

カルバメート系農薬の分析

Analysis of Carbamate Pesticides

N-メチルカルバメート系農薬の分析法としては、HPLCによるポストカラム蛍光誘導体化法が用いられています。

今回、N-メチルカルバメート系農薬9成分について、迅速分析を試みましたので、その分析例についてご紹介します。(M.Takahashi)

N-メチルカルバメート系農薬の迅速分析

Fast Analysis of N-methylcarbamate

N-メチルカルバメート系農薬は、アルカリ条件下で加水分解され、一級アミンのメチルアミンを生成し、蛍光誘導体化試薬により、蛍光検出することが可能です。

Fig.1は、N-メチルカルバメート系農薬標準品9成分を分析した例です。分析カラムとして新開発の高分離カラムFC-ODSカラムの使用とグラジエントプログラムの最適化により、最も溶出の遅いメチオカルブでも約25分付近に溶出させることが可能です。また、カラムの長さが従来より短いため、グラジエントの戻り時間やカラムの洗浄時間も短縮でき、一回の分析サイクルは、最短で32分にまで短縮することが可能です。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

[for separation]	
Column	: Shim-pack FC-ODS (4.6mmI.D. × 75mmL.)
Mobile phase	: water/methanol (gradient elution)
Flow Rate	: 1.0mL/min
Temperature	: 50
[for detection]	
Reagent 1	: 50mM NaOH
Flow Rate	: 0.5mL/min
Temperature	: 100
Reagent 2	: OPA Solution
Flow Rate	: 0.5mL/min
Temperature	: 50
Detection	: RF-10A _{XL} Ex=340nm, Em=445nm

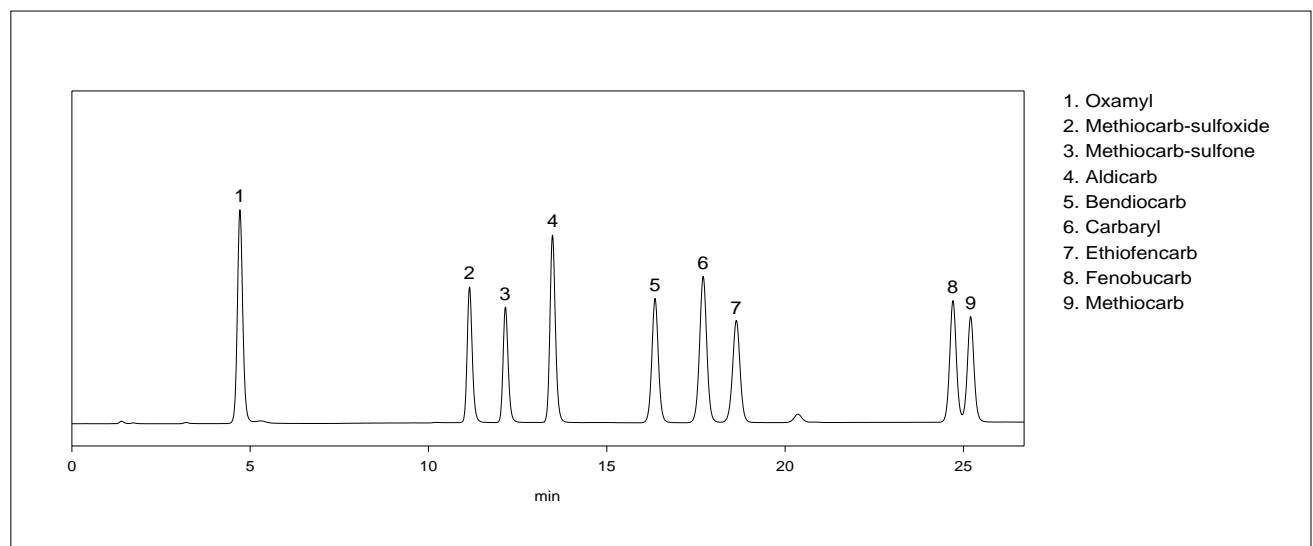


Fig.1 N-メチルカルバメート系農薬標準試料の分析
Chromatogram of Standard Sample (each 1ppm 10 μ L)

