



제목 : 카바메이트계 농약 표준 분석방법

1. 개요

US EPA Method 531.1, AOAC International Protocol 29. A05, 그리고 한국 식품공전 83 등에 카바메이트계 농약의 표준 분석방법으로 제시된 컬럼 후 유도체화 방식을 이용한 HPLC 분석법을 소개합니다

2. 분석 원리

1) N-메틸 카바메이트계 농약의 기본 구조

N-메틸카바메이트계 농약류의 각 물질들은 공통적으로 N-methyl carbamoyl 구조를 가지고 있으며 역상컬럼을 통해 용출되고 높은 온도에서 강한 수용성 염기에 의해 가수분해되어 알코올, CO₂, 메틸아민 등으로 유리되는 성질을 가지고 있습니다. 생성된 메틸아민을 형광유도체화 시약인 OPA 및 친핵성 thiofluor와 반응시켜 강한 형광을 발하는 Isoindole 유도체를 생성하여 분석합니다. 기본 구조상에 보이는 R-그룹에 따라서 그 특성을 달리하는 각각의 카바메이트 농약으로 구분됩니다.

2) 분석 원리

카바메이트 농약의 분석 과정은 시료의 전처리 과정과 분석시스템을 이용한 분석과정으로 나뉩니다. 시료의 전처리 과정은 분석하고자 하는 대상시료의 매트릭스에 따라 그 방법을 달리하며, 전처리 과정에 대한 자료는 응용자료 번호 APP 0500-002를 참조하십시오. 분석시스템을 이용한 혼합 성분의 분리과정과 분리된 성분의 유도체화 과정 및 형광검출기를 사용한 검출로 크게 나뉩니다. 혼합성분의 분리과정은 역상 C18 분리관을 사용하며 이 과정에 적용되는 이동상은 물과 메탄올 혼합용액으로 시간에 따라 그 조성을 달리하여 분석합니다.

성분의 분리

각 성분의 분리과정은 42° C를 유지하면서 역상 C18 컬럼을 사용하고 분리과정에 적용되는 이동상은 Water/MeOH을 이용한 linear binary gradient 조건을 이용합니다. 카바메이트의 용리 순서는 각 성분의 상대적인 Hydrophobicity에 따라서 결정됩니다. 분리된 개별 성분은 다시 두 단계의 유도체화 과정을 거치게 되는데 첫번째는 가수분해 과정이고, 두번째는 형광유도체화 과정입니다.

가수분해

분리관을 통과하면서 분리된 각 성분은 100°C 부근에서 가수분해 시약(NaOH)과 반응하여 Alcohol, Carbonate, Methylamine 으로 분해됩니다.





APPLICATION NOTE

유도체화

유도체화 과정은 가수분해 과정을 거쳐서 생성된 methylamin이 o-phthalaldehyde 및 친핵성 Thiofluor(또는 mercaptoethanol)와 반응하여 강한 형광을 띄는 1-methyl-2-alkylthioisindole 유도체를 생성합니다.

유도체화 조건

Reagent 1 : 0.05 N NaOH	Reagent 2 : OPA & Thiofluor
Flow rate : 0.3 mL/min	Flow rate : 0.3 mL/min
Reactor 1 : 500uL, 100°C	Reactor 2 : 100uL, Ambient

위와 같이 분리, 가수분해 및 유도체화를 거친 카바메이트계 농약류는 Excitation 파장 330nm, Emission 파장 465nm의 조건에서 최적의 검출감도로 분석합니다.

3. 분석 조건

분석시스템

Post-column derivatization system
Solvent delivery module
4 channel vacuum degasser & mixer
Fluorescence detector(OPA 용)
Manual Sample Injector with switch
Data system
Application kit for Post-column derivatization

분석 조건

Column Carbamate column, 250mm X 4.6mm X 5.0um

Column temp. 42도

Flow rate 1.0mL/min

Injection vol. 20uL

Run time 33min

Gradient Condition	Water	Methanol
Initial	80	20
2 min	70	30
20 min	40	60
25 min	30	70
33 min	20	80

