

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J A 全農)

Fukuyo TANAKA, Mizuhiko 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稻の窒素吸収、種子根の伸長を抑制することが分かっている¹⁾。圃場におけるこれらの水稻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きた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 (2PPA), 3-フェニルプロピオン酸 (3PPA), 4-フェニル酪酸 (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HP5972 A (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ナ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 を順次流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0.1mlを添加し、70℃で3ml以下まで濃縮し、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、内部標準物質のp-クロロ安息香酸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44℃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分以上放置し、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)。以前の方法と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にする圃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 (3PPA) を第1図に示した。3PPA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。他のカルボン酸も同様であった。

引用文献

- 1) TANAKA, F., ONO, S. and HAYASAKA, T., *Soil Sci. Plant Nutri.*, **36**, 97-103, 1990.
- 2) TANAKA, F., *Soil Sci. Plant Nutri.*, **36**, 425-430, 1990.

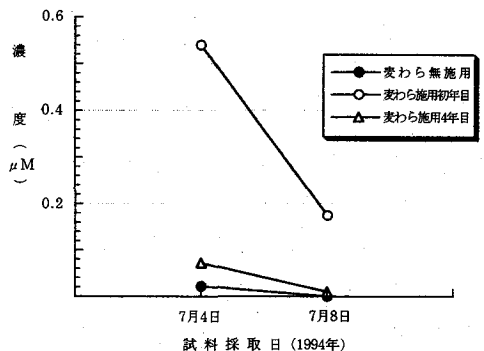
第2表 添加回収実験

芳香族カルボン酸	回収率 (%)	変動係数 (%)	
		固相抽出	溶媒抽出 ²⁾
安息香酸	97.3	4.16	12.2
フェニル酢酸	95.1	-	-
2-フェニルプロピオン酸	98.2	4.82	7.18
3-フェニルプロピオン酸	97.3	5.43	4.72
4-フェニル酪酸	96.9	8.88	3.33

注) 溶媒抽出は既報²⁾ から引用したが、定量法が異なるので回収率は示していない

第1表 GC/MSによる分析条件

GC/MS: HP5972A
 カラム: HP-5MS i.d.: 0.25mm, df: 0.25µm, length: 30m
 昇温: 40℃ (1min) → 170℃ rate: 8℃/min
 注入口温度: 200℃
 注入モード: スプリットレス
 検出: 選択イオン検出法
 選択イオン: BA:136, PA:150,
 2PPA:164, 3PPA:164, 4PBA:178
 (メチルエステルとして)



第1図 麦わら施用歴と3-フェニルプロピオン酸濃度
 注) 麦わら施用: 600kg/1000m², 6月21日