

Microwave를 이용한 한약재 중의 잔류농약 추출

김택겸 · 김장역*

경북대학교 농과대학 농화학과

요약 : 건조된 한약재 시료인 백삼, 홍삼, 지황, 당귀 및 시호 중에 잔류되어 있는 tolclofos-methyl 및 quintozene의 추출에 microwave 추출법을 이용하고자 Soxhlet 추출법과 추출효율을 비교하여 최적의 추출용매, 추출시간 및 power supply의 강도 등에 대하여 조사하였다. 다섯 가지 한약재 시료에 잔류되어 있는 tolclofos-methyl 및 quintozene을 microwave로 추출하기 위한 용매는 acetone이 가장 효율적이었다. 추출효율은 Soxhlet 7시간 추출과 microwave로 45 watts에서 1분에서 10분 동안 추출한 결과를 비교하였는데 microwave 추출시간을 3~5분으로 한 결과와 Soxhlet 법으로 7시간 추출한 결과는 거의 같게 나타났다. 시료의 종류에 따른 microwave의 추출특성은 인삼은 5분, 다른 한약재들은 3분의 추출에서 Soxhlet추출과 거의 같은 추출 효율을 나타내었다. 잔류분석시 불순물의 방해물 고려한 최적 추출효율을 나타내는 microwave power는 45~90watts로 나타났다. 따라서 tolclofos-methyl 및 quintozene이 잔류되어 있는 다섯 가지 한약재 시료에서의 microwave를 이용한 추출의 최적 조건은 power 45~90 watts, 추출용매 acetone, 추출시간 3~5분인 것으로 나타났다. (2000년 9월 7일 접수, 2000년 9월 27일 수리)

Key words : Microwave extraction, Soxhlet extraction, Tolclofos-methyl, Quintozene, Medical herb, Pesticide residue.

서 론

환경에 투입되는 여러 가지 xenobiotics 중 농약은 농업의 발달과 함께 종류나 사용량 면에서 점차 증가하고 있으며 현대 농업에 있어서 필수적인 농업 자재가 되었고, 독립적인 산업으로서도 많은 발전을 이룩하여 농업 생산성 증대와 농산물의 품질 향상에 크게 기여하고 있다.

농약산업의 발달로 인하여 농약의 이용은 더욱 확대되어 우리나라 전통의 한약재 재배에도 많이 이용되고 있다. 현재 우리나라에 등록된 농약은 1999년 12월 31일을 기준으로 총 889품목이며 이중 인삼에 4 약제, 당귀 5 약제, 시호 2 약제, 작약 3 약제가 등록되어 있다(농약공업협회, 2000). 그러나 현재 유통되고 있는 한약재에서 검출되고 있는 농약은 등록된 것 이외에도 여러 종류의 농약이 검출되고 있는 실정이다.

한약재의 대부분은 건조된 상태로 유통되거나 보관되면서 사용되고 있다. 이러한 건조 시료 중에 잔류되어 있는 농약을 추출하기 위한 방법으로 가장 일반적으로 이용되는 방법이 유기용매를 첨가하여 환류추출하는 Soxhlet법이다. 이 방법은 추출효율은 우수한 반면 추출하는데 걸리는 시간, 추출시 사용되는 용매 및 에너지의 양이 너무 많이 소모되어 다량의 시료를 분석하는데는 비경제적이라 할 수 있다. 따라서 최근 추출효율은 높이고 시간과 에너지가 적게 드는 추출법인 sonication, super fluid extraction, solid phase extraction, microwave extraction 등의 전처리 연구가 행하여지고 있다(Richard 등, 1972; Brian 등, 1994; Onuska 등, 1993; Vlorica 등, 1994).

이중 microwave를 이용하는 추출법은 다양한 시료, 다양한 유기용매 및 다양한 물질의 추출 등에 이용할 수 있으며, 용매를 빠르게 가열하고 지속시킬 수 있는 특징이 있다(Onuska 등, 1993). 현재 microwave 추출법은 농약(Ken 등 1996; Katalin 등, 1986; Harry 등, 1997)뿐만 아니라, hydrocarbon 등 다른 유기오염물질의 추출(Garcia-Ayuso 등, 2000) 및 작물 중에 함유되어 있는 유용성분을 추출하는데도 적용되고 있다(권 등, 1999). Microwave 추출법은 적은 용매, 짧은 추출시간, 적은 에너지 및 적은 폐액 생성 등의 장점을 가지고 있어 이와 같은 추출법을 잔류농약 분석시에 이용할 수 있다면 추출의 신속성과 효율성이 뛰어나고 사용용매의 양을 줄일 수 있어 추출효율성, 경제성 및 환경적인 측면에서도 긍정적으로 평가할 수 있을 것이다(Barian 등, 1970; Onuska 등, 1994; Harry 등 1997).

