

Soxhlet & ASE 장치에 의한 토양중의 다이옥신 추출 효율 비교

미량물질분석팀

류인철 · 이윤국 · 엄석원 · 김민영

Comparison of the Extraction of Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from soils using ASE & Soxhlet

Micropollutant Analysis Team

In-Cheol Ryu, Yune-Guk Lee, Seok-Won Eom, and Min-Young Kim

Abstract

Soxhlet extraction is generally used to extract Polychlorinated dibenzo-para-dioxin(PCDDs) and Polychlorinated dibenzofurans(PCDFs) in soil sample. In this study, Two extraction method was compared for dertermining better recovery efficiency using Accelerated Solvent Extractor(ASE) and Soxhlet extraction from soil sample. The result obtained with recovery(%) of ASE extraction was about 96.5% and Soxhlet extraction was about 86.5%. Generally, Extraction efficiency obtained with the ASE were higher than that with the Soxhlet extraction. The method of ASE was taken 30min for extraction while that of Soxhlet was taken 18hrs and ASE extraction used 30ml of solvent, but Soxhlet extraction only used 350ml of solvent.

Key words : PCDDs, PCDFs, ASE, Soxhlet, HRGC/HRMS, SIM

서 론

토양오염물질 중에는 최근 들어 사회적, 환경적으로 크게 문제가 되고 있는 내분비계 교란물질 중의 하나인 PCDDs(Polychlorinated dibenzo-para-dioxins) 및 PCDFs(Polychlorinated dibenzofurans)

가 포함되어 있다. 환경내에서 다이옥신류의 발생원은 광범위하나 주로 염소를 포함하고 있는 화합물의 연소에 의해 생성된다. 이 물질은 청산가리에 비해 10,000 배나 독성이 강하기 때문에 다이옥신은 지금까지 인간이 만들어낸 물질 중에서 가장 독성이 강한 물질로 알려져 있다¹⁾. 환경 중 대부분의 다이옥신은 대기중의

먼지입자와 먼저 흡착하여 부유하다가 토양이나 풀, 나무등 식물체에 다른 유기물과 함께 흡착되어 광범위하게 분포하게 된다. 토양이나 식물체에 흡착된 다이옥신은 토양 반감기가 비교적 길어 토양에 매우 오랜 기간 동안 잔류 하게 된다. 다이옥신은 열화학적으로 안정하며, 자연계에서 한 번 생성되면 잘 분해되지 않고 안정적으로 존재하며, 지용성 유기오염물질로서 생물농축에 의하여 최종 소비자인 우리 인간에 농축되어 발암성, 심장기능 장애, 최기형성, 성호르몬 변화 및 태아독성 등을 일으킨다^{1,2)}. 이런 독성을 가진 오염물질을 분석하기 위하여 필수조건인 추출에는 여러 방법이 있다. 추출방법으로 Soxhlet 추출법, Sonication 추출법, Liquid-liquid 추출법, Microwave 추출법, Supercritical fluid 추출법, ASE(Accelerated solvent) 추출법등이 개발되어 있다. 본 연구에서는 건조 시료나 토양시료 추출에 사용되는 여러 추출방법 중 일반적으로 널리 사용되는 추출 방법인 Soxhlet법과 추출을 보다 빠르고 효율적으로 하기 위해 고온, 고압 조건에서 추출용매를 사용하는 ASE 추출법을 소각장 주변 및 그 외 육지 토양에 존재하는 독성이 강한 다이옥신을 분석시 추출 효율 및 농도를 두 추출 방법에 따라 비교 연구하고, 두 방법의 시간적·경제적 관점에서 고찰해 보고자 한다.

