J. Fd Hyg. Safety 14(4), 365-371 (1999)

Microwave를 이용한 인삼 중의 잔류 농약 추출

김택겸 · 김장억†
경북대학교 농과대학 농화학과

Extraction of Pesticide Residues in Ginseng by Microwave

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

ABSTRACT – Microwave-assisted extraction (MAE) is known as a more environmental-friendly process with economic advantages in terms of less time, less solvent, less energy and less waste than the current reflux method that is time-consuming. MAE was applied to extract three pesticides (quintozene, tolclofos-methyl and procymidone) from ginseng in a pesticide residue analysis and eliminate pesticide contaminants from ginseng prior to production of the ginseng extracts. The optimal conditions for pesticide extraction from ginseng were 50% in power (150 watts), 2 minutes, 20 mL hexane and 2.0 g sample. The results of optimal conditions were compared with those of Soxhlet method (7 hours, 150 mL hexane). The recoveries between two methods were almost same while time and amount of solvent used in MAE were significantly decreased in comparing with those in the Soxhlet methods. When the 45% ethyl alcohol as a extraction solvent was applied to eliminate pesticides from ginseng prior to the production of the ginseng extracts, it was found that 100% quintozene, 69% tolclofos-methyl and 83% procymidone were eliminated from ginseng. The data showed that MAE may be used to eliminate pesticide contaminants in ginseng prior to making the ginseng extracts.

Key words □ Microwave-Assisted Extraction(MAE), Microwave, Quintozene, Tolclofos-methyl, Procymidone, Ginseng

우리 나라의 전통적 주요 한약재로 사용되고 있는 인삼은 동일한 경작지에서 최소 4년에서 6년간 재배를 하기 때문에[1] 병해충 및 잡초방제를 효과적으로 하여야 한다. 병해충 및 잡초방제를 하기 위하여 사용되는 농약은 어느 정도의 잔류성과 독성을 겸비하여야 하므로 농약은 살포된 작물이나 환경 중에 잔류될 수 있다.

현재 우리 나라에 등록된 농약은 1999년 3월을 기준으로 총 859품목이다. 이중 인삼 재배 시 직접 사용하도록 고시된 약제는 3품목으로서 diethofencarb, carbendazim, tolylfuanid, difenoconazole 등의 4가지 약제이며 인삼재배와 관련하여 묘포와 본포에 살포하도록 되어 있는 약제는 oxyfluorfen, pendimethalin, tolclofos-methyl 등 12가지이다.[3] 그리고 인삼에 대한 보건복지부의 농약 잔류허용기준은 11가지 농약이 설정되어 있으며 11가지 농약 중 현재 국내에서 사용되지 않는 농약은 DDT, BHC, aldrin, dieldrin, endrin, quintozene 등이며 국내에서 사용중인 약제는 diazinon, metalaxyl, endosulfan, carbendazim, captan, parathion 등이다. 인삼 재배 시 및 묘포와 본포에 사용이 허용된 약제 중에는 carbendazim 만 잔류허용기준치가 설정되어 있는 실정이다. 따라서 인삼 재배시 사용이 허용된 약제들도 잔류허용기준이 조속히 설정되어야 할 것이다.

인삼 중에 잔류되어 있는 농약을 추출하기 위한 방법으로는 건조된 인삼에 유기용매를 첨가하여 환류 추출하는 Soxhlet 법이 많이 이용되고 있다. 이 방법은 잔류농약의 추출효율은 상당히 우수한 반면에 추출하는데 필요한 시간과 에너지의 소모가 많아서 다량의 시료를 분석하는데는 비경제적이다. 최근 추출효율을 높이기 위하여 많은 노력들이 있었는데 그 예로서 sonication, super fluid extraction, solid phase extraction, microwave assisted extraction 등[4-6]이 개발되었다.

Microwave를 이용한 추출은 다양한 시료로부터 다양한 유기 화합물을 추출하는데 이용될 수 있으며 대부분의 유

†Author to whom correspondence should be addressed.