본 연구에서는 이전 연구결과(김 등, 1999)를 토대로 하여 여러 가지 건조 한약재 시료에 잔류되어 있는 농약을 추출하는데 microwave 추출기법을 이용할 수 있는지의 여부를 알기 위하여 몇 가지 한약재를 대상으로 microwave의 최적 추출 조건을 설정하고 그 추출 효율을 Soxhlet 추출법과 비교하였다.

재료 및 방법

Microwave 추출 장치

사용된 microwave 추출 장치로는 상압 하에서도 추출이 가능한 Soxwave 100 microwave extraction unit (Prolabo, France)를 사용하였다. 본 장치는 2,450 MHz의 주파수와 최대 에너지 강도 300 watts, 5~100% 범위에서 에너지의 강도 조절이 가능한 제품이었다.

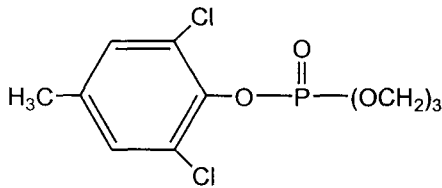
*연락처

실험재료

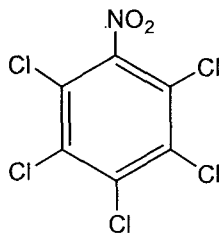
사용된 한약재 시료는 백삼 (White ginseng) 및 홍삼 (Red ginseng) 등 제조방법이 다른 인삼, 그리고 시호 (*Bupleuri Radix*), 당귀 (*Angelica gigas Nakai*), 지황 (*Rehmannia glutinosa*) 등을 시중의 한약 재료상에서 구입하여 각각을 분쇄기를 이용하여 분쇄시킨 후 500 μm 체를 통과한 분말을 냉동고에 보관하면서 시료로 사용하였다.

사용된 시약 중 acetone 및 hexane은 Wako사 (Wako Pure Chemical Industries, Ltd, Japan)에서 농약잔류분석용을 구입하였고, florisil (60~100 mesh)은 Sigma사 (Sigma Chemical Co., USA)에서 구입하여 사용하였다.

분석된 농약은 현재 인삼재배에 사용되고 있는 유기인계 살균제인 tolclofos-methyl과 과거에 사용된 적이 있는 유기염소계 살균제인 quintozene이었으며 이들의 화학구조는 그림 1과 같다. Toleclofos-methyl 및 quintozene의 표준품은 Wako사 (Wako Pure Chemical Industries, Ltd, Japan)에서 구입하였다.



Toleclofos-methyl



Quintozene

Fig. 1. Chemical structures of tolclofos-methyl and quintozene.

추출 및 분석방법

분말화된 한약재 시료 2.0 g을 평량하여 살균제 tolclofos-methyl 및 quintozene의 잔류량을 분석하기 위한 추출방법으로 microwave 및 Soxhlet 추출법을 사용하였다. 추출용매는 예비실험의 결과를 바탕으로 acetone으로 하였으며 용매량 20 ml, power 15%로 고정시킨 후 microwave로 1, 3, 5, 7, 10분 간격으로 추출을 하였다. Soxhlet 추출법은 acetone 용매 150 ml로 7시간 동안 추출하였다.

살균제 tolclofos-methyl 및 quintozene의 잔류분석을 위하여 microwave 및 Soxhlet법으로 추출된 추출액을 여과하고 물을 적당량 첨가하여 hexane에 분배시키고 이 hexane 분배액을 소량 남을 때까지 감압 농축하였다. 감압 농축된 액을 florisil 6.5 g이 충전된 glass column을 통하여 정제를 하였다. 정제는 hexane 50 ml로 미리 세척을 하고 hexane : acetone (99:1, v/v)의 용출용매 80 ml로 용출시켰다. 용출액을 1 ml 정도 남을 때까지 감압 농축시킨 후 질소가스로 완전히 건조시킨 후 적정량의 농약 잔류 분석용 acetone으로 용해시켜 GLC-ECD를 이용하여 분석하였다. 잔류농약의 분석을 위하여 사용된 GLC-ECD는 Varian 3400CX이고 column은 Rtx-5를 이용하여 표 1과 같은 조건으로 분석하였다.