N-メチルカルバメート農薬の高感度分析例

Trace Analysis of N-methylcarbamate

Fig.2は、5 ppb濃度を10 μ L注入したときの高感度分析例です。各成分が良好に検出されております。

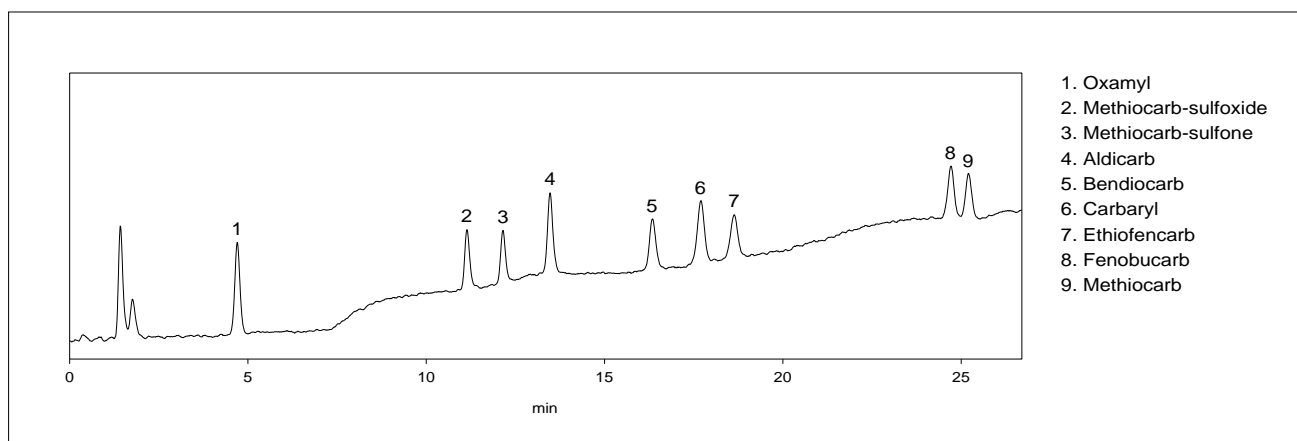


Fig.2 N-メチルカルバメート系農薬標準試料の分析
Chromatogram of Standard Sample (each 5ppb 10 μ L inj.)

1. Oxamyl
2. Methiocarb-sulfoxide
3. Methiocarb-sulfone
4. Aldicarb
5. Bendiocarb
6. Carbaryl
7. Ethiofencarb
8. Fenobucarb
9. Methiocarb

N-メチルカルバメート農薬の再現性

Repeatability of N-methylcarbamate

Table 2は、主なN-メチルカルバメート系農薬の溶出時間と、ピーク面積の再現性を示しています。室内温度変化の大きいところでは、蛍光強度が変化し、面積値再現性が低下する恐れもあります。ここでは、蛍光検出器のセル部分を温調することができるRF-10A_{XL} Superを使用して、環境に左右されず良好な再現性がえられました。

Table 2 N-メチルカルバメート農薬の再現性(n=6)*
Repeatability of N-methylcarbamate

	Aldicarb (%RSD)	Carbaryl (%RSD)	Fenobucarb (%RSD)	Methiocarb (%RSD)
R.T.	0.063	0.058	0.025	0.028
Area	0.184	0.212	0.131	0.264

*RF-10A_{XL} Super使用(セル温度25 一定)

ピリミカルブの分析

Analysis of Pirimicarb

N,N-ジメチルカルバメート農薬のピリミカルブは、N-メチルカルバメート系農薬のようにアルカリ加水分解でメチルアミンは生成しませんが、ピリミカルブ自体が蛍光を有しており、ピリミカルブの検出波長を設定することにより、測定することが可能です。Fig.3は、ポストカラム反応は行わずにN-メチルカルバメート系農薬を含むピリミカルブ溶液を分析した例です。ピリミカルブのみが検出され、検出の上での高い選択性がえられていることがわかります。

Table 3 ピリミカルブの分析条件
Analytical conditions of pirimicarb

Column	: Shim-pack FC-ODS (4.6mmI.D. x 75mmL.)
Mobile phase	: Water/Methanol=1/1(v/v)
Flow Rate	: 0.8mL/min
Temperature	: 40
Detection	: RF-10A _{XL} Ex=317nm, Em=392nm

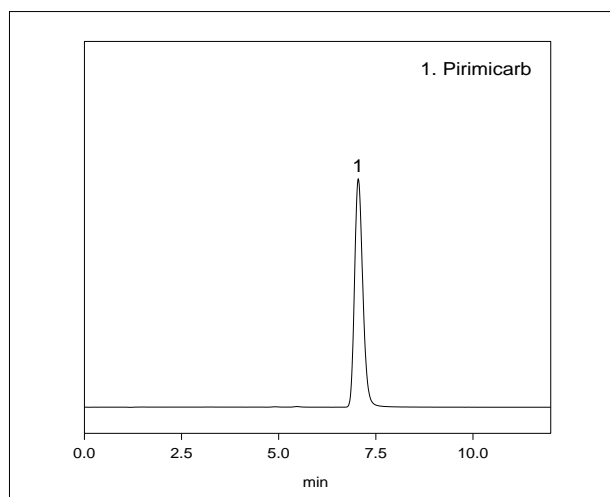


Fig.3 ピリミカルブの分析例
Chromatogram of Standard Sample (Oxamyl, Aldicarb, Bendiocarb, Carbaryl, Ethiofencarb, Fenobucarb, Metiocarb and Pirimicarb 200ppb, Isoprocarb 400ppb 30 μ L inj.).

初版発行：2001年1月
A改訂版発行：2006年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。