近赤外分光法を用いた土壌診断手法の開発 —偏光を利用した手法の検討—

梅田大樹¹・澁澤 栄²・高柳正夫²・岡山 毅³・平子進一⁴

¹東京農工大学大学院連合農学研究科 東京都府中市幸町 3-5-8 (〒183-8509)

²東京農工大学大学院共生科学技術研究院 府中市幸町 3-5-8 (〒183-8509)

³東京農工大学大学院生物システム応用科学府 府中市幸町 3-5-8 (〒183-8509)

⁴シブヤマシナリー株式会社 金沢市進和町 6 (〒921-8006)

(2006年 5 月15日 受理)

Development of Soil Diagnosis Technique Using Near-Infrared Spectroscopy —Applicability of Technique Using Polarized Light—

Hiroki UMEDA¹, Sakae SHIBUSAWA², Masao TAKAYANAGI²,
Tsuyoshi OKAYAMA³, and Shinichi HIRAKO⁴

¹The United Graduate School of Agricultural Science, Tokyo University of Agriculture and Technology
3-5-8 Saiwai-Cho, Fuchu, Tokyo 183-8509, Japan

²Institute of Symbiotic Science and Technology, Tokyo University of Agriculture and Technology
3-5-8 Saiwai-Cho, Fuchu, Tokyo 183-8509, Japan

³Graduate School of Bio-Applications and Systems Engineering, Tokyo University of Agriculture
and Technology, 3-5-8 Saiwai-Cho, Fuchu, Tokyo 183-8509, Japan

⁴Shibuya Machinery Co., Ltd., 6 Shinwamachi, Kanazawa, Ishikawa 921-8006, Japan

(Received May 15, 2006)

A new technique applying polarized near-infrared spectroscopy is proposed for precise measurements of moisture content in soil. Diffuse reflectance spectra of seven kinds of soil samples were measured. Linear relation between the moisture content and the signal intensity due to water is lost when the moisture content of the soil is high, presumably because intense direct reflection at the sample surface interferes measurements. Application of polarized light was found to improve the precision of quantitative measurement. In the scheme, by using a polarizing plate for each of the incident and reflected light, p-polarized light was irradiated on a soil sample, while only the s-polarized light from the sample was detected. The technique is expected to be applicable not only for precise measurements of moisture content but also for diagnosis of texture of soil with high concentration moisture.

Keywords: Near-infrared spectroscopy, soil physics, soil condition, moisture content, polarized measurements

1. はじめに

農業や土木の分野では、土性（土壌が持つ物理的、あるいは化学的な性質）の迅速な分析が非常に重要な課題である。しかし従来用いられている土壌診断法の多くは、土壌を現場から採取して研究室に持ち帰り、研究室内で風乾・粉碎し、さらにふるいがけをするなど、多大な労力と時間を要するものである¹⁾。それらの手法には、結果の精度が試験者の経験に大きく依存するといった難点もある。そこで、分光分析を用いて簡便で精度良く土性を調べるための研究や装置開発が数多く行われている。特に、近赤外分光

法により土壌中の水分を始めとする化学成分を定量する研究は、今までにも数多く報告されてきた²⁻⁹⁾。

近赤外光を用いて土壌中の化学成分を分析することができる。土壌の含水比があまり高くない条件下では、近赤外分光法による土壌中の化学成分の推定精度は比較的良好である¹⁰⁾。しかし、土壌中の水分が測定を妨害することが知られている。そのために、測定の妨害とならない程度の水分しか含まない試料についての測定を行うか、試料を乾燥させてから測定することが一般に行われている。現場でリアルタイムに土壌のスペクトルを測定する場合でも、降雨直後の測定は避けることが多い。しかしながら現場でリ