결과 및 고찰

Microwave의 가열 특성 및 용매의 설정

한약재 시료 분말에 잔류된 농약의 microwave를 이용한 추출의 최적 용매를 찾기 위해 hexane, acetone 및 dichloromethane 등 세 가지 용매를 이용하여 microwave 가열 시간에 따른 용매의 온도 변화상태를 조사한 결과는 그림 2와 같았다. 2분간 가열하였을 때 hexane의 경우 유전상수가 낮아 온도의 증가가 거의 없는 반면 dichloromethane 및 acetone의 경우에는 끓는점까지 온도가 증가하여 평형에 도달하였다. 온도 상승 속도와 평형 도달 온도는 dichloromethane 보다 acetone이 훨씬 높은 결과를 보였고 시료 중으로의 침투성을 고려해 볼 때 추출 용매로서는 acetone이 가장 적당한 것으로 사료되어 한약재 시료 중 잔류되어 있는 농약을 추출할 시 추출용매로 acetone을

Table 1. The operating condition for gas chromatographic analysis of pesticide residues in medical herbs

Model	Varian-STAR 3400CX (USA)		
Temp.	Injector	:	250°C
	Detector	:	300°C
	Column	:	Initial temp - 170°C, Hold time - 2 min Rate(°C/min) - 3 Final temp - 220°C Hold time - 3 min Rate(°C/min) - 10 Final temp - 250°C Hold time - 3 min
Column	:	Rtx-5 [5% diphenyl - 95% dimethyl polysiloxane] 30m, 0.25 mm ID, 0.25 μm df	
Detector	:	^{63}Ni -ECD(Electron Capture Detector)	
Injection volume	:	1 μl	
Gas flow rate	:	Carrier N_2 80 psi	
Electrometer attenuation	:	10 \times 32	

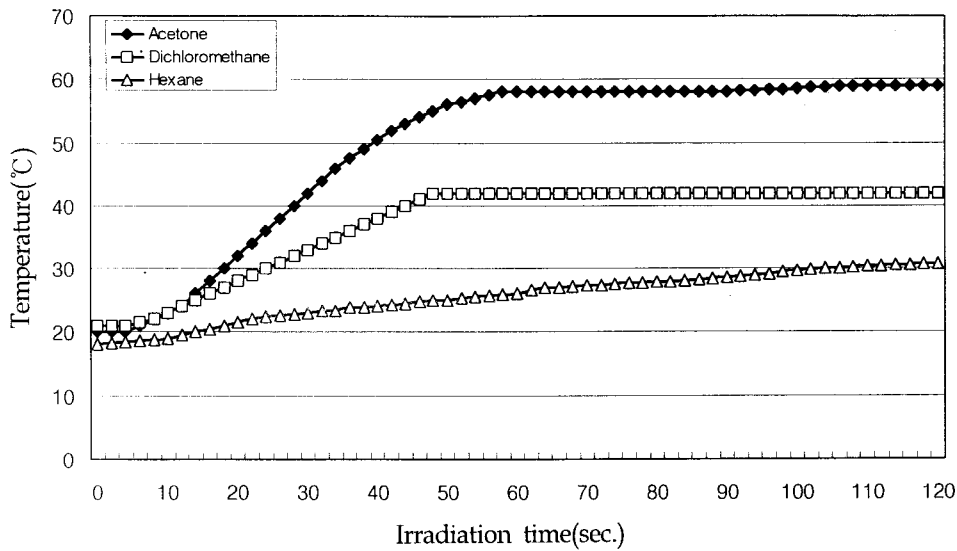


Fig. 2. Heating curve of various solvents by microwave at 100 watts of power supply.

사용하였다.

회수율 및 검출한계

한약재 시료 중 잔류되어 있는 tolclofos-methyl 및 quintozene을 GLC-ECD 상에서 동시 분석을 위하여 표 2와 같은 조건으로 분석한 결과 그림 3과 같이 두 농약은 잘 분리되어 동시분석이 가능하였다. Chromatogram상에서의 retention time은 tolclofos-methyl 7.9분, quintozene 5.9분으로 나타났다. 최소검출량은 tolclofos-methyl 0.01 ng, quintozene 0.005 ng이었으며 실험에 사용된 시료량, 최종 희석액의 양, 시료 주입량을 고려한 검출한계는 tolclofos-methyl 0.05 mg/kg, quintozene 0.025 mg/kg이었다.