실험 방법

1. 시료 채취

시료채취는 1999년 4~7월 사이에 서울시내의 소각장 주변토양, 도로변, 공원녹지, 고수부지 그리고 매립지 토양 등 5개 지점에서 채취하였다. 토양시료 채취 방법은 토양오염공정시험방법에 따라 조사대상 지

역의 중심이 되는 1지점과 주변 4방위의 5~10m 거리에 있는 1개 지점씩을 선정하여 표토층(0~15cm)에서 잡초나 유기물 등을 제거한 후 모종삼을 이용하여 갈색 유리병 용기에 혼합하였다. 이들 시료는 그들이 있는 실온에서 풍건시킨 후, 건조된 시료를 균질화하여 눈금간격 2mm인 표준체를 통과시켜 갈색병에 넣고 시료 전처리 때까지 -4℃에서 보관하였다.

2. 시약 및 장치

본 연구에 사용된 ASE200 장치는 DIONEX사 제품으로 적은 양의 유기용매를 사용하여 높은 온도와 압력으로 추출을 현저하게 가속시켜 주는 장치를 이용하였다. 모든 초자는 NEWMACTIC LA2 초자 세척기를 이용하여 2회 이상 세척 후 알루미늄 호일로 밀봉하여 보관 후 사용전 아세톤, 디클로로메탄, n-헥산으로 씻어 사용하였으며, 각종 유기용매는 잔농급 이상의 시약을 사용하였다. 사용된 다이옥신 표준물질은 실온에서 보관하였으며, 각종 표준물질은 CIL에서 제공된 검량선 표준물질(Calibration standard solution, EDF-9999), 정량용 내 표준물질(internal standard, EDF-8999:100~200ng/ml), 회수율 표준물질(Recovery standard spiking solution, EDF-5999:200ng/ml)을 각각 사용하였다³⁾. 다이옥신 정량에 사용된 표준물질의 종류와 양을 Table 1에 나타내었다.

정제에는 실리카겔(Merck KgaA, Germany) 60~230mesh와 Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany)60~230mesh를 사용하였고, 농축 시에는 Buchi사 Rotavapor R-134를 이용하였으며, 최종 농축에 사용된 N₂ Gas는 순도 99.9999%를 사용하였다.

Table 1. Spiked concentration & standard of Dioxin used for quantitation in this study

Standard	standard add	spiked standard	etc.
Internal standard (EDF-8999)	before extraction	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD etc. 14-isomers 100pg/μl × 20μl=2ng ¹³ C ₁₂ -OCDD 1-isomers 200pg/μl × 20μl=4ng	15-isomers
Recovery standard (EDF-5999)	before MS analysis	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TCDD ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD 200pg/μl × 10μl=2ng	2-isomers

3. 추출 및 정제

3.1. 속실판 추출

미리 세척한 Soxhlet 장치를 조립한 후 Toluene 유기용매로 pre-rinsed하기 위해 3시간 환류 시킨 후 건조된 토양 시료 20g(dry wt)을 취하여 Thimble에 넣고 그 위에 정량용 내표준물질(internal standard 100~200pg/ μ l)를 Syringe를 이용하여 2ng을 주입하였다³⁾. 주입 후 장치를 조립 하고 Toluene(pesticide grade) 350ml를 사용하여 시간당 4회의 속도로 추출하였으며, 추출시간은 총 18시간 추출하였다²⁾. Soxhlet & ASE의 추출비교는 Table 2에 나타내었다.

3.2. 가속용매 추출

ASE 추출은 Dionex사 제품 ASE 200추출기를 이용하였으며, 미리 세척한 33ml cell에 건조된 토양시료 20g(dry matter)과 수분제거를 위하여 sodium sulfate anhydrous 1:1로 혼합하여⁴⁾ 채우고 그 위에 정량용 내표준물질(internal standard, 100~200pg/ μ l)를 Syringe를 이용하여 2ng을 주입하였다. ASE 추출 조건은 Table 3에 나타내었다^{5,6,7)}.