アルタイムに土壌診断を行う場合には、測定対象の土壌が高含水状態である可能性も十分にあるから、あらゆる含水条件に対応する土壌診断法が是非とも必要である。

そこで本研究では、どんな含水条件でも現場でリアルタイムに精度良い土壌診断が可能な分光手法の開発を目的とした。含水比の変化に伴い土壌への光の浸透や反射が変化して、測定に影響をおよぼす。測定に偏光を用いることによりこの影響を低減させる手法の開発を試みた。また、開発した手法の性能を検討した。さらに、含水比の変動が土壌のどのような物性を変化させて分光測定に影響を与えるのかを検討した。

2. 装 置

以下のような条件を設定して、装置を設計した。

- (1) 拡散反射測定法の採用。
- (2) 入射角および反射角を変更できること。
- (3) 入射部と試料、および試料と受光部の距離を変更できること。
- (4) 入射部および反射部に、偏光フィルタを設置できること。また、設置した入射部・反射部のフィルタの透過光軸角度を調整できること。

Fig. 1 に、試作した装置の模式図を示す。光源には、光量調整機能付きの150 W ハロゲンランプユニット（モリテックス, MHF-G150LRC）を用いた。観測面への投光には、550–1950 nm の波長域での損失が20 dB/km 以下の2分岐光ファイバ（住友電気工業, 特注品）を用いた。

分光部には、近赤外小型分光器（Carl Zeiss, MMS NIR1.7tl, Fig. 1 中では InGaAs spectrograph）を用いた。試料からの散乱光（反射光を含む）は、集光ファイバ〔透過波長400–2100 nm のバンドルファイバ（スペクトラ・

コープ, LIR105)〕により分光器に導かれる。分光器に入射した光は、収差補正フラットフィールドグレーティングで分光され、内蔵する128素子の InGaAs フォトダイオードアレイにより900–1700 nm の波長域のスペクトルを分解能18 nm で得ることができる。

可視光領域のスペクトルを同時に測定するために、超小型分光器（Carl Zeiss, MMS1, Fig. 1 中では Si spectrograph）を併置した。この分光器への集光には、透過波長300–900 nm のバンドルファイバ（スペクトラ・コープ, LUV105）を用いた。この分光器により、可視光領域のスペクトルを分解能10 nm で得ることができる。

分光器の出力は、PCI バス接続の専用インターフェース（Tec5, PCI ボード型インターフェース OE-PCI）を通して、産業用の PC/AT 互換機（Proside, JM5523DT-ATX, CPU: Pentium-MMX, 233 MHz, メモリ: 128 MB）に取り込んで保存した。

投光ファイバおよび集光ファイバそれぞれの先端に、偏光フィルタ（シグマ光機, SPFN-30C-26, 適用波長760–2000 nm）を取り付けた。これらのフィルタは、光軸に直交する面内で360°回転させることができる。光による過熱を避けるため、投光側の偏光フィルタには圧縮空気を吹き付けた。これらの偏光フィルタを取り外して、非偏光を用いた測定を行うことも可能である。

光源と投光ファイバの接合部分に、入射光をオン・オフするためのシャッターを設置した。このシャッターを閉じて分光器への光を遮断することにより、分光器のダーク信号（バックグラウンド信号）を測定することができる。

3. 実 験

試料として、次の7種類の土壌を用いた。

- (1) 東京農工大学圃場土
- (2) 群馬県農業技術センター圃場土
- (3) 埼玉県本庄市圃場土
- (4) 愛知県豊橋市圃場土 A
- (5) 愛知県豊橋市圃場土 B
- (6) 山口県豊浦砂
- (7) 鹿児島県火山灰土（白砂）

これらの土壌は、現地に複数地点で採取後、密閉容器に入れて持ち帰った。持ち帰った後、複数地点から得られた土壌をよく混合し、バット内に入れて風乾させた。測定は、ペトリシャーレに入れた適当量の試料について行った。

土壌の含水比は、以下のように定義される。

$$\text{含水比(\%)} = \frac{\text{水分質量}}{\text{乾燥土壌質量}} \times 100 \quad (1)$$

ここに「水分質量」と「乾燥土壌質量」はそれぞれ、土壌を110°Cで24時間強熱乾燥したときに減少する質量と残存

Fig. 1 Schematic diagram of the newly developed measuring system.