가용매를 추출 용매로 사용할 수 있고 또한 빠르게 용매를 가열시켜 지속시킬 수 있는 특징이 있다.[10] Onuska 등[10]은 가정용 microwave oven을 이용하여 토양으로부터 aldrin, endrin 등 13가지 농약을 추출하였고 Vlorica 등[11]도 20종의 유기염소계 농약의 추출효율에 대하여 연구하였다. 이 외에도 microwave를 이용한 농약 추출에 관한 많은 논문들[12-15]이 보고된 바 있으며 농약이 아닌 hydrocarbon 등의 유기 오염물질의 추출에 대해 이용하기도 하였다. 그리고 최근에는 microwave-assisted process(MAP™) 라는 공정이 캐나다 환경청으로부터 특허를 받았는데[13] 이 공정은 물질의 추출시 microwave를 이용하여 "less time, less solvent, less energy & less waste"[16]를 목적으로 개발된 것이다. 이와 같은 microwave를 인삼 중 잔류농약의 추출에 이용할 수 있다면 추출의 신속성과 효율성에서 다른 일반적인 방법보다 우수하고 사용용매의 양을 줄일 수 있어 환경적인 측면에서도 긍정적으로 평가할 수 있다.[7,10-15]

인삼은 전통적으로 물로 상당히 긴 시간 동안 달여서 엑기스로 만들어 섭취하거나 분말 또는 수삼, 홍삼 등의 형태로 이용하고 있다. 식품공전에 따르면 인삼 가공제품을 만들기 위하여 사용되는 인삼은 4년근 이상의 인삼을 원료로 하여 물 또는 ethyl alcohol을 사용하여 90℃ 이하의 온도에서 추출하도록 규정되어 있다.[16] 국내 인삼업체에서는 5-6배량의 에탄올(70% 이상)이나 물을 용매로 85℃ 이상에서 8시간씩 5회 반복 추출하고 있다.[16] 만약 농약이 인삼 중에 잔류되어 있다면 이러한 추출 과정 중에 추출될 수 있기 때문에 인삼의 가공성 성분을 추출하여 가공제품을 만들 때 농약성분이 농축되는 결과를 초래할 수도 있을 것이다.

따라서 본 연구는 인삼 중에 있는 잔류농약성분을 신속히 추출하여 분석하는데 microwave를 이용할 수 있는지와 인삼 가공제품의 제조 전에 microwave를 이용하여 잔류농약 성분을 제거할 수 있는지의 여부를 알기 위하여 수행하였다.

재료 및 방법

추출장치

Microwave 추출 장치는 상압 하에서도 추출이 가능한 Soxwave 100 microwave extraction unit(Open vessel type, Prolabo, France)를 사용하였다. 본 장치는 2,450 MHz의 주파수와 최대에너지 강도 300 watts, 5-50% 범위에서 에너지의 강도 조절이 가능하며 환류냉각관이 장착되어 있는 것을 사용하였다.

재료 및 시약

실험 재료는 4년근 백미삼(금산산)으로서 일반 성분의 조성은 수분 8.2%, 조단백질 4.4%, 조지방 1.5%, 조회분 5.5%, 가용성 무질소물 72.3% 등이었다.[17] 인삼을 풍건한 다음 인삼자동분말기(0.35 mm)로 분쇄시킨 후 냉동고에 보관하면서 분석시료로 사용하였다.

사용된 농약은 quintozene, tolclofos-methyl 및 procymidone 3가지 농약으로서 표준품을 acetone에 녹여 각각 1000 ppm 수준의 stock solution을 제조한 후 필요한 농도로 희석하여 사용하였다. Quintozene은 Wako Pure Chemical Industries, Ltd.(Japan)에서 구입하였으며 tolclofos-methyl 및 procymidone은 농촌진흥청에서 분양받아 사용하였다.

사용된 시약 중 hexane과 ethanol은 J.T.Baker (USA) HPLC grade를 구입하여 사용하였고 acetone은 Wako Chemical Co.(Japan)의 농약잔류분석용을 구입하여 사용하였다. Florisil은 Sigma Chemical Co.(USA)의 제품을 사용하였다.

추출방법

분말화된 인삼시료 2.0 g을 평량하여 살균제 quintozene, tolclofos-methyl, procymidone 등 세 가지 농약을 microwave를 이용하여 추출하였다. 추출에 사용된 유기용매는 hexane, ethyl alcohol 등을 이용하였으며 시료 2.0 g에 용매 20 mL를 사용하여 power 50%(150 watts)의 microwave로 2분간 추출하였다. Soxhlet 법은 시료 2.0 g에 hexane 150 mL를 첨가하여 7시간 동안 환류 추출하였다.