각각의 한약재 시료에 농약 표준용액을 1 mg/kg 수준의 농도로 spike한 후 두 가지 농약의 동시 분석법에 의한 회수율 시험 결과는 표 2와 같았다. 시료의 종류에 따라 조금씩 다르지만 회수율은 tolclofos-methyl 99.9~105.0%, quintozene 86.6~97.7%로 나타나 두 농약을 동시 분석하는데 문제가 없었다. 사용된 한약재 시료중 홍삼 및 백삼 등 인삼류에는 tolclofos-methyl이 0.36 및 0.08 mg/kg, quintozene 0.15 및 0.06 mg/kg이 잔류되어 있었다. 그리고 시호, 당귀 및 지황에서는 시호에서만 quintozene이 0.02 mg/kg 검출되었다.

잔류농약 추출조건

홍삼, 백삼, 시호, 당귀 및 지황 등 한약재 시료의 종류

Table 2. Recoveries of quintozene and tolclofos-methyl in medical herbs fortified with 1 mg/kg

Pesticide	Sample	Recovery %	Detection Limit(mg/kg)
Tolclofos-methyl	Red ginseng	103.1±5.4 ^{a)}	0.05
	White ginseng	105.0±4.1	0.05
	<i>Bupleuri Radix</i>	100.6±4.1	0.05
	<i>Angelica gigas Nakai</i>	99.9±5.5	0.05
	<i>Rehmannia glutinosa</i>	100.1±4.7	0.05
Quintozene	Red ginseng	95.0±1.2	0.025
	White ginseng	94.5±3.4	0.025
	<i>Bupleuri Radix</i>	95.4±2.7	0.025
	<i>Angelica gigas Nakai</i>	86.6±4.4	0.025
	<i>Rehmannia glutinosa</i>	97.7±5.8	0.025

^{a)}Standard deviation.

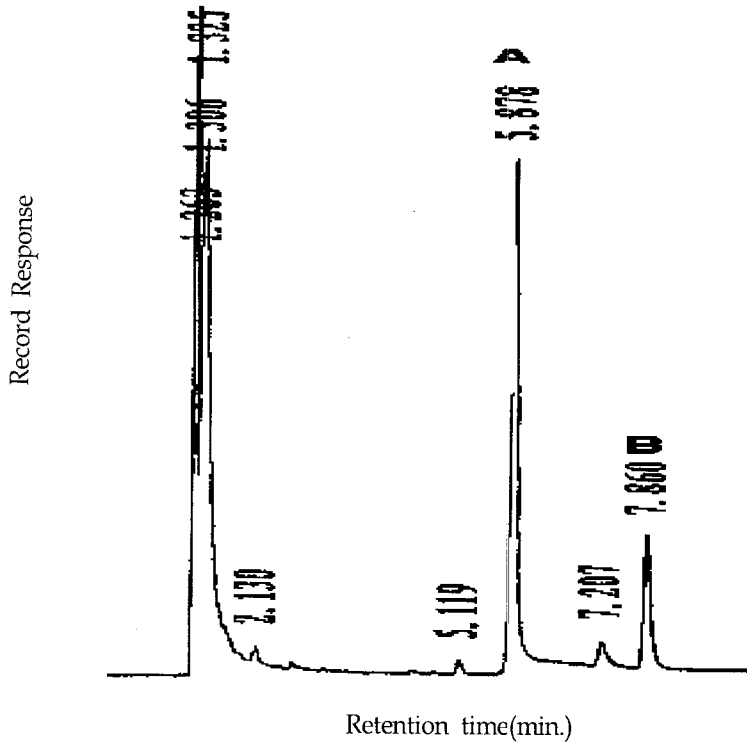


Fig. 3. GLC chromatogram of mixture of tolclofos-methyl and quintozene (A : quintozene, B : tolclofos-methyl).

에 따른 tolclofos-methyl과 quintozene의 microwave에 의한 최적 추출효율을 알기 위하여 Soxhlet 추출법과 비교한 결과는 표 3 및 4와 같다.

Microwave로 추출할 때의 조건은 power 15%, 추출시간을 1에서 10분 사이에서 acetone을 용매로 사용하였고 Soxhlet 추출은 추출시간을 7시간으로 하여 추출하였다. 이 두 추출법의 추출정도를 비교하여 본 결과 홍삼과 백삼에서 tolclofos-methyl과 quintozene 두 농약의 추출 효율은 microwave 추출의 시간을 3분에서 5분으로 하였을 때 Soxhlet 추출과 같은 효율은 나타내었다. 다른 시료에서는 농약이 검출되지 않았고 홍삼과 백삼의 경우도 아주 적은 양만 존재함이 확인되었으므로 보다 명확한 추출효율을 알

기 위해서는 인위적으로 농약을 spike하여 추출 효율을 알아볼 필요가 있어 각각의 시료에 1 mg/kg 수준으로 두 농약을 처리하고 24시간 방치 후 microwave와 Soxhlet 추출법을 이용하여 위에서의와 같은 조건으로 추출 효율을 비교한 결과는 표 5 및 6과 같다.