Table 1 Sample size and range of moisture content of the samples in the calibration set

Sample name	Sample size***	Range (%)
TUAT* soil	78	0.2–112.7
Gunma ATC** soil	166	6.1– 79.6
Honjo soil	154	2.4– 69.6
Toyohashi soil (A)	102	1.3– 53.3
Toyohashi soil (B)	164	2.0– 56.1
Toyoura sand	78	0.1– 34.6
Kagoshima sirasu	160	0.4– 54.1

* Tokyo university of agriculture and technology

** Agricultural technology center

*** The number of samples

する質量である。蒸留水を段階的に加えることにより、種々の含水比の試料を準備した。それぞれの種類の土壌試料の標本数 (sample size) および測定に用いた含水比の範囲を、Table 1 にまとめた。

吸光度 A を、以下のように定義した。

$$A = \log(R_{\text{ref.}} - R_{\text{dark}}) - \log(R - R_{\text{dark}}) \quad (2)$$

ここで、

$R_{\text{ref.}}$: 標準反射板に対する検出器出力

R_{dark} : 遮光したときの検出器出力

R : 試料を測定したときの検出器出力

である。反射板として、標準反射板 (Labsphere, SRS-99-020, 公称反射率99%) を用いた。式 (2) の計算をすることで、素子 (フォトダイオード) の暗電流とチャンネルごとの感度の違いを補正することができる。各測定において、偏光フィルタを用いない非偏光測定では20 ms の露光の出力を20回積算、偏光フィルタを用いた測定では20 ms の露光の出力を200回積算した。これらの積算回数は、1000回までの積算試験を行って、十分な SN 比が得られる回数として決定した。

はじめに、装置の再現性および測定条件がスペクトルに与える影響を調べるために、以下の予備実験を暗室内で行った。(1)同一条件 (同一試料, 同一観測距離, 同一の入射角・反射角) で測定を繰り返し、再現性を確認した。この実験では、粒子径が大きく異なった試料についての測定を行うために、豊浦砂と木節粘土を試料に用いた。(2)測定距離 (投光および集光ファイバースコープの先端から試料までの距離) を75 mm 一定として、4つの異なる大きさの入射角と反射角 (30, 45, 60, 90°) で標準反射板の測定を行い、入射角と反射角の変化が測定結果に与える効果を調べた。(3)豊浦砂を用い、ナイフで表面状態 (表面の粗さ) を変化させながら測定を繰り返し、表面状態の変化が測定結果に及ぼす影響を調べた。

次に、7種類の土壌について、種々の含水比で偏光および非偏光を用いた測定を行った。偏光測定は、投光部フィ

ルタを p 偏光 (振動方向が入射面内にある直線偏光) に、受光部フィルタを s 偏光 (振動方向が入射面と直交する方向の直線偏光) に設定して行った (Fig. 1)。一般に物体表面での光の反射と透過の比率は、p 偏光で透過の比率が大きくなり、s 偏光では反射の比率が大きくなることが知られている。照射光を p 偏光に設定をすることにより、試料内部に光が入り込む割合を増やすことができるものと考えられる。一方、試料表面での直接反射光では偏光が保存されるのに対して、試料内部に入り込んだ後に拡散反射によって再度外部に出てくる光では偏光が保存されない。従って、検出器に入射する光の偏光を照射光の偏光と異なるものに設定することにより、検出器に入射する直接反射光の光量が抑制されると考えられ、より精度が高い測定が可能になるものと期待できる。非偏光状態の測定の結果と比較することにより、偏光測定の効果を検討した。