Table 2. Extraction conditions for soil sample

Conditions	Soxhlet	ASE
Sample size	20g	20g
Solvent	Toluene	Toluene
Temperature	<111℃	150℃
Pressure	Atmospheric	1500psi
Time	18hr	7min static×2
Solvent volume	350ml	30ml
Spiked standard	2ng	2ng

Table 3. Conditions for ASE Extraction of PCDDs and PCDFs

Preheat	0
Heat Time	5min
Static Time	7min
Flush Volume	60%
Purge time	60sec
Number of Static Cycles	2
Pressure	1500psi
Temperature	150℃
Used cell	33ml

3.3. 정제

정제에는 실리카겔 (Merck KgaA, Germany) 60~230mesh와 Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany) 60~230mesh를 사용하였으며, 실리카겔(Merck KgaA, Germany)은 130℃에서 18시간 동안 활성화시킨 뒤 실험하기 전 데시케이터에서 30분간 냉각 후 바로 사용하였다²⁾. 사용된 용매는 n-Hexane 150ml로 용출하였으며, Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany)은 130℃에서 18시간 동안 활성화시킨 뒤 실험하기 전 바로 300mm long×15mm id, 250ml reservoir인 Glass column에 충전하였으며, 2%-MeCl₂ 100ml로 용출한 후 50% n-Hexane 150ml로 용출시켜 정제과정을 실행한 후 농축하여 HRGC/HRMS의 시료로 이용하였다.

4. HRGC/HRMS 분석

다이옥신 분석에 사용된 가스크로마토그래피는 Fisons사의 GC8000 series를 이용하였으며, 컬럼은 SP-2331(SUPELCO, 60m×0.32mm i.d×0.25 μ m film thickness) 모세관 컬럼을 사용하였다. 주입구와 검출기의 온도는 각각 260℃, 280℃였다. 운반기체는 He gas를 사용하였으며, 컬럼의 유속은 1.2ml/min이었다. 다이옥신 분석의 GC조건은 100℃에서 1분간 유지하고 20℃/min의 속도로 200℃까지 증가시키고 5분간 유지한 후 4℃/min의 속도로 265℃까지 증가 후 22분간 유지하여 Run time은 50.30min 이었다. 다이옥신 분석에 사용된 HRMS는 Micromass사의 VG Autospec Ultima를 사용하였다. 분석 시 Analyzer는 5.31×10⁻⁷mbar의 진공으로 분해능 10,000(10% valley기준)에서 SIM (Selected Ion Monitoring)방법으로 HRMS의 기기를 이용하여 분석하였다. HRMS의 기기 조건은 Table 4에 나타내었다.

Table 4. Conditions of HRMS instruments

Instrument	VG Autospec Ultima
Resolution	10,000(10% valley)
Trap current	500uA
Electron energy	36ev
Ionization method	EI+

5. 실험 방법 및 정량

본 연구에서 토양 시료를 추출 방법에 따른 ASE와 Soxhlet의 추출 효율 및 장·단점을 비교하기 위하여 ASE의 추출은 Table 3의 추출조건에 따라 추출하였으며, 추출 후 ASE 및 Soxhlet 추출액의 산처리 횟수 및 정제과정은 동일한 방법으로 실험하였다. 농축은 회전농축기를 사용하였으며, 최종 농축시 질소농축기를 사용하였다. 농축된 시료는 HRGC/HRMS를 이용하여 분해능 10,000에서 2,3,7,8-위치에 염소로 치환된 17종의 isomer를 동위원소 희석법(Isotope dilution method) 및 내표준법(Internal standard method)을 이용하여 TEQ(International Toxic Equivalent)농도로 환산 정량하였다. TEF는 NATO(North Atlantic Treaty Organization) factor를 적용하였으며, 추출 농도 및 회수율을 계산하기 위하여 추출 전 시료에 CIL(Cambridge Isotope Laboratory)에서 구입한 $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-로 치환된 정량용 내표준물질(internal standard) 15종 이성질체 $100\text{pg}/\mu\text{l}$ 를 $20\mu\text{l}$ 주입하였고, MS 분석 전 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-T₄CDD 및 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-H₆CDD의 이성질체가 포함 된 회수율 표준물질

(Recovery standard) $200\text{pg}/\mu\text{l}$ 농도 $10\mu\text{l}$ 를 농축한 Amber vial에 spiking 하여 sp2331 column으로 분석하였으며, 회수율 및 농도 계산은 OPUSquan program(Micromass co.)으로 정량하였다.