Microwave 추출 후 잔사를 다시 추출하여 농약과 인삼 성분을 분석하여 microwave의 효율성을 조사하였다. 엑기스 추출은 60%의 ethyl alcohol 100 mL를 사용하여 100 watts, 5분간 1회 추출하였다.[1,16-17]

인삼시료 중에 잔류되어 있는 잔류량보다 더 높은 농도의 시료를 조제하기 위하여 4 mg/kg의 농도에 해당하는 각각의 농약을 spike 시킨 후 하루 방치한 다음 같은 방법으로 추출하였다.

농약 잔류분석

Microwave로 추출한 추출액을 여과한 다음 적당량의 물을 첨가하고 hexane 30 mL로 3회 추출한 후 소량이 남을 때까지 감압 농축하였다. 감압 농축된 액을 Florsil 6.5 g으로 충진된 glass column에 loading 후 hexane 100 mL로 세척하고 hexane:acetone(99:1, v/v)으로 용출시켰다. 이 용출액을 1 mL 정도로 감압 농축하고 질소가스로 완전히 건조시켰다. 이 건고 시료를 acetone 10 mL에 재용해 시켜 GLC-ECD를 이용하여 분석하였다.[20,21] 인삼 중 잔류농약의 분석을 위한 GLC의 분석 조건은 Table 1과 같다.

Table 1. The operating conditions for gas chromatography analysis of residual pesticides in ginseng

Model		Varian-STAR 3400CX (USA)
		^{63}Ni-ECD(Electron Capture Detector)
Temp.	Injector :	250°C
	Detector :	300°C
	Column :	Initial temp - 180°C, Hold time - 1 min
		Rate(°C/min) - 6 Final temp - 220°C Hold time - 3 min
		Rate(°C/min) - 10 Final temp - 250°C Hold time - 3 min
Column		Rtx-1[100% dimethyl polysiloxane]
		30 m, 0.25 mmID, 0.25 μmdf
Injection volume :		1 μl
Gas flow rate :		Carrier N_2 80 psi
Electrometer attenuation : 10×32		

인삼의 가용성 성분 분석

인삼의 가용성 성분 분석은 추출용매로서 60%의 ethyl alcohol을 사용하여 power 100 watts, 5분간 1회 microwave 추출한 시료를 인삼의 성분분석을 하고 있는 곳에 의뢰하여 분석하였다.[1,16-17]

결과 및 고찰

Microwave의 가열 특성

인삼 시료에 잔류되어 있는 살균제 quintozene, tolclofos-methyl 및 procymidone의 microwave 추출을 위한 용매로 hexane을 선정하였다. Hexane은 다른 용매에 비해 유전 상수가 낮아 microwave에 대한 투과성을 지니고 있다. 따라서 microwave 조사시 에너지의 흡수가 거의 일어나지 않음으로써 Fig. 1과 같이 온도의 변화가 나타나지 않았다. 그러나 수분(10% 이하)이 함유된 인삼 분말 시료 2.0 g에 hexane 20 mL를 가하여 microwave를 조사(150 watts power)한 경우는 30초 처리시 약 30°C, 1분 처리시 약 45 °C 정도의 온도를 나타내었다. 이는 인삼 분말 중에 함유된 수분이 microwave energy를 흡수하여 온도 상승을 유도하는 것으로 볼 수 있다.[1]

농약의 잔류분석

인삼 시료에 잔류되어 있는 것이 확인된 살균제 quintozene, tolclofos-methyl 및 procymidone 등의 세 농약 성분을 microwave로 추출한 후 GLC-ECD로 동시분석을

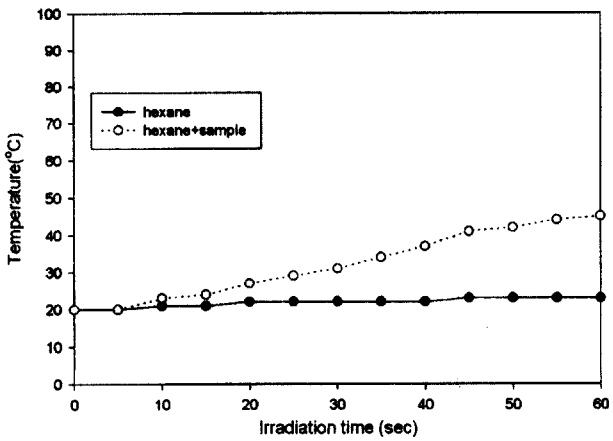

Fig. 1. Heating curve of hexane by microwave at 150 watts power.