最後に、含水比の変化に伴うスペクトル変化が土壌のどのような物理性変化に起因しているかを検討するために、JIS A1205に準拠して、塑性及び液性限界値の測定を行った。

4. 結果と考察

4.1 予備実験

再現性確認の実験結果を、Fig. 2 に示す。豊浦砂 (含水比, 0.12%) と木節粘土 (含水比, 3.73%) のそれぞれについて、同一測定条件 (入射角と反射角が45°, 観測距離75 mm) で同一試料の測定を2回行い、その差スペクトルを示したものである。1000 nm よりも短波長側では、検出器の感度が低下して SN 比が下がるために、いずれの試料についても再現性が悪くなっている。このことから、本測定装置の実用波長領域は1000–1700 nm であると結論した。

入射角と反射角を変化させたときのスペクトルの変化を、Fig. 3(a) に示す。ここでは、入射角と反射角の双方を90°とし、入射部からの測定光を土壌に照射することなく直接受光部で受けたときの受光強度を基準にして、その他の角度で測定を行ったときの減衰比を表示してある。

入射角・反射角を小さくするに従って検出器に到達する光量が減少し、ベースラインが変動することが観測された。この変動のために、入射角・反射角が異なる条件で測定したスペクトルに観測される信号の強度を比較することが困難になる。それぞれの角度で観測されたスペクトルを二次微分して比較した [Fig. 3(b)]。しかし、異なる角度で測定したスペクトルは二次微分しても完全には重ならなかった。すなわち、二次微分によりベースラインと信号強度を完全に補正することは困難であることがわかった。

入射角・反射角が異なる条件で観測されたスペクトルの比較が容易ではないことがわかったので、以後の測定では入射角・反射角の大きさを45°に固定した。

Fig. 2 Reproducibility of measurement shown for Toyoura sand and Kibushi clay with difference spectra between spectra obtained by repeated measurements.

Fig. 3 (a) Reflection spectra of Toyoura sand measured with different angles of incidence and receiving. (b) Second derivative spectra of spectra shown in (a).

本研究の測定対象は、性質上その表面状態が一樣ではない。そこで、表面状態の違いがスペクトルに与える影響を検討した。入射角と反射角をいずれも45°とし、光路長（照射ファイバ出口から試料、および試料から集光ファイバ入口までの距離）をいずれも75 mmに設定した。試料には、豊浦砂（含水比0.14%）を用いた。表面状態の変化は、ナイフを用いて表面を均平にし直すことにより行い、極端な凹凸を作ることは行わなかった。測定結果を、Fig. 4(a)に示す。ここでは、縦軸に吸光度をとって比較をしている。

表面状態が異なると、ベースラインが上下に変動することが見出された。異なる表面状態の試料について観測されたスペクトルをそれぞれ二次微分したところ、スペクトル

Fig. 4 (a) Reflection spectra of Toyoura sand measured with different surface conditions. Solid line and dashed line correspond to the measurements for the different surface conditions. (b) Second derivative spectra of spectra shown in (a).

はほぼ完全に重なりあった [Fig. 4(b)]. このことから、試料の表面状態変化は、ベースラインのシフトのみを引き起こすと考えられる。従って表面状態の違いによって引き起こされるスペクトルの変化は、近赤外分光分析法で一般的に用いられているスペクトル処理方法によって十分に補正できると判断した。

以上の基礎実験から、一部の条件を固定して測定を行い、得られたスペクトルに対して適切な処理を行うことにより、本装置で土壌について十分再現性のあるデータを得ることが可能であると判断した。

4.2 土壌の含水比依存性

異なる含水比の豊浦砂についての測定結果を、Fig. 5に示す。1450 nm（水のOH伸縮振動の第一倍音）付近の吸収帯についての(a)非偏光および(b)偏光での測定結果であり、それぞれ含水比33, 30, 20, 10, 0%の試料についての測定結果をまとめて示してある。非偏光、偏光いずれを用いた測定でも、含水比増大とともに吸光度が増大する傾向が見られた。しかし、その増加の程度は必ずしも含水比に比例せず、特に非偏光で含水比33%の試料を測定したときには、含水比30%の試料を測定した場合に比べて吸光度が著しく小さくなった。偏光測定では、0-33%の含水比の領域で含水比に対する吸光度の逆転変化は観測されなかった。