결과 및 고찰

본 연구에서 다이옥신 분석시 시료 추출의 여러 방법 중 동일지점의 시료를 가지고 ASE와 Soxhlet를 이용하여 토양중의 다이옥신 추출 효율, 시간 및 경제적 측면에서 두 추출방법을 비교 연구하였다. 분석결과 ASE의 회수율 범위는 61.2%~107.4%였으며, Soxhlet은 61.7%~98.7%를 얻었고 결과표는 Table 5.6에 나타내었다. 결과표에서 알 수 있듯이 ASE 추출장치에 의한 회수율이 Soxhlet 추출보다 동등 이상의 결과값을 얻었다.

하지만 농도 측면에서 결과를 고찰해 볼 때 ASE 추출보다 Soxhlet 추출의 농도가 평균적으로 높았다. 이러한 농도의 결과 값에 차이가 발생하는 원인은 Soxhlet장치에서 추출하는 시료는 18시간 동안 충분히 Toluene으로 추출하기 때문에 시료 내부에 결합된 추출하고자 하는 물질을 충분히 추출해 내지만, ASE

Table 5. Recovery(%) of internal standard by ASE

Dioxins	15-Isomers	Recovery(%)				
		ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5
PCDDs	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDD	96.6	97.1	82.5	101.3	102.3
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	81.9	83.2	73.4	81.5	103.7
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	96.3	91.7	88.3	101.8	98.2
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100.3	88.4	87.7	98.2	98.2
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	88.4	89.4	81.0	99.3	97.6
	$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	90.7	97.1	84.2	98.5	98.4
PCDFs	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDF	94.1	94.1	81.5	101.3	101.2
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	90.9	90.7	68.1	93.9	102.7
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	89.4	88.8	61.2	88.5	102.5
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	102.4	88.7	85.7	93.1	102.6
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	101.1	89.8	88.7	92.1	80.4
	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	98.5	91.0	90.0	96.8	95.3
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	107.4	95.7	94.0	99.5	98.2
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	99.3	93.4	81.1	98.6	97.6
	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100.7	98.2	95.2	97.8	98.8
	Mean recovery(%)	95.9	92.2	82.8	96.1	98.5

Table 6. Recovery(%) of internal standard by Soxhlet

Dioxins	15-Isomers	Recovery(%)				
		Soxhlet-1	Soxhlet-2	Soxhlet-3	Soxhlet-4	Soxhlet-5
PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD	61.7	86.9	96.3	75.3	73.9
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	81.5	76.5	98.3	68.2	81.7
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	90.3	83.6	95.6	83.7	68.4
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	88.3	84.0	99.6	86.3	73.7
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	87.0	90.0	98.5	65.9	72.5
	¹³ C ₁₂ -OCDD	83.7	94.5	97.6	59.7	90.3
PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF	88.2	81.5	94.4	98.4	79.8
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	91.4	82.1	98.7	68.3	89.8
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	85.6	82.2	96.8	62.7	91.3
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	85.8	86.3	95.0	87.8	66.3
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	86.7	85.5	78.0	90.0	68.8
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	88.3	85.0	95.6	85.8	69.0
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	94.5	89.2	98.3	91.0	80.7
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	90.9	89.4	97.5	73.7	66.7
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	96.0	98.3	96.4	77.3	92.1
Mean recovery(%)		86.6	86.3	95.8	73.6	77.7

장치에서는 추출시간이 7분 동안에 이루어지므로 짧은 시간동안 추출하기 때문에 추출하고자 하는 물질의 내부 결합된 물질을 충분히 추출해 내지 못하여 그러한

농도 값에 차이가 있는 것으로 추측되며, 하지만 ASE 장치의 추출 회수율이 Soxhlet 추출보다 회수율이 좋은 것은 고온, 고압에서 시료의 외부에 spiking 시킨

