



제목 : 수중 카바메이트계 농약 분석

1. 개요

본 자료에서는 US EPA 531.1에 명시된 Post Column Derivatization HPLC를 이용한 수중 N-Methylcarbamoyloximes 과 N-Methylcarbamates 분석방법을 소개합니다.

2. 분석 대상 농약

Aldicarb, Aldicarb Sulfone, Aldicarb Sulfoxide, Baygon
Methomyl, Carbofuran, Carbaryl, 3-Hydroxycarbofuran
Methiocarb, Oxamyl

3. 분석 방법 개요

물 시료를 filtering 한 후 400uL를 취하여 역상 HPLC 에 주입한다. 분석 대상물질의 분리는 Gradient 조건을 이용한다. HPLC column을 통하여 분리된 성분들은 95 °C에서 0.05N sodium hydroxide (NaOH) 과 반응하여 가수분해되고, 다시 o-phthalaldehyde(OPA)와 2-mercaptoethanol과 반응하여 강한 형광을 띄는 methyl amine 이 생성된다. 이렇게 생성된 형광유도체 화합물은 형광검출기를 사용하여 분석한다. 분석 대상 성분들은 표준시료 검량절차에 따라 정량한다.

4. 분석 방해물질

분석 방해물질들은 대부분 용매나 시약, 초자기구 그리고 시료처리과정에 사용되는 기구들에 존재하는 오염물질에 기인한다. 분석에 사용되는 모든 시약과 기구들은 정기적으로 방해물질이 생성되지 않음을 분석과정을 통하여 확인하여야 한다.

방해물질의 오염은 고농도 시료분석 직후 저농도 시료를 분석하는 경우 발생할 수 있다. 고농도의 시료를 분석한 경우는 1회 이상의 Laboratory Reagent Blank 를 이용하여 방해물질의 잔존여부를 확인한다. 매트릭스 방해물질은 시료에 존재하는 오염물질에 의해 기인한다. 분석물질의 동정은 물리적, 화학적 원리가 다른 선택적인 검출기를 사용하거나 2차 컬럼을 이용하여 시행한다.

5. 분석 장비 및 기구

- 1) 시료채취 bottle : 60 mL screw cap vial, PTFE-silicone septa
- 2) Balance : 분석용으로 0.0001g 칭량 가능
- 3) Filtration
 - Macrofiltration : 유도제화 용액 및 이동상 용매 filter용, 47mm, 0.45um
 - Microfiltration : HPLC 분석전 시료 filter용, 13mm, 0.2um polyester





APPLICATION NOTE

4) High Performance Liquid Chromatograph(HPLC)

- 정속 모드에서 binary gradient가 가능하고 200-400uL 주입이 가능하여야 한다.
- Column 1(Primary column) : 150 mm x 3.9 mm ID, stainless steel, 4um C18
이동상 조건은 Methanol:Water(10:90)에서 2분간 유지하고 25분까지 80:20으로 linear gradient 프로그램
- Column 2(Alternative column) : 250 mm x 4.6 mm ID, stainless steel, 5um ODS
이동상 조건은 Methanol:Water(15:85) 에서 32분까지 100% Methanol로 linear gradient
- Column 3(Alternative column) : 250 mm x 4.6 mm ID, stainless steel, 5um LC-1
이동상 조건은 Methanol:Water(15:85) 에서 32분까지 100% Methanol로 linear gradient
- Post column reactor : Reagent를 이동상과 혼합시킬 수 있어야 하고, PTFE tubing을 사용하며 0.1-1.0 mL/min으로 이송시킬 수 있는 펌프 내장, 두개의 1.0mL coil을 포함하며 이중 하나는 95 °C를 유지시킬 수 있어야 한다.
- 형광 검출기 : 330nm 에서 excitation, 418nm이상에서 emission 에너지 검출

5. 시료 채취, 보존 및 취급

- 1) 시료는 반드시 유리 용기에 채취하여야 한다.
- 2) 시료 보존/ pH 조정 : Oxamyl, 3-hydroxycarbofuran, aldicarb sulfoxide, carbaryl 등은 실온에서 중성 및 염기성 조건일 경우 신속하게 분해된다. 분석대상 성분이 위 물질인 경우 pH 3에서 보관하여야 한다.
 - 60 mL 시료병에 1.8 mL monochloroacetic acid buffer를 첨가한다.
 - 잔류염소가 존재하는 경우 시료 1 liter 당 80mg의 sodium thiosulfate를 시료 채취전 시료용기에 첨가한다.
 - 채취한 시료는 4 °C 조건에서 시료채취시 부터 분석전까지 보관한다.

6. 분석결과

대상 성분	Retention Time(min)		
	Column 1	Column 2	Column 3
Aldicarb Sulfoxide	6.80	15.0	17.5
Aldicarb Sulfone	7.77	15.2	12.2
Oxamyl	8.20	17.4	14.6
Methomyl	8.94	18.4	14.8
3-Hydroxycarbofuran	13.65	23.3	19.0
Aldicarb	16.35	27.0	21.4
Baygon	18.86	29.3	24.4
Carbofuran	19.17	29.6	23.4
Carbaryl	20.29	30.8	25.4
Methiocarb	24.74	34.9	28.6