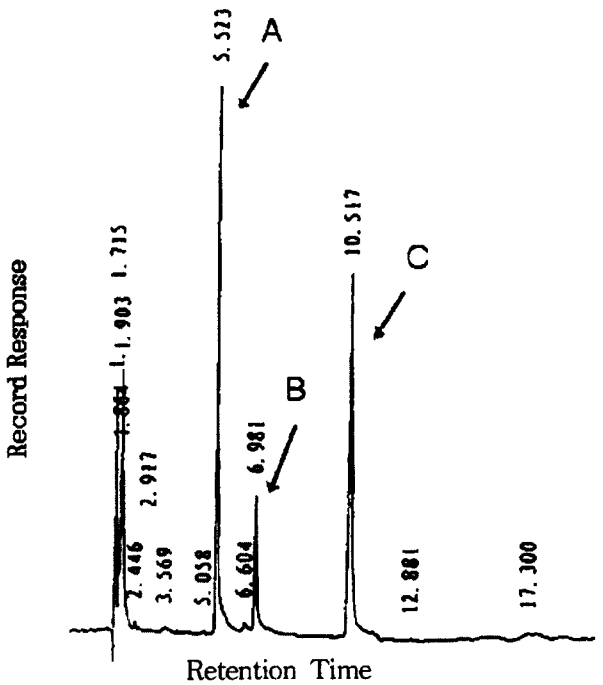

Fig. 2. GLC chromatogram of simultaneous analysis of quintozene, tolclofos-methyl and procymidone in ginseng(A: Quintozene, B: Tolclofos-methyl, C: Procymidone).

하기 위해 Table 1과 같은 조건으로 분석한 결과 Fig. 2와 같이 세 농약은 잘 분리되어 동시분석이 가능하였다. Gas chromatogram 상에서의 retention time은 quintozene 5.5분, tolclofos-methyl 7.0분, procymidone 10.5분으로 나타났다. 살균제 quintozene, tolclofos-methyl 및 procymidone의 GLC 분석조건에서의 최소검출량은 각각 0.005, 0.01, 0.01 ng이었으며 실험에 사용된 시료량, 최종 희석액의 양, 시료

Table 2. Recoveries of quintozene, tolclofos-methyl and procymidone in ginseng fortificated with 1 mg/kg

Pesticide	Detection Limit(mg/kg)	Recoveried %
Quintozene	0.025	103±7*
Tolclofos-methyl	0.05	102±5
Procymidone	0.05	92±6

*Standard deviation

주입량을 고려한 검출한계는 각각 0.025, 0.05, 0.05 mg/kg 이었다(Table 2).

인삼시료에 각 농약의 표준용액 1 mg/kg 수준으로 spike 한 세 가지 농약의 동시분석법에 의한 회수율의 결과는 quintozene 103%, tolclofos-methyl 102%, procymidone 92%로 나타났다.

Microwave 추출조건의 설정 및 제거효과

인삼 시료 중에 잔류된 quintozene, tolclofos-methyl 및 procymidone 등 3가지 농약의 추출을 위한 용매로는 hexane과 45% ethyl alcohol을 이용하였다. Hexane은 농약의 잔류분석에 microwave 추출과 Soxhlet 추출의 추출효율을 비교하기 위하여 선택하였고 45% ethyl alcohol은 농약제거의 가능성을 조사하기 위하여 사용하였다. Hexane과 45% ethyl alcohol을 추출 용매로 한 microwave 추출 조건을 설정하기 위하여 인삼분말 2.0 g에 20 mL의 용매를 가하여 50% power(150 watts)로 고정하였고 microwave의 추출시간을 달리하여 추출한 결과, Table 3과 같이 추출시간이 증가할수록 높은 추출율을 나타내었다. 추출시간을 2분으로 하였을 때 3가지 농약성분은 최대의 추출 효율을 보였다. Table 3에서와 같이 15초에서 60초의 추출시간 동안에는 tolclofos-methyl를 제외한 두 농약의 추출량에는 거의 변화가 없었다. 이는 추출용매의 microwave 가열시간에 따른 온도변화와 관계가 있는 것으로 생각된다. 즉 hexane의 boiling point가 약 66-70°C로 Fig. 1의 heating curve와 비교해 볼 때 그 최대점까지 도달하는데 약 1분 30초 정도가 필요하기 때문에 microwave 추출효과가 나타나려면 1분 30초 이상의 시간이 지나야 최대의 추출효과가 나타날 것으로 생각된다.

