固相抽出法による土壌溶液中の芳香族カルボン酸の分析

田中福代・西田瑞彦・井田 明*1（九州農業試験場・*1現JA全農）

Fukuyo Tanaka, Mizuho Nishida and Akira Ida: Determination of some Aromatic Acids in Paddy Soil Solution using Solid Phase Extraction

水田土壌から検出される芳香族カルボン酸は水草の窒素吸収、総合量の伸長を抑制することが知られている1)。囲場におけるこれらの水草に対する作用性を調べるために水田土壌中の濃度を溶媒抽出法によって測定してみた2)。この方法は熟練を要し、抽出時間が長く、最も濃度の高い安息香酸の変動がやや大きいという欠点があった。

近年、普及してきた固相抽出（SPE）法によると、水試料中の有機化合物を、溶媒抽出に比べて効率良く回収でき、再現性も良好といわれている。また、操作が簡便で、前処理を短縮できるとされている。

そこで、水田土壌溶液における芳香族カルボン酸濃度の測定にSPE法の適用を検討した。分析は安息香酸（BA）、フェニル酢酸（PA）、2-フェニルプロピオン酸（2PFA）、3-フェニルプロピオン酸（3PFA）、4-フェニル酢酸（4PBA）を対象とした。

1. 装置及び測定条件

定量に用いたGC/MSはHewlett-Packard社のHP5972A（オートサンプラー付）で、分析条件は第1表に示した。

固相抽出には横河アリティカルシステムズのマニホールドを用い、吸引法により行った。

2. 標準操作

1）固相の準備：BondElute C18（200mg）に塩化メチレン6ml、メタノール3ml、水3ml、0.1M塩酸3mlを順次してコンディショニングを行った。2）サンプルの準備：土壌溶液10mlに0.1M水酸化ナトリウム1.0mlを添加し、70℃で3mlまで濃縮し、0.1M塩酸0.2mlを添加して全量を固相にロードした。3）抽出：サンプルを保持した固相を塩化メチレン5mlで溶出し、内部標準試薬のペクレフロ酸安息香酸10μgを添加した。これを無水硫酸ナトリウム上で乾燥し、常圧下45℃で0.5mlまで濃縮した。4）誘導体化：ベンゼン：メタノール（4：1）、トリメチルシリルジアゾメタン50μlずつを添加し、30分以上置き、メチルエステルとした。

3）結果及び考察

1）添加回収実験

水田土壌溶液10mlに既知の芳香族カルボン酸を添加して回収率と再現性を検討した（第2表）。以前の方法に比較して再現性を保ち、抽出に要する時間を半減できた。

2）水田土壌溶液への適用

麦わら連用年数を異なる囲場から採取した水田土壌溶液の芳香族カルボン酸の分析に本法を適用した例（3PFA）を第1図に示した。3PFAの濃度は麦わら施用初年目に最も高く、4年目には無施用の場合と同程度の低い濃度に抑えられた。他のカルボン酸でも同様であった。

引用文献