표 5 및 6을 보면 모든 시료에서 microwave 추출 시간을 3분으로 하였을 경우 약 90% 정도의 추출 효율을 보여 주었고 인삼(홍삼 및 백삼)의 경우 5분의 추출시간에서 거의 100% 정도의 효율을 나타내었다. 시료에 따른 추출시간 별 추출효율을 보았을 때 최적 추출시간은 인삼의 경우 5분, 시호, 당귀, 지황의 경우 3분으로 나타났다.

추출시간 3분을 기준으로 다섯 가지 한약재 시료의 추출

Table 3. Residue amounts of tolclofos-methyl in medical herbs after Soxhlet and microwave extraction

Sample	Extracted concentration(mg/kg)					
	Soxhlet (7hr)	Microwave(min)				
		1	3	5	7	10
Red ginseng	0.36 ± 0.03 ^{a)}	0.24 ± 0.04	0.29 ± 0.02	0.36 ± 0.06	0.37 ± 0.07	0.38 ± 0.07
White ginseng	0.08 ± 0.01	0.08 ± 0.02	0.08 ± 0.01	0.08 ± 0.01	0.14 ± 0.05	0.07 ± 0.01
<i>Bupleuri Radix</i>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
<i>Angelica gigas Nakai</i>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
<i>Rehmannia glutinosa</i>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

^{a)}Standard deviation.

효율을 비교해 보면 추출효율이 비슷한 것으로 나타났으며 이는 다섯 가지 시료가 전부 건조 분말상태로서 시료의 상태에 따른 특성 차이가 거의 없어 비슷한 결과를 나타낸 것으로 사료된다. Microwave 추출은 분석시료의 상태, 즉 시료에 함유되어 있는 수분함량에 따라 그 추출 효율에 영향을 주는 것으로 알려져 있으므로 (Camel, 2000) 수분의 영향을 고려한 추출효율 실험이 필요할 것으로 사료된다.

그리고 종류가 다른 두 농약의 추출효율을 비교하여 볼 때 quintozene 보다 tolclofos-methyl의 경우가 추출효율이 더 좋은 것으로 나타났으며 이는 농약의 종류에 따라 최적 추출조건이 다름을 보여 주었다.

위 결과들을 볼 때 추출 시간 3에서 5분 정도가 tolclofos-methyl 및 quintozene 혹은 이와 물리화학적으로 비슷한 성질이 가지고 있는 농약 등을 microwave로 추출

Table 4. Residue amounts of quintozene in medical herbs after Soxhlet and microwave extraction

Sample	Extracted concentration(mg/kg)					
	Soxhlet (7hr)	Microwave(min)				
		1	3	5	7	10
Red ginseng	0.15±0.03 ^{a)}	0.11±0.02	0.14±0.03	0.15±0.04	0.16±0.01	0.17±0.04
White ginseng	0.06±0.02	0.03±0.01	0.05±0.02	0.06±0.01	0.05±0.02	0.05±0.01
<i>Bupleuri Radix</i>	0.02±0.01	0.01±0.01	0.02±0.01	0.03±0.01	0.02±0.01	0.02±0.01
<i>Angelica gigas Nakai</i>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
<i>Rehmannia glutinosa</i>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

^{a)}Standard deviation.

Table 5. Comparison of extraction efficiencies of tolclofos-methyl fortified with 1 mg/kg in medical herbs by Soxhlet and microwave

Sample	Extraction efficiencies (%)					
	Soxhlet (7hr)	Microwave(min)				
		1	3	5	7	10
Red ginseng	103.1±5.4 ^{a)}	81.7±2.1	84.7±2.1	105.7±7.6	96.7±1.2	105.0±1.1
White ginseng	105.0±4.1	80.1±3.1	100.0±4.1	105.5±8.1	106.0±6.2	110.0±6.3
<i>Bupleuri Radix</i>	100.6±4.1	76.2±1.5	104.1±7.6	96.5±4.6	97.2±5.3	102.2±2.1
<i>Angelica gigas Nakai</i>	99.9±5.5	88.9±2.5	104.9±7.9	85.2±6.5	97.4±4.1	95.8±2.2
<i>Rehmannia glutinosa</i>	100.1±4.7	91.9±4.1	104.5±4.6	96.0±8.1	106.5±8.1	104.4±7.3

^{a)}Standard deviation.