Table 4. Comparison of extraction efficiencies between Soxhlet and microwave extraction

Pesticide	Extracted concentration(mg/kg)		
	Soxhlet	MAP-hexane	MAP-45% EtOH
Quintozene	0.60±0.02*	0.60±0.04	0.55±0.05
Tolclofos-methyl	1.30±0.06	1.22±0.04	0.90±0.08
Procymidone	0.60±0.03	0.60±0.02	0.59±0.03

*Standard deviation

인삼시료를 Soxhlet 법으로 잔류량을 분석한 결과 Table 4와 같이 quintozene 0.6 mg/kg, tolclofos-methyl 1.2 mg/kg, procymidone 0.6 mg/kg 정도가 잔류되어 있는 것으로 나타났다. Soxhlet 추출법과 microwave 추출법에서 추출용매로 hexane를 사용하였을 경우 tolclofos-methyl, quintozene 및 procymidone은 거의 비슷한 양이 추출되었다. Soxhlet 추출에 의한 추출량을 100으로 하였을 경우 microwave 추출에 의한 quintozene과 procymidone의 지수는 100으로 나타났었으며 tolclofos-methyl의 경우는 92로 약간 낮게 나타났다. 따라서 microwave를 이용한 quintozene, tolclofos-methyl 그리고 procymidone 3가지 농약의 인삼시료에서의 최적 추출 조건은 hexane을 추출용매로 하여 인삼시료 2.0 g에 대하여 hexane 20 mL, 150 watts의 power로 2분간 추출하는 것이 가장 좋은 것으로 생각된다.

Microwave 추출법을 사용함으로써 실제 Soxhlet 추출법에서 사용된 용매양의 최소 7배 이상을 감소시킬 수 있었으며 추출 시간 또한 7시간에서 2분으로 단축시킬 수 있었다. 또한 사용되는 시료의 양도 일반적인 분석방법보다 적

Table 3. Extraction efficiencies of pesticides in ginseng with different irradiation time

Solvent	Pesticide	Extracted concentration(mg/kg)			
		Irradiation time(sec)			
		15	30	60	120
Hexane	Quintozene	0.40±0.05*	0.41±0.03	0.43±0.07	0.89±0.10
	Tolclofos-methyl	0.90±0.03	0.84±0.08	1.12±0.03	1.49±0.02
	Procymidone	0.41±0.06	0.33±0.07	0.42±0.02	0.60±0.07
45% EtOH	Quintozene	0.31±0.06	0.32±0.07	0.24±0.03	0.58±0.06
	Tolclofos-methyl	0.83±0.05	0.91±0.06	1.21±0.01	1.30±0.05
	Procymidone	0.49±0.07	0.60±0.02	0.61±0.02	0.60±0.01

*Standard deviation

게 사용되며 전반적인 정제과정 중 소비되는 용매의 양도 훨씬 감소 시킬 수 있었다. 이로 볼 때 시간적, 경제적인 면에서 microwave 추출법이 Soxhlet 추출법보다 더 효율적이라고 볼 수 있다. 그러나 인삼시료에 잔류될 수 있는 농약은 물리화학적인 성질이 모두 다르기 때문에 각 농약에 적합한 용매의 선정과 추출조건의 확립이 우선되어야 할 것으로 사료된다.

전통적으로 인삼은 물로 달여서 복용하기 때문에 수용성이 있는 농약이 추출되어 나올 수 있어서 인삼시료에 잔류된 농약성분의 제거를 위한 방법들이 있어야 할 것이다. 인삼 중에 잔류된 농약의 제거를 위하여 사용되는 방법은 가능하면 인삼 유효성분의 손상을 유발하지 않아야 할 것이다. 따라서 본 연구에서는 45% ethyl alcohol을 용매로 하고 microwave 추출기를 이용하여 위에서와 같은 조건으로 추출한 결과 quintozene의 경우는 100% 제거가 가능하였고 tolclofos-methyl은 69%, procymidone은 83%의 제거율을 나타내었다. 따라서 ethyl alcohol로 짧은 시간 microwave 추출을 하면 농약의 제거가 가능할 것으로 사료된다.

일차적으로 microwave 추출방법이 잔류 농약의 추출 및 제거에 활용할 수 있다는 결과를 얻은 후 이 결과들을 확대 적용하기 위하여 인삼시료의 양을 5.0 g으로 증가시켜 추출실험을 수행하였고 또한 권 등[16]이 제시한 인삼 엑기스 제조를 위한 microwave 공정의 최적 용매인 60% ethyl alcohol를 이용하여 잔류농약의 추출 정도를 조사한 결과는 Table 5와 같았다.