Table 7. Concentration of PCDDs/PCDFs by ASE

Dioxins	17-Isomers	Concentration(pg-iTEQ/g d.m.)				
		ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5
PCDDs	C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD	0.84	0.13	0.34	0.62	0.61
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	0.77	0.14	0.19	0.57	0.44
	C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.05	0.01	0.03	0.07	0.02
	C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.12	0.03	0.08	0.11	0.07
	C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.08	0.02	0.04	0.15	0.03
	C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.07	0.04	0.07	0.23	0.05
	C ₁₂ -OCDD	0.07	0.03	0.06	0.21	0.04
PCDFs	C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF	0.55	0.04	0.06	0.08	0.15
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	0.33	0.02	0.04	0.05	0.08
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	2.13	0.24	0.44	0.66	0.82
	C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.53	0.06	0.11	0.19	0.15
	C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.48	0.04	0.10	0.13	0.14
	C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.35	0.06	0.12	0.14	0.13
	C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.05	0.01	0.01	0.01	0.01
	C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.11	0.00	0.04	0.07	0.06
	C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00
C ₁₂ -OCDF	0.04	0.00	0.00	0.01	0.01	
Total concentration (pg-iTEQ/g d.m.)		6.59	0.87	1.73	3.30	2.81

Table 8. Concentration of PCDDs/PCDFs by Soxhlet

Dioxins	17-Isomers	Concentration(pg-iTEQ/g d.m.)				
		ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5
PCDDs	C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD	0.50	0.18	0.30	0.82	0.71
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	0.80	0.18	0.29	0.73	0.48
	C ₁₂ 1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.05	0.02	0.02	0.10	0.03
	C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.13	0.05	0.05	0.18	0.07
	C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.07	0.03	0.03	0.12	0.04
	C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.07	0.05	0.05	0.28	0.05
	C ₁₂ -OCDD	0.04	0.03	0.04	0.13	0.03
PCDFs	C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF	0.51	0.06	0.06	0.12	0.18
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	0.26	0.02	0.04	0.10	0.09
	C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	2.59	0.34	0.46	1.23	0.93
	C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.41	0.06	0.10	0.26	0.17
	C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.38	0.06	0.11	0.27	0.15
	C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.28	0.08	0.11	0.27	0.14
	C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.04	0.01	0.01	0.04	0.01
	C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.09	0.03	0.05	0.01	0.06
	C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00
	C ₁₂ -OCDF	0.01	0.00	0.01	0.01	0.01
Total concentration(pg-iTEQ/g d.m.)		6.24	1.20	1.74	4.68	3.15

정량용 대표준물질 15종을 추출하므로 회수율 측면에서는 우월하리라 추측된다. 시료 5번의 분석결과에 대한 다이옥신 농도 값을 Fig.2에 나타냈으며, 분석결과 농도 결과표는 Table 7.8에 나타내었다. 또한 경제적·시간적인 측면에서 고려해 볼때 ASE에 사용되는 유기용매의 양은 1개의 시료 추출시 비교해 보면 350 ml : 30ml로 10배나 더 적은 양의 유기용매가 사용되며, 추출시간도 18hr(1080min) : 30min에 36배나 단축시킬 수 있는 장점을 얻을 수 있었다. 전반적으로

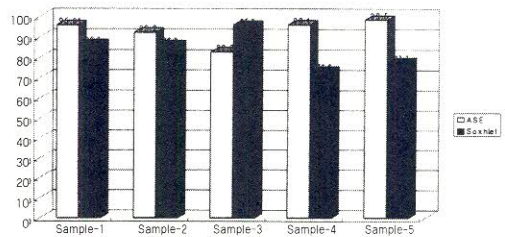


Fig. 1. Comparison of extraction efficiency by ASE and Soxhlet

Table 9. Comparison of extraction efficiency by ASE and Soxhlet

Method	sample-1	sample-2	sample-3	sample-4	sample-5	mean
ASE	95.9(%)	92.2(%)	82.8(%)	96.1(%)	98.5(%)	93.1(%)
Soxhlet	86.6(%)	86.3(%)	95.8(%)	73.6(%)	77.7(%)	84.0(%)

