



제목 : 카바메이트계 농약 분석을 위한 시료전처리

1. 개요

카바메이트계 농약의 HPLC분석을 위해서는 대상 매트릭스에 따라 전처리 방법을 달리해야 합니다. N-메틸카바메이트 분석을 위해 물시료는 메틸렌클로라이드로 추출하고 저질, 유분을 포함한 고체폐기물(oily solid waste) 및 유분(oils)의 경우는 아세토니트릴로 추출합니다. 본 자료에서는 시료 매트릭스에 따른 전처리 방법을 설명합니다.

2. 분석 대상 농약 : Carbaryl

3. 시료의 전처리

1) 전처리용 시약

- 아세토니트릴, CH₃CN
- 메탄올, CH₃OH
- 염화메틸, CH₂Cl₂
- n-헥산, C₆H₁₄
- 에틸렌글리콜, HOCH₂CH₂OH
- 증류수(organic free)
- 수산화나트륨, NaOH
- 인산, H₃PO₄
- 붕산완충액(pH 10)
- o-프탈알데히드, o-C₆H₄(CHO)₂
- 2-멜캅토에탄올, HSCH₂CH₂OH
- N-메틸카바메이트 표준액
- 0.1N 염화아세트산, ClCH₂COOH

2) 시료의 채취 및 보관

N-메틸카바메이트는 염기성 용액, 폐수 그리고 침출수에서 극도로 불안정하기 때문에 시료를 채취한 후 바로 0.1N 염화아세트산액을 넣어 pH 4 ~ 5로 산성화하여 채취일로부터 분석이 끝날 때까지 직사광선이 없는 4°C에서 보관합니다. N-메틸카바메이트는 염기에 의한 가수분해와 열에 약합니다. 모든 시료는 채취한 7일 이내에 시료의 전처리에 따라 추출하여야 하고 추출 후 40일 이전에 분석하여야 합니다.

3) 추출

가. 수질시료

시료 100mL를 250mL의 분액깔때기에 넣고 메틸렌클로라이드 30mL로 2분 정도 격렬하게 흔들어 추출한 후 정치하고 메틸렌클로라이드층을 분취한다. 추출을 1회 이상 반복하고 추출액을 합하여 100mL의 메스플라스크에 옮겨 메틸렌클로라이드를 넣어 표선까지 채운다. 에틸렌글리콜 100μL를 미리 넣어둔 10mL의 바이알에 추출액 10mL를 넣는다. 50°C로 설정한 heating block에 바이알을 설치하고 질소가스를 불어 넣어 추출액을 날려보내고 에틸렌글리콜이 남아 있을 때까지 천천히 증발시킨다. 남아있는 에틸렌글리콜에 메탄올을 넣어 1mL로 한다. 일회 용 0.45μm 여지를 이용하여 추출액을 여과한다.





APPLICATION NOTE

나. 저질, 토양, 슬러지 및 소수성 부유물 시료

시료 20g을 취하여 테프론 마개가 있는 250ml의 삼각플라스크에 넣고, 아세트니트릴 50ml를 넣은 후 2시간 동안 흔들어준다. 5-10분 방치하여 침전이 생기면 추출액을 250ml의 원심분리관에 넣는다. 아세트니트릴 20ml로 2회 이상 추출을 반복하며, 매번 1시간동안 흔들어 추출한다. 추출액을 합하여 200rpm에서 10분간 원심 분리한다. 100ml 메스플라스크에 상등액을 가만히 따르고 아세트니트릴을 넣어 표선까지 채운다.

미리 아세트니트릴 5ml로 씻어놓은 C-18 역상 카트리지에 아세트니트릴 추출액 15ml를 통과시켜 용출시킨다. 용출액의 처음 2ml는 버리고 나머지를 모은다. 에틸렌글리콜 100 μ l를 미리 넣어둔 10ml의 유리제 바이알을 설치하고 용출액 10ml를 넣고 질소 가스를 불어넣어 추출액을 날려보내고 에틸렌글리콜이 남아 있을 때까지 천천히 증발시킨다. 남아있는 에틸렌글리콜에 메탄올을 넣어 1ml로 한다. 일회용 0.45 μ m 여지를 이용하여 추출액을 여과한다.

다. 기름과 같은 비수용성 물질로 심하게 오염된 토양시료

시료 20g을 테프론 마개가 있는 250ml의 삼각플라스크 안에 넣고, n-헥산 60ml를 넣은 후 1시간동안 흔들어 준 후 아세트니트릴 50ml를 넣고 3시간 동안 흔들어 준다. 침전물이 가라 앉는 동안 5-10분 방치한 후 250ml의 분액깔때기에 추출액을 옮긴다. 100ml의 메스플라스크에 여지를 통해 아세트니트릴(바닥층)을 여과한다. 시료를 추출한 잔유물에 n-헥산 60ml 및 아세트니트릴 50ml를 넣고 1시간동안 흔들어 준다. 잠시동안 방치한 후 처음 추출이 끝난 n-헥산을 포함하고 있는 분액깔때기에 상등액을 따른다. 2분 동안 분액깔때기를 흔든 후에 상이 분리되도록 방치하고 100ml의 메스플라스크에 여지를 통해 아세트니트릴층을 여과한 후 아세트니트릴을 넣어 표선까지 채운다.

미리 아세트니트릴 5ml로 씻어놓은 C-18 역상 카트리지에 아세트니트릴 추출액 15ml를 통과시켜 용출시킨다. 용출액의 처음 2ml는 버리고 나머지를 모은다. 에틸렌글리콜 100 μ l를 미리 넣어둔 10ml의 바이알을 설치하고 용출액 10 ml를 넣고 질소 가스를 불어넣어 추출액을 날려보내고 에틸렌글리콜이 남아 있을 때까지 천천히 증발시킨다. 남아있는 에틸렌글리콜에 메탄올을 넣어 1ml로 한다. 일회용 0.45 μ m 여지를 이용하여 추출액을 여과한다.

라. 기름과 같은 비수용성 용액

시료 20g을 125ml의 분액깔때기에 넣는다. n-헥산 40ml 및 아세트니트릴 25ml를 넣고 심하게 2분 동안 흔들어 준다. 상 분리를 위해 방치하고 100ml 메스플라스크에 여지를 통해 아세트니트릴층(바닥층)을 여과한다. 다시 분액깔때기에 아세트니트릴 25ml를 넣고 2분간 흔들어 추출하여 처음의 100ml 메스플라스크에 여지를 통해 아세트니트릴층을 여과한다. 추출여과조작을 1회 더 반복하고 100ml의 메스플라스크에 아세트니트릴을 넣어 표선까지 채운다.

미리 아세트니트릴 5ml로 씻어놓은 C-18 역상 카트리지에 아세트니트릴 추출액 15ml를 통과시켜 용출시킨다. 용출액의 처음 2ml는 버리고 나머지를 모은다. 에틸렌글리콜 100 μ l를 미리 넣어둔 10ml의 유리제 바이알을 설치하고 용출액 10 ml를 넣고 질소 가스를 불어넣어 추출액을 날려보내고 에틸렌글리콜이 남아 있을 때까지 천천히 증발시킨다. 남아있는 에틸렌글리콜에 메탄올을 넣어 1ml로 한다.

일회용 0.45 μ m 여지를 이용하여 추출액을 여과한다.

4. 시료의 분석

영린 카바메이트 전용 분석시스템을 이용하여 분석합니다.



영린기기

431-836 경기도 안양시 동안구 호계2동 899-6 Tel : 031-428-8700 Fax : 031-428-8787
Homepage : www.younglin.com E-mail : sales@younglin.com