Fig. 5のスペクトルの2次微分スペクトルを、Fig. 6に示す。これらの2次微分スペクトルは、The Unscrambler

Fig. 5 Near-infrared absorption spectra of Toyoura sand with different moisture contents measured with (a) non-polarized and (b) polarized light.

Fig. 6 Second derivative spectra of spectra shown in Fig. 5.

Ver.9.2 (Camo AS) による Savitzky-Golay¹¹⁾の微分処理により得たものである。2次微分をすることによりベースラインのシフトが補正されて、1450 nm 付近の挙動がより明瞭に見えるようになっている。非偏光測定結果を2次

Fig. 7 Simple correlation coefficient for linear regression of signal intensity due to water in second derivative spectra against moisture contents (Toyourea sand).

微分しても、含水比33%の試料での信号強度が含水比30%の試料の信号強度よりも小さくなることが観測されている。

1450 nm の吸光度が含水比に対してどのように変化するかを、次のように検討した。含水比が C 以下の測定結果について含水比と1450 nm の吸光度の2次微分値を直線回帰させたときの相関係数 (R^2) を求め、横軸に含水比 C 、縦軸に相関係数 (R^2) をとって解析結果をプロットした (Fig. 7)。このプロットは、含水比が増大したときにどこまで測定結果の直線性が保証されるかを明瞭に見るのに適している。このプロットにより、非偏光および偏光を用いた測定の解析結果を比較した。

非偏光、偏光のいずれを用いた場合でも、含水比が小さな領域では相関係数がほぼ1となり、含水比と信号強度の間に直線関係が成り立っていることがわかる。含水比の小さな領域 (2%以下) で小さな相関係数が得られているのは、少ない測定点数で直線回帰を行ったためにわずかな直線からのずれが強調されたものである。

含水比が大きくなると、ある含水比以上で急激に相関係数が小さくなる。すなわち、含水比に対する信号強度の直線性が失われる。その限界含水比が、偏光測定にくらべて非偏光を用いた測定で小さいことが見出された。Fig. 7では、非偏光測定結果のプロットが含水比約25%で急激に下降線をたどるのに対して、偏光測定の結果は30%を超えて初めて減少を始める。

大きな含水比で信号強度の直線性が失われるのは、試料の表面が水に覆われたときに、(1)表層水による吸収と反射のために試料内部に測定光が入り込まなくなること、および(2)検出器に入射する直接反射光の強度が増大すること、が原因だと考えられる。偏光測定では、(1)投光に p 偏光を用いることにより試料表面での反射率が下がり、試料内部に入り込む測定光の割合が増えること、および(2)受光を s 偏光に限定することにより直接反射光の影響を低減させることができること、の2点により高含水比での測定結

Fig. 8 Simple correlation coefficient for linear regression of signal intensity due to water in second derivative spectra against moisture contents.

果が改善されたものと考えられる。

その他の7種類の土壌試料についての測定結果を、Fig. 8にまとめて示す。いずれの試料においても、(1)高含水比になるに従って相関係数が小さくなること、(2)非偏光測定に比べると偏光測定のほうがより高含水比まで高い相関係数が保たれること、が見出された。しかし、どの程度の含水比まで高い相関係数が保たれるかは試料により異なる。二種の愛知県豊橋市圃場土ではいずれも20~30%の含水比で相関係数が小さくなり始めているのに対して、鹿児島県火山灰土（白砂）では45%程度まで、群馬県農業技術センター圃場土では非偏光測定でも50%程度まで大きな相関係数が保たれている。また、偏光による測定結果改善の程度も試料により大きく異なり、ほとんど改善が見られない場合〔鹿児島県火山灰土（白砂）〕から極めて大きな改善が見られる場合（埼玉県本庄市圃場土）までが見られた。