Table 10. Comparison of average concentration by ASE and Soxhlet (Total pg iTEQ/g d.m, n = 2)

Method	sample -1	RSD(%)	sample -2	RSD(%)	sample -3	RSD(%)	sample -4	RSD(%)	sample -5	RSD(%)
ASE	6.59	0.25	0.87	0.23	1.73	0.01	3.30	0.98	2.81	0.24
Soxhlet	6.24		1.20		1.74		4.68		3.15	

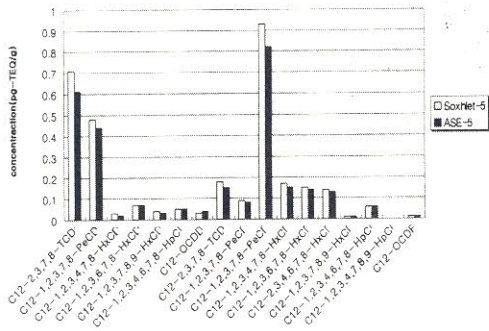


Fig. 2. Comparison of ASE and Soxhlet extraction of dioxin from soil

토양시료를 다이옥신 추출할 때 ASE 추출은 Soxhlet 추출보다 회수율과 시간적·경제적으로 동등 혹은 그 이상의 좋은 결과를 얻을 수 있었다.

결 론

본 실험은 토양시료를 가지고 ASE와 Soxhlet 추출 장치를 이용하여 회수율 측면과 용매사용량, 추출시 소요시간 등을 시간적·경제적 측면에서 고찰해 보았다. 토양 시료 5개를 ASE와 Soxhlet를 동시에 이용하여 다이옥신 분석 결과 ASE의 추출시 평균 회수율은 96.5%이고, Soxhlet 추출시 평균 회수율은 86.5%로서 회수율 측면에서는 ASE 추출효율이 일반적으로 Soxhlet의 동등 그 이상의 좋은 결과를 얻을 수 있었다. 하지만 농도 측면에서 비교하면 ASE 추출보다 Soxhlet추출의 농도가 전반적으로 높은 값으로 나타났다. 또한 용매사용량, 추출시간 측면에서 비교해 보면 ASE 추출시 사용되는 유기용매의 양은 1개의 시료 기준에서 비교해 볼때 350ml : 30ml로 10배나 더 적은 양의 유기용매가 사용되며, 추출시간도 18hr(1080min) : 30min에 36배나 단축시킬 수 있

었다. 따라서 ASE 추출이 Soxhlet의 방법과 동등 그 이상의 추출효율을 얻을 수 있으며 또한 시간적, 경제적으로도 많은 장점을 얻을 수 있었다. 앞으로 ASE의 추출 효율에는 온도, 추출횟수, 용매선택, 추출시간 등의 조건을 변수로 하여 연구하면 토양중의 다이옥신 분석 시 추출 시간의 단축과 사용 용매의 절약으로 추출 효율 향상을 기대 할 수 있을 것이다.

참 고 문 헌

1. 한국과학기술원 환경연구센터 : 다이옥신 핸드북, 동화기술(1997)
2. 특정유해물질추정검사 : 국립환경연구원, p193-1992.(1996)
3. U.S. EPA method 1613 : Tetra Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS.(1996)
4. U.S. EPA method 8290 : Determination of Polychlorinated Dibenzop-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans by HRGC/HRMS, Reversion B(1994)
5. U.S. EPA method 3545A, pressurized Fluid Extraction(PFE) (1998)
6. Hitoshi Miyamoto, kenji Ohtsuka, Yoshikane Fukuda and Yohichi Ishibashi : 19th International Symposium Dioxin 99 Vol.40, 216 (1999)
7. Extraction of Polychlorinated Dibenzop-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from Environmental samples using Accelerated Solvent Extraction. Application note 323 Dionex(1996)