인삼 중의 잔류농약을 추출 할 때 인삼시료의 양을 2.0 g에서 5.0 g으로 증가시키고 hexane의 양도 50 mL로 증가시켜 microwave 추출을 하였을 경우에도 동일한 추출 효율을 나타내었다. 추출 후의 잔사에 남아 있는 농약의 잔류량을 조사하여 보았으나 잔존하는 양이 없어서 추출될 수 있는 모든 농약이 추출된 것으로 사료된다. 그리고 60% ethyl alcohol을 사용하여 microwave로 추출한 결과도 tolclofos-methyl 만이 다소 추출량이 감소되었으나 나머지 quintozene과 procymidone의 경우에는 대부분이 추출되는 것으로 나타났다. 농약의 제거를 위한 microwave 이용면으로 해석한다면 microwave 전처리를 통해서 거의 모든 농약이 추출되어 나올 수 있다는 것을 보여준다. 또한 60% ethyl alcohol로 가공식품 제조시 전처리를 하지 않고 추출한다면 농약의 상당량이 가공식품 상에 존재할 가능성도 있음을 보여준다. 이러한 microwave 추출 결과로 미루어 볼 때 60% ethyl alcohol로 미리 2분 이내로 microwave 추출하여 버린 후 엑기스를 추출한다면 인삼 엑기스 중의 잔류농약을 상당히 감소시킬 수 있을 것으로 판단된다. 하지만 실제 잔류하는 양이 너무 적어서 인삼 속에 고농도의 농약이 존재할 경우 같은 결과를 얻을 수 있어야 한다. 따라서 인삼시료에 잔류된 농약의 양이 고농도일 경우를 가정하여 사용된 인삼시료 분말에 인위적으로 세 가지 농약을 4.0 mg/kg 수준으로 첨가하고 같은 실험방법으로 추출을 수행한 결과는 Table 6과 같았다. 추출제거 후 잔사에 잔류되어 있는 농약의 양이 조금 증가되었지만 그 양은 추

Table 5. Residue amounts of pesticides in extracts and residue of ginseng at the microwave extraction

Treatment	Residue amounts(mg/kg, Means ± SD)		
	Quintozene	Tolclofos-methyl	Procymidone
A-1[a)]	0.61 ± 0.04	1.41 ± 0.06	0.81 ± 0.07
A-2[b)]	[f)]N.D.	N.D.	0.09 ± 0.02
A-3[c)]	N.D.	N.D.	N.D.
B-1[d)]	0.58 ± 0.02	0.90 ± 0.04	0.82 ± 0.06
B-2[e)]	N.D.	0.30 ± 0.02	N.D.

[a)]A-1: Extraction of ginseng 5.0 g with hexane 50 mL by microwave for 2 minutes at power 150 watts
[b)]A-2: Extraction of residue of A-1 with 60% EtOH 100 mL by microwave for 5 minutes at power 100 watts
[c)]A-3: Extraction of residue of A-2 with acetone 40 mL by shaking for 1 hour
[d)]B-1: Extraction of ginseng 5.0 g with 60% EtOH 100 mL by microwave for 5 minutes at power 100 watts
[e)]B-2: Extraction of residue of B-1 with acetone 40 mL by shaking for 1 hour
[f)]N.D.: Below of detection limit

Table 6. Residue amounts of pesticides in extracts and residue of ginseng spiked with 4 mg/kg

Treatment	Residue amounts(mg/kg, Means ± SD)		
	Quintozene	Tolclofos-methyl	Procymidone
A-1[a)]	4.60 ± 0.07	5.45 ± 0.12	4.68 ± 0.13
A-2[b)]	0.69 ± 0.03	N.D.	0.20 ± 0.01
A-3[c)]	[f)]N.D.	N.D.	N.D.
B-1[d)]	4.52 ± 0.11	4.88 ± 0.13	4.65 ± 0.11
B-2[e)]	0.40 ± 0.04	0.29 ± 0.05	0.20 ± 0.01

