自動分析も可能です。運用コストの削減を目指しているラボ、安全性に不安を抱えているラボに最適な機器です。
- 分析困難なサンプルに対する優れた分析性能。
安定性の高いマイクロ波プラズマにより、高濃度の総溶解固形分 (TDS) を含む DTPA 土壌抽出物や土壌分解物、水溶液など、複雑なマトリックスの分析にも対応できます。
- 多元素分析。
MP-AES では、FAAS よりも高い分析性能、低い検出下限、広いキャリブレーション範囲が実現されます。
- 使いやすさ。
MP-AES では、直感的な MP Expert ソフトウェアとプラグアンドプレイのハードウェアを使用します。機器の設定やメソッド開発を簡単に行うことができ、わずかなトレーニングで高い分析性能を引き出すことができます。また、MP Expert であらかじめ用意されているテンプレートをもとにアプリケーション固有のソフトウェアアプレットを作成できるため、さらに分析が容易になります。

このアプリケーションノートでは、DTPA で抽出した土壌中の微量栄養素 (Cu、Fe、Mn、および Zn) を Agilent 4210 MP-AES で測定した結果を紹介します。

実験方法

使用機器

すべての測定には、一体型加湿器アクセサリと SPS 4 オートサンブラを装着した Agilent 4210 MP-AES を使用しました。この機器には、Agilent OneNeb シリーズ 2 ネブライザ、ダブルパスガラス製サイクロニックスプレーチャンバ、および Easy Fit トーチからなる標準的なサンプル導入システムが搭載されていました。機器のメソッドパラメータと分析対象元素の設定を表 1 に示します。

表 1. Agilent 4210 MP-AES とメソッドパラメータ。

パラメータ	値			
	Cu	Fe	Mn	Zn
元素				
波長 (nm)	324.754	259.940	257.610	213.857
ネブライザ	OneNeb シリーズ 2			
ネブライザ流量 (L/min)	0.75			
ポンプレート (rpm)	15			
サンプルポンプチューブ	オレンジ/緑 Solvaflex			
廃液ポンプチューブ	青/青 Solvaflex			
読み取り時間 (秒)	3			
繰り返し回数	3			
サンプル取り込み遅延 (秒)	35			
洗浄時間 (秒)	20			
安定化時間 (秒)	10			
バックグラウンド補正	自動			
ガス供給源	窒素ポンベ			

標準溶液の調製とサンプル前処理

土壌サンプルは、乾燥・粉碎された状態で提供されました。抽出液には、0.005 M ジエチレントリアミン五酢酸 (DTPA)、0.01 M 塩化カルシウム二水和物 ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、および 0.1 M トリエタノールアミン (TEA) の混合液を使用しました。

この抽出液を調製するために、1.97 g の DTPA、1.47 g の $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、および 13.3 mL の TEA を個別に蒸留水に溶解してから混合しました。その後、濃 HCl で pH 7.3 に調整し、蒸留水を加えて 1 L にしました。

10 g の土壌を計量し、20 mL の DTPA 抽出液を加えました。120 分間振とうした後、サンプルをろ紙でろ過しました。

多元素標準溶液は、Cu および Zn については 0.5、2.5、および 5.0 µg/mL、Mn については 5.0、25.0、および 50.0 µg/mL、Fe については 25.0、50.0、および 100.0 µg/mL の濃度で調製しました。すべてのキャリブレーションブランクおよび標準溶液の調製は、DTPA 抽出液で行いました。

結果と考察

有効な濃度範囲

4 種類のすべての元素について直線の検量線が得られました。検量線の直線性は 0.999 以上 (表 2)、各ポイントにおけるキャリブレーション誤差は 10 % 未満でした。例として、Cu 324.754 nm の検量線を図 1 に、各キャリブレーションポイントにおけるキャリブレーション誤差を表 3 に示します。

表 2. 波長と検量線濃度範囲。

元素と輝線波長 (nm)	濃度範囲 (mg/mL)	相関係数
Cu 324.754	0.5 ~ 5	1.000
Fe 259.940	10 ~ 100	0.999
Mn 257.610	5 ~ 50	0.999
Zn 213.857	0.5 ~ 5	0.999