以上の実験結果から、(1)低含水比の領域では非偏光、偏

光のいずれを用いても含水比に関する正確な情報を得ることが可能であること、(2)偏光を用いた測定を行うことでより高い含水比の領域で正確な情報を得られるようになること、が明らかになった。

4.3 含水比と土壌物理性

信号強度の直線性が失われる含水比の値にどのような意味があるのか、また偏光測定と非偏光測定の結果に差が現れる含水比の領域はどのような状態なのかを考察するために、山口県豊浦砂と鹿児島県火山灰土（白砂）を除いた5種の試料のそれぞれについて、分光分析後、JIS A1205に準拠した塑性及び液性限界値の測定を行った。塑性限界値とは土壌が塑性状態から半固体状に移る時の含水比、液性限界値とは土壌が塑性状態から液状に移る時の含水比であり、いずれも土壌の物理性（含水状態の違いによる外力に対する抵抗の仕方の違い）を表す重要な値である。

得られた分析結果を、Table 2に示す。「塑性および液性限界値が大きな土壌ほど、高い含水比まで相関係数が大

Table 2 Physics values of soil samples

Sample name	Plastic limit value (%)	Liquid limit value (%)
TUAT* soil	52.8	65.9
Gunma ATC** soil	29.7	51.7
Honjo soil	27.1	40.4
Toyohashi soil (A)	20.3	35
Toyohashi soil (B)	22.9	32.9
Toyoura sand	—	—
Kagoshima sirasu	—	—

* Tokyo university of agriculture and technology

** Agricultural technology center

きい。」という定性的な関係が見出された。また、液性限界値付近から相関係数の低下が見られる傾向があることがわかった。従って、スペクトル測定における相関係数の低下は、土壌試料中の水分の存在状態の変化と関係する現象であると考えることができる。しかしながら、相関係数の低下が始まる含水比と塑性および液性限界値の間に厳密な相関があるわけではなく、また偏光測定と非偏光測定の結果の違いを塑性および液性限界値で説明することができないことなどを考え合わせると、スペクトル測定から土壌の

物理性の情報を直接得ることは現状では困難だと考えられる。反対に、相関係数が低下することの物理的な意味については、更なる検討が必要である。

参考文献

- 1) 社団法人地盤工学会：土質試験—基本と手引き—(丸善，東京，2001)。
- 2) 満田綾子，原田雅樹，柳 裕文，中野 修：SANYO Tech. Rev. **35**, 40 (2003)。
- 3) C. W. Chang, D. A. Larid, and C. R. Hurburgh, Jr.: Soil Sci. **170**, 244 (2005)。
- 4) D. C. Slaughter, M. G. Pelletier, and S. K. Upadhyaya: Appl. Eng. Agric. **17**, 241 (2001)。
- 5) J. W. Hummel, K. A. Sudduth, and S. E. Hollinger: Comput. Electron. Agric. **32**, 149 (2001)。
- 6) K. A. Sudduth and J. W. Hummel: Trans. ASAE **36**, 185 (1993)。
- 7) S. Shibusawa, S. Hirako, A. Otomo, and M. Li: Journal of JSAM **61**, 131 (1999)。
- 8) S. Shibusawa, S. Hirako, A. Otomo, K. Sakai, A. Sasao, and K. Yamazaki: Journal of JSAM **62**, 79 (2000)。
- 9) 澁澤 栄，平子進一：分光研究 **50**, 251 (2001)。
- 10) 松永俊朗，上沢正志：土肥誌 **63**, 712 (1992b)。
- 11) A. Savitzky and M. J. E. Golay: Anal. Chem. **36**, 1627 (1964)。