Table 6. Comparison of extraction efficiencies of quintozene fortified with 1 mg/kg in medical herbs by Soxhlet and microwave

Sample	Extracted efficiencies (%)					
	Soxhlet (7hr)	Microwave(min)				
		1	3	5	7	10
Red ginseng	95.0±1.2 ^{a)}	71.3±1.3	89.5±2.5	106.3±5.2	100.0±4.2	105.3±7.8
White ginseng	94.5±3.4	65.2±1.4	89.5±2.1	105.3±5.9	100.0±3.7	100.0±6.1
<i>Bupleuri Radix</i>	95.4±2.7	58.3±0.9	92.1±1.6	95.8±0.9	97.2±5.4	111.5±9.0
<i>Angelica gigas Nakai</i>	86.6±4.4	59.1±0.5	96.1±3.1	82.4±4.1	83.1±1.5	94.7±2.1
<i>Rehmannia glutinosa</i>	97.7±5.8	63.1±0.8	91.2±1.6	88.6±2.6	96.4±2.1	105.7±4.2

^{a)}Standard deviation.

Table 7. Extraction efficiencies of microwave in medical herbs fortified with 1 mg/kg tolclofos-methyl under various conditions of microwave power supply

Power(%)	Extraction efficiency(%)				
	Red ginseng	White ginseng	<i>Bupleuri Radix</i>	<i>Angelica gigas Nakai</i>	<i>Rehmannia glutinosa</i>
15	81.7±2.1 ^{a)}	80.1±2.1	76.2±4.3	88.9±1.5	91.9±2.1
30	91.7±2.6	87.9±3.9	91.6±1.6	108.2±7.0	107.6±5.6
50	92.0±3.6	91.2±3.3	104.7±5.6	101.9±3.1	105.0±5.5

^{a)}Standard deviation.**Table 8. Extraction efficiencies of microwave in medical herbs fortified with 1 mg/kg quintozone under various conditions of microwave power supply**

Power(%)	Extraction efficiency(%)				
	Red ginseng	White ginseng	<i>Bupleuri Radix</i>	<i>Angelica gigas Nakai</i>	<i>Rehmannia glutinosa</i>
15	71.7±1.2 ^{a)}	65.2±3.0	58.3±2.0	59.1±2.1	63.1±1.6
30	76.9±2.3	76.9±2.3	75.3±2.1	89.6±1.4	78.4±1.9
50	81.4±1.2	80.3±2.1	87.2±2.3	80.3±1.4	88.8±2.1

^{a)}Standard deviation.

하는데 최적의 추출시간이라 사료된다. Soxhlet 추출법에 의한 추출량을 100으로 볼 때 microwave 3분 추출을 기준으로 비교하면 tolclofos-methyl은 98%, quintozone은 101%으로 나타나 추출효율이 거의 같다는 것을 보여 주었으며 Soxhlet 추출 보다 microwave 추출이 시간적으로는 1/140, 사용된 추출용매량으로는 1/7.5 정도나 절약할 수 있는 것으로 나타났다.

Microwave 추출시 microwave의 power의 세기가 추출 효율에 영향을 미치므로 각각의 시료에 1 mg/kg 수준으로 두 농약을 처리한 후 추출시간을 1분으로 고정하고 15%, 30%, 50%의 power에서 각각 얼마의 효율을 나타내는가를 알아 본 결과는 표 7 및 8과 같다.

표 7 및 8의 결과를 보면 모든 시료에서 power의 증가에 따라 추출효율도 점점 증가하였는데 tolclofos-methyl의 경우에는 30 및 50%의 power에서 거의 같은 추출효율을 나타내었다. 이 결과에서는 microwave 추출시 power의 증가에 따라 추출효율이 증가하였지만 50% power에서는 많은 불순물들이 추출되어 분석시에 방해 peak들이 증가하여 분석에 어려움을 주었다. 따라서 잔류분석을 위해서는 불순물이 적게 추출되는 power에서 추출하는 것이 바람직할 것이다. 다섯 가지 한약재 시료에서 tolclofos-methyl 및 quintozone의 분석을 위한 최적의 추출 power는 15~30% (45~90 watts)라고 볼 수 있다.

결론적으로 tolclofos-methyl 및 quintozone의 인삼 (홍삼 및 백삼), 지황, 시호, 당귀 등의 한약재 시료에서 microwave 추출의 최적 조건은 power 45~90 watts, 추출용매 acetone 20 ml, 추출시간 3~5분인 것으로 나타났다.