[a)]A-1: Extraction of ginseng 5.0 g with hexane 50 mL by microwave for 2 minutes at power 150 watts
[b)]A-2: Extraction of residue of A-1 with 60% EtOH 100 mL by microwave for 5 minutes at power 100 watts
[c)]A-3: Extraction of residue of A-2 with acetone 40 mL by shaking for 1 hour
[d)]B-1: Extraction of ginseng 5.0 g with 60% EtOH 100 mL by microwave for 5 minutes at power 100 watts
[e)]B-2: Extraction of residue of B-1 with acetone 40 mL by shaking for 1 hour
[f)]N.D.: Below of detection limit

Table 7. Comparison of components of ginseng extracts between before and after extraction of pesticide with microwave

Sample	Total yield (%)	Crude saponin (%)	Total phenolics (mg/100 mL)	Electron donating ability (unit)	Acidic polysaccharide (mg/100 mL)
N. S.	37.21±0.45*	2.11±0.01	7.46±0.44	17.67±0.58	20.37±0.11
S. P.	36.97±0.58	2.06±0.02	7.34±0.12	18.00±0.70	16.30±0.86
N. S. E.	37.00±0.84	2.08±0.03	7.38±0.24	17.50±0.70	20.40±0.49
S. E.	39.67±0.75	2.09±0.00	8.53±0.14	18.00±0.00	19.83±0.25
Average	37.71±1.31	2.09±0.02	7.68±0.57	17.79±0.25	19.22±1.87

*Standard deviation
N.S.: non spiked sample(control)
S.P.: sample spiked with 4 mg/kg three pesticides
N.S.E.: non spiked sample extract after microwave extraction with hexane
S.E.: sample spiked with 4 mg/kg three pesticides extract after microwave extraction with hexane

출된 양의 10% 미만으로 90% 이상이 제거되었다. 따라서 microwave에 의한 추출효과는 저농도의 농약이 있을 때와 같은 경향으로 나타났다.

Table 7은 Table 5와 6의 실험에서 hexane을 이용하여 농약을 추출한 후 그 성분의 변화를 조사한 것이다. 농약을 제거한 후 추출되는 성분의 소실양은 대부분 1.0% 미만으로 소실이 거의 없는 것으로 나타났다. 이는 hexane이 거의 무극성이기 때문에 가용성 물질들이 hexane에 의해서 추출되지 못하는 것으로 사료된다.

인삼시료에 포함된 잔류농약의 추출에 가장 효율적인 hexamne을 추출용매로 사용하였으나 hexane은 식품에 사용할 수 없으므로 인삼중 잔류농약의 제거를 위해서는 ethyl alcohol을 사용하여야 할 것이다. 권 등[16]과 이[2]의 보고에 의하면 인삼 가공식품 제조시 45%와 60% ethyl alcohol로 microwave 추출을 할 경우 총 5회 추출 중 1회 추출에서 가용성 성분들의 60에서 80%가 추출된다고 보고한 바 있다.

본 연구에서 인삼중의 잔류된 농약을 microwave를 이용하여 제거시키는 것이 가능한 것으로 나타났지만 추출용매로 ethyl alcohol을 이용할 경우 인삼성분의 손실이 우려된다. 따라서 ethyl alcohol을 이용할 경우 최적 추출조건에 대한 연구와 추출용매에 선정에 대한 연구가 더 필요하다. 만약 이것이 확립이 된다면 아주 간단히 신속히 그리고 짧은 시간에 농약을 제거 시킬 수 있을 것으로 사료된다.

감사의 말씀

본 연구는 1997년도 교육부 학술연구조성비(농업과학분야)에 의하여 수행된 연구결과의 일부이며, 지원에 감사드립니다.

국문요약

인삼시료에 있는 quintozene, tolclofos-methyl 그리고 procymidone 등의 농약성분을 추출하기 위한 방법으로서 microwave를 이용할 수 있을 지의 여부와 인삼을 가공제품으로 만들기 전에 microwave를 이용하여 잔류농약 성분을 신속히 추출하여 제거 시킬 수 있는지 알고자 하였다. 인삼분말 시료에 hexane을 추출용매로 이용한 microwave 추출의 최적 조건은 power 150 watts, 추출시간 2분이었고 그 추출 효율은 Soxhlet으로 7시간 동안 가열 환류 추출한 결과를 지수 100으로 하였을 때 quintozene 100, tolclofos-methyl 92, procymidone 100으로 거의 동일한 수준으로 나타났다. 그리고 microwave 추출법을 사용함으로써 실제 Soxhlet 추출법에서 사용된 용매양의 최소 7배 이상 감소시킬 수 있었고 추출 시간 또한 7시간에서 2분으로 훨씬 단축되었다. 인삼 엑기스 제조 전 잔류농약 성분의 제거 실험에 있어서 45% 나 60% ethyl alcohol을 용매로 사용하고 microwave로 power 150 watts 추출시간 2분 이내로 1회 추출하여 quintozene 100%, tolclofos-methyl 69%, procymidone 83% 정도의 제거효과를 얻었다.