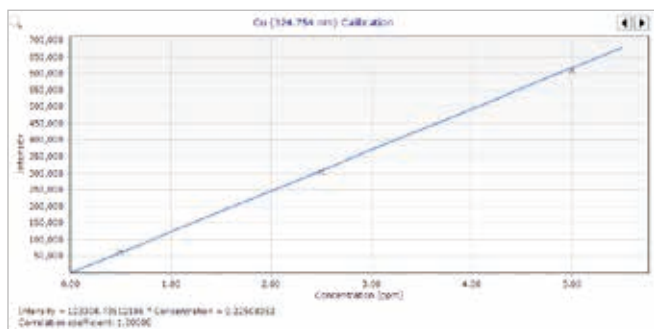


図 1. Cu 324.754 nm の検量線は、キャリブレーション範囲に渡って相関係数 1.00000 という優れた直線性を示しています。

表 3. Cu 324.754 nm の各キャリブレーションポイントにおけるキャリブレーション誤差 (%)。

標準溶液	キャリブレーション誤差 (%)
ブランク	0.00
標準溶液 1	1.31
標準溶液 2	0.59
標準溶液 3	0.94

メソッド検出下限

分析中に 0.5 µg/mL の添加ブランク DTPA 抽出液を 10 回繰り返し測定し、3 シグマメソッド検出下限 (MDL) を求めました。表 4 に示す結果は、3 回の分析サイクルの平均値です。

表 4. Agilent 4210 MP-AES での分析に用いた各元素の波長と、DTPA 抽出液のサンプリング重量 10 g における MDL。

元素	波長 (nm)	MDL (mg/kg)
Cu	324.754	0.06
Fe	259.940	0.03
Mn	257.610	0.03
Zn	213.857	0.05

添加回収率

メソッドの真度を確認するために、DTPA 抽出土壌サンプルに Cu、Fe、Mn、および Zn をそれぞれ 5、40、20、および 5 mg/kg の濃度で添加しました。各添加サンプルの回収率を表 5 に示します。4 種類のすべての分析対象元素について、期待値の ±10 % 以内の回収率が得られました。この結果から、このアプリケーションに対するメソッドの優れた適応性が明らかになりました。

表 5. Agilent 4210 MP-AES による DTPA 抽出土壌サンプル中の全元素の添加回収率。

元素と輝線波長 (nm)	DTPA 抽出土壌サンプル (mg/kg)	添加濃度 (mg/kg)	濃度測定値 (mg/kg)	回収率 (%)
Cu 324.754	0.43	5	4.58	92
Fe 259.940	22.81	40	36.46	91
Mn 257.610	6.56	20	18.09	90
Zn 213.857	0.23	5	4.62	92

長期的な安定性

Agilent 4210 MP-AES の長期安定性を評価するために、3 時間の連続測定に渡って約 2 分おきに DTPA 抽出土壌サンプルを分析しました。その結果を図 2 に示します。すべての元素について RSD 2 % 未満の測定精度が 3 時間に渡って維持され (表 6)、優れた安定性が示されました。

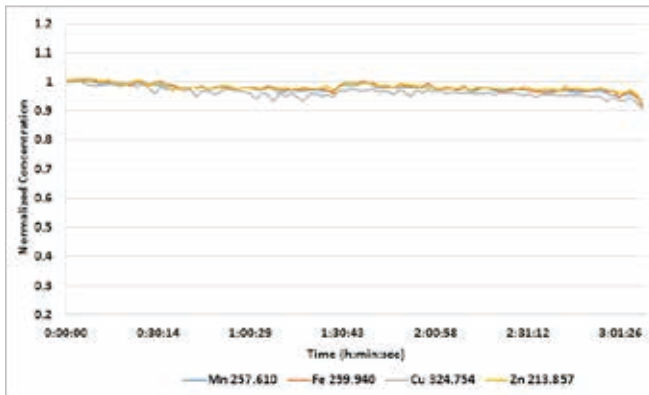


図 2.3 時間に渡って測定した DTPA 抽出土壌サンプル中の Cu、Fe、Mn、および Zn の正規化濃度。

表 6. DTPA 抽出土壌サンプル中の Cu、Fe、Mn、および Zn に対する Agilent 4210 MP-AES の長期安定性結果 (RSD (%))。

元素	波長 (nm)	RSD (%)
Cu	324.754	1.77
Fe	259.940	1.45
Mn	257.610	1.38
Zn	213.857	1.21

結論

今回の調査により、Agilent 4210 MP-AES が DTPA 抽出土壌サンプル中の微量栄養素に関するコスト効率に優れた分析に適していることが実証されました。マイクロ波プラズマが窒素ガスから生成され、高価な可燃性ガスが必要ないため、運用コストを削減できるうえ、ラボの安全性も高まります。また、MP-AES はプラズマ温度が高いため (5000 K)、FAAS よりもサンプルマトリックス耐性に優れ、検出下限が低く、広い有効濃度範囲に対応できます。

この調査で使用したメソッドについて次のことがわかりました。

- すべての元素について優れた MDL と目標値の ±10 % 以内という添加回収率を実現する高い分析性能
- 幅広い濃度範囲に渡る優れた直線性
- 3 時間に渡って 2 % 未満の RSD を維持する優れた長期安定性

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2016

Printed in Japan, September 1 2016

5991-7250JAJP



Agilent Technologies