지금까지의 연구결과를 종합하여 볼 때 건조된 한약재

시료에 잔류되어 있는 농약의 추출에 사용된 microwave 추출법은 추출시간, 추출용매량, 사용에너지 등을 감소시켜 주는 효과가 있었으며 전통적인 추출법인 Soxhlet 등의 환류 추출법과 비교하여 볼 때 대등한 추출효율을 보여 주었다. 따라서 이러한 microwave 추출법은 다양한 형태의 시료에 포함된 잔류농약의 추출에 적용이 가능하리라 사료된다.

감사의 글

본 연구는 1998년도 교육부 학술연구조성비(농업과학분야)에 의하여 수행된 연구결과 일부이며, 지원에 감사 드립니다.

인용문헌

- Brian, R. (1994) Environmental analyses via microwave assisted extraction. pp.24~26, International Environmental Technology, Nov/Dec.
- Camel, V. (2000) Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples, Trends in Analytical Chemistry 19(4):229~248.
- Charles, R. B. (1993) Microwave cooking and processing - Engineering fundamentals for the food scientist. pp. 3~50, An avi Book published by van Nostrand Reinhold, USA(New York).
- Denson C. L. (1997) Microwave-assisted extraction of taxanes from taxus biomass, J. Agric. Food Chem., 45(12):4691~4696.
- Dirk D. Link, Peter J. Walter, and H. M. Kingston

- (1999) Wastewater standards and extraction chemistry in validation of microwave-assisted EPA method 3015A, *Environ. Sci. & Technol.*, 33(14):2469~2473.
- Garcia-Ayuso L. E., J. L. Luque-Garcia, and M. D. Luque de Castro (2000) Approach for independent-matrix removal of polycyclic aromatic hydrocarbons from solid samples based on microwave-assisted soxhlet extraction with on-line fluorescence monitoring, *Analytical Chemistry*, ASAP Article.
- Garcia-Ayuso L. E., J. Velasco, M. C. Dobarganes, and M. D. Luque de Castro (1999) Accelerated extraction of the fat content in cheese using a focused microwave-assisted soxhlet device, *J. Agric. Food Chem.*, 47(6):2308~2315.
- Gerald L.L., Jean-Marie G. David G.D. and Donald G.R. (1981) Pentachloronitrobenzene metabolism in peanut, 3. Metabolism in peanut cell suspension cultures. *J. Agric. Food Chem.*, 29:996~1002.
- Guixing Ren and Feng Chen (1999) Degradation of ginsenosides in american ginseng (*Panax quinquefolium*) extracts during microwave and conventional heating, *J. Agric. Food Chem.*, 47(4):1501~1505.
- Harry M.P., Jr., Terri L.A., Christine, M.T., and Nary, J.I.M. (1997) Suitability of microwave-assisted extraction for multiresidue pesticide analysis of produce. *J. Agric. Food Chem.*, 45:3522~3528.
- Katalin, G., Andras S., and Klara V. (1986) Microwave extraction - A novel sample preparation method for chromatography. *Journal of Chromatography*, 37:299~306.
- Kazufumi, O., Takauke, K., Takashi, S., Hienori, H., Tsutomu, H. and Takeo, U. (1996) Biodegradation of organophosphorus insecticides by bacteria isolated from turf green soil. *J. Ferment. & Bioeng.*, 82:299~305.
- Ken L., Jacqueline, M. R., Belanger, N.L., Rodney, D. T., Raj S., and J.R. Jocelyn Pare (1996) Evaluation of rapid solid sample extraction using the microwave-assisted process(MAP™) under closed-vessels conditions. *Spectroscopy*, 13:1~13.
- Kim, N.H., Lee, M.G. and Lee, S.R. (1996) Elimination of phenthoate residues in the washing and cooking of polished rice, *Korean J. Food Sci. Technol.*, 28:490~496.
- Kwon J.H. and Kim K.E. (1999) Comparative effects of microwave-assisted process under atmospheric pressure condition and conventional process on extraction efficiencies of effective ginseng components. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 28:586~592.
- Noboru, S., Hitoshi, M., Cheng Y., and Tamotsu H. (1996) A visualizing and quantitative method for determining of temperature distribution in an imitation food heated by microwave. *Nippon Shokuhin Kagaku Kogaku Kaishi*, 43:136~140.
- Onuska, F.I., Terry K.A. (1993) Extraction of pesticides from sediments using a microwave technique. *Chromatographia*, 36:191~194.
- Peter W.A. and Vernon J.F. (1983) Metabolism of pentachloronitrobenzene by goats and sheep. *J. Agric. Food Chem.*, 31:1150~1158.
- Richard, E.J., Robert, I.S. (1972) Ultrarapid extraction of insecticides from soil using a new ultrasonic technique. *J. Agric. Food Chem.*, 20:48~51.
- Richard, E.J., Robert, I.S. (1967) Ultrasonic extraction of insecticides in soil. I. Comparison of extraction methods and solvent systems over three time intervals. *J. Econo. Entomol.*, 60:1679~1682.
- Richard, E.J., Robert I.S. (1970) Ultrasonic extraction of insecticides in soil. II : Refinement of the technique. *J. Econo. Entomol.*, 63:165~168.
- Thoma C., Emil G.S, and Fred K. (1987) Identification of several new metabolites for pentachlorobenzene by gas chromatography/mass spectrometry. *J. Agric. Food Chem.*, 35:433~439.
- Tomlin, C. D. S. (1997) The pesticide manual, eleventh edition, pp. 1003~1208, The British Crop Protection Council, England.
- Vazquez, M. J., A. M. Carro, R. A. Lorenzo, and R. Cela (1997) Optimization of methylmercury microwave-assisted extraction from aquatic sediments, *Analytical Chemistry*, 69(2):221~225.
- Vlorica, L.A., Richard, Y. and Werner, F. B. (1994) Microwave-assisted extraction of organic compounds from standard reference soil and sediments. *Analytical Chemistry*, 66:1097~1106.
- Walker, A., Welch, S.J. and Rovers, S.J (1996) Biodegradation of the herbicide napropamide in soils. *Pesticide Science*, 47:464~135.
- 과학기술처 (1995) 연소가스중의 대기오염물질 저감기술개발, pp.535~542, PART III 마이크로파 에너지에 의한 가스의 분해기술개발. 과학기술처.
- 김장억 (1996) '96 국내 농산물중 농약잔류량 조사 - Procymidone의 잔류량 조사, *한국환경농학회*.
- 김택겸, 김장억 (1999) Microwave를 이용한 인삼중의 잔류농약추출, *한국식품위생안전성학회지*, 14(4):365~371.
- 경북대학교 농산물 가공 저장 유통 기술연구소 (1997) 극초단파 공정에 의한 인삼의 가용성 성분 및 잔류 농약 선택적 추출.
- 농약공업협회 (2000) 농약사용지침서, pp.733~765, 농약공업협회.