참고문헌

1. 경북대학교 농산물 가공 저장 유통 기술연구소: 극초단파 공정에 의한 인삼의 가용성 성분 및 잔류 농약 선택적 추출 (1997).
2. 이새봄: Microwave Extraction System을 이용한 가용성 인삼성분 추출 조건 최적화. 경북대학교 석사학위논문 (1997).
3. 농약공업협회: '99 농약사용지침서 (1999).
4. Richard, E.J., Robert, I.S.: Ultrarapid extraction of insecticides from soil using a new ultrasonic technique. *J. Agr. Food Chem.*, **20**, 48-51 (1972).
5. Richard, E.J., Robert, I.S.: Ultrasonic extraction of insecticides in Soil. I. Comparison of extraction methods and solvent systems over three time intervals. *J. Econo. Entomol.*, **60**, 1679-1682 (1967).
6. Richard, E.J., Robert I.S.: Ultrasonic extraction of insecticides in Soil. II. Refinement of the Technique. *J. Econo. Entomol.*, **63**, 165-168 (1970).
7. Brian, R.: Environmental analyses via microwave assisted extraction. *International Environmental Technology*, Nov/Dec, 24-26 (1994).
8. 과학기술처: 연소가스중의 대기오염물질 저감기술개발, III 마이크로파 에너지에 의한 가스의 분해기술개발, pp. 535-542 (1995).
9. Charles, R. B.: Microwave cooking and processing - Engineering fundamentals for the food scientist. An avi Book Published by van Vostrand Reinhold, New York, pp. 3-50 (1993).
10. Onuska, F.I., Terry K.A.: Extraction of pesticides from sediments using a microwave technique. *Chromatographia*, **36**, 191-194 (1993).
11. Vlorica, L.A., Richard, Y. and Werner, F. B.: Microwave-assisted extraction of organic compounds from standard reference soil and sediments. *Analytical Chemistry*, **66**, 1097-1106 (1994).
12. 起橋雅浩, 尾花裕孝, 堀伸二郎, 西宗高弘, 佐々木寧: タマネギ等の殘留農藥 分析における電子レンヅの利用. 食衛誌, **37**, 43-47 (1996).
13. Ken L., Jacqueline, M. R., Belanger, N.L., Rodney, D. T., Raj S., and J.R. Jocelyn Pare: Evaluation of rapid solid sample extraction using the microwave-assisted process(MAPTM) under closed-vessels conditions. *Spectroscopy*, **13**, 1-13 (1996).
14. Katalin, G., Andras S., and Klara V.: Microwave extraction - A Novel sample preparation method for chromatography. *Journal of Chromatography*, **37**, 299-306 (1986).
15. Harry M.P., Jr., Terri L.A., Christine, M.T., and Nary, J.I.M.: Suitability of microwave-assisted extraction for multiresidue pesticide analysis of produce. *J. Agric. Food Chem.*, **45**, 3522-3528 (1997).
16. Kwon J.H. and Kim K.E.: Comparative effects of microwave-assisted process under atmospheric pressure condition and conventional process on extraction efficiencies of effective ginseng componets. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, **28**, 586-592 (1999).
17. 유광근: 인삼 성분분석법, 한국인삼연초연구소 (1991).
18. Tomlin C. D. S.: The pesticide manual. 11th Ed. The British Crop Protection Council, England, pp. 1003-1208 (1997).
19. 윤채혁: 농약총람, 도서출판 한림, pp. 1141-1350 (1996).
20. 農藥殘留分析法研究班: 最新 農藥の 殘留分析法, 中央法規出版社, pp. 512-636 (1995).
21. 김장억: '96 국내 농산물중 농약잔류량 조사 - Procymidone 의 잔류량 조사, 한국환경농학회 (1996).
22. Kim, N.H., Lee, M.G. and Lee, S.R.: Elimination of phenthoate residues in the washing and cooking of polished rice, *Korean J. Food sci. Technol*, **28**, 490-496 (1996).
23. Noboru, S., Hitoshi, M., Cheng Y., and Tamotsu H.: 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 (1996).