윤채혁 (1996) 농약총람, pp. 1141~1350, 도서출판 한림.
 이새봄 (1997) Microwave extraction system을 이용한 가
 용성 인삼성분 추출조건 최적화, 경북대학교 석사학위논
 문.
 정영호, 김장억, 김정환, 이영득, 임치환, 허장현 (2000) 최
 신 농약학, pp.201~202, 시그마프레스, 한국

農藥殘留分析法研究班 (1995) 最新 農藥の 殘留分析
 法, pp.512~636, 中央法規出版社. 日本.
 起橋雅浩, 尾花裕孝, 堀 伸二郎, 西宗高弘, 佐々木
 寧 (1996) タマネギ等の殘留農藥 分析に おける電
 子レンジの利用. 食衛誌, 37:43~47.

Extraction of pesticide residues in medical herbs by microwave

Taek-Kyum Kim and Jang-Eok Kim* (Department of Agricultural Chemistry, College of Agriculture, Kyungpook National University, Taegu 702-701, Korea)

Abstract : This study was conducted to elucidate extraction efficiency by microwave in comparison with Soxhlet for extraction of pesticide residues in dried medical herbs; red-ginseng, white-ginseng, *Bupleuri Radix*, *Angelica gigas Nakai*, *Rehmannia glutinosa*. The acetone extraction by microwave of tolclofos-methyl and quintozone in medical herbs was efficient. The extraction efficiency by microwave with power 45 to 150 watts, extraction time 1 to 5 minutes and solvent volume 30 ml was compared with that of Soxhlet with extraction time 7 hours and solvent volume 150 ml. The extraction efficiency by microwave with extraction time 3 to 5 minutes was similar with extraction time of 7 hours by Soxhlet. When medical herbs spiked with tolclofos-methyl and quintozone was analyzed to know the extraction efficiency of microwave by kind of medical herbs, the extraction efficiency by microwave with extraction time of 3 to 5 minutes was the same as Soxhlet extraction. The optimal condition for extraction of tolclofos-methyl and quintozone in medical herbs by microwave was 45 to 90 watts of power supply, 3 to 5 minutes of extraction time and acetone 30 ml of solvent volume.

*Corresponding author (FAX : +82-53-953-7233; E-mail : jekim@knu.ac.kr)