

기체-액체 크로마토그래피에 의한 잔류 유기염소계 농약들의 동시 분석에 관한 연구(제 1 보). 농약의 용매추출 및 불순물 제거

金宅濟[†] · 朴松子 · 金榮相*

한국과학기술원 화학분석실

*고려대학교 문리대학 화학과

(1985. 2. 27 접수)

Studies on the Simultaneous Analysis of Organochlorine Pesticide Residues by Gas-Liquid Chromatography(I). Solvent Extraction and Cleanup of Pesticides

Taek-Jae Kim[†], Song-Ja Park and Young-Sang Kim*

Chemical Analysis Lab., Korea Advanced Institute of Science and Technology,

P.O. Box 131, Dong Dae Mun, Seoul 131, Korea

*Department of Chemistry, Korea University, Jochixon, Choongnam 320, Korea

(Received February 27, 1985)

요 약. 농산물에 잔류되어 있는 16종의 유기염소계 농약들을 기체-액체 크로마토그래피(GLC)로 동시에 정량하기 위하여 필요한 전처리 과정인 용매추출과 불순물 제거(Cleanup) 처리에 대하여 조사 검토 하였다. 농산물로 부터 농약들을 H_3PO_4 와 물을 가한 강산성(pH 1.5이하)의 acetone 용액으로 녹여낸 다음, petroleum ether를 분배 용매로 사용하여 농약을 추출시켰다. 추출물에서 용매를 증발시켜 날려보내고 ethylether-petroleum ether (6:94) 용리액으로 녹여서 650°C에서 활성화 시킨 Florisil 관을 통과시켜 불순물을 제거 하였다. Petroleum ether에 의한 추출효과는 94% 이상으로 AOAC 법 보다는 우수 하였고, Florisil 관 크로마토그래피법에 의해 불순물이 제거되었다.

ABSTRACT. The solvent extraction and cleanup processes for the simultaneous gas-liquid chromatographic determination of 16 kinds of organochlorine pesticide residues were investigated. The pesticides were extracted out from various crops with the aqueous acetone solution acidified (pH < 1.5) by adding conc. H_3PO_4 . Most of the pesticides were partitioned from the solution with petroleum ether. Evaporated the extracting solvent, the residues were dissolved in ethylether-petroleum ether (6:94) eluent and eluted through the Florisil column activated at 650°C for 2.5hrs. The extraction efficiency was over 94% and impurities were effectively removed by the column chromatography.

1. 서 론

식량 증산을 위하여 농약을 사용하고 있는데 이들 농약중 일부는 화학적으로 안정하여 지용성인 화합물로 생체나 환경을 오염시키고 있

다.^{1~3} 이들 오염문제를 해결하기 위하여 각 나라마다 농산물별로 잔류농약 허용기준을 설정하고 있으며 우리나라에서도 농산물중 농약 허용기준(환경청 고시 제 81~5호, 1981.3.16)을 설정 공고한 바 있다. 이 기준에 준하여 잔류농

약을 규제하기 위해서는 농산물에 잔류되어 있는 농약들에 대한 신뢰할 수 있는 분석법이 확립되어야 하는데, 그렇지 못한 실정에 있다.

일반적인 잔류농약의 분석과정을 보면 농산물로부터 잔류농약을 추출하고, 동시에 추출된 불순물들을 분리 제거시킨 다음, 적당한 정량법을 이용하여 분석한다. 따라서 정량법 못지 않게 추출 및 불순물의 분리제거 과정도 분석결과에 정확도와 정밀도에 있어서 매우 중요하다. 이에 많은 연구자들이 이에 관한 연구를 보고한 바 있다.⁴⁻¹²

AOAC 방법¹³에 의하면 acetonitrile을 사용하여 농약을 추출하고, 물로 풀어서 petroleum ether로 농약성분들을 추출 분리한다. 이때 농산물에 있는 다른 성분들이 동시에 추출되어 나오므로 이들을 제거하기 위하여 Florisil 판을 사용한 판크로마토그래피법으로 분리한다.

Burke⁵는 *p, p'*-DDD에 대해서 acetonitrile, alcohol-hexane, ethyl acetate, methylene chloride 등의 용매를 사용하여 추출효율을 본 바 있는데 acetonitrile이 가장 효과적임을 보여 주었다. Williams⁶는 *n*-hexane-acetone의 혼합용매를 사용하여 몇가지 염소계 농약을 Soxhlet로 추출하고 salting-out하여 재추출하였다. Luke 등⁷은 유기염소계, 유기인제, 유기질소 및 탄화수소 농약들을 추출 분석하였는데 acetone에 녹여 낸 다음 acetonitrile-methylene chloride 등 몇 단계의 추출을 하여 농약별로 정량 하였다. Yamato 등⁸은 네가지 BHC 이성질체를 macroreticular resin을 사용하여 추출, 분석하였다. Ambrus 등⁹은 각종 농약을 acetone에 녹여 낸 다음 methylene chloride에 분배 시키거나 혼합용매의 판을 통과시켜 cleanup하여 분석 하였다.

한편 Mills¹⁰는 cleanup에 이용하는 Florisil을 130°C에서 5시간 이상 가열하는 과정을 두번 반복하여 활성화 시킨후 그 효과를 검토 하였다. Versino 등¹¹은 흡착관 크로마토그래피법에 기초를 둔 8가지 방법으로 유기염소 및 유기인제 농약들을 cleanup하는 효율을 비교, 검토하였다. 또, Mills 등¹²은 Florisil 판 cleanup에 이용되는 용리용매에 대한 연구를 하였다. 이상에서

본 바와 같이 잔류농약의 추출 및 cleanup에 관한 연구는 많이 수행되고 있으나 전체농약을 동시에 추출 분석하는 연구는 잘 되어 있지 않은 상태에 있다.

이에 본 연구에서는 농산물(곡류, 채소류, 감자류, 과실류)에 잔류되어 있는 16종의 유기염소계농약(허용기준에서 규제하고 있는)을 동시에 정량할 수 있는 다성분 잔류농약 분석법을 개발, 확립하고자 한다. 이들 유기염소계 농약을 농산물로부터 효과적으로 추출하고, 농약과 같이 추출되어 나오며, 기체-액체 크로마토그래피로 농약을 정량할 때 방해하는 다른 불순물들을 분리제거하는 과정에 대한 검토를 하려고 한다. 물론 여기서 얻은 추출효율이나 cleanup효과를 검토한 데이터들은 다음에 보고하려고 하는 GLC법에 의한 정량 조건으로 이용될 것이다.

2. 실험

표준농약 및 시약. 본 실험에서 사용한 유기염소계의 표준농약들은 미국 환경보호청 (EPA, Research Triangle Park, N.C.)에서 제공 받았으며 그 순도는 다음과 같다: α -BHC; 99.0%, γ -BHC; 99.7%, heptachlor; 99.8%, β -BHC; 99.8%, aldrin; 99.4%, *o, p'*-DDE; 99.0%, heptachlor epoxide; 99.3%, *p, p'*-DDE; 99.0%, *o, p'*-DDD; 99.0%, *o, p'*-DDT; 99.7%, dieldrin; 99.3%, endrin; 99.3%, *p, p'*-DDD; 98.1%, *p, p'*-DDT; 98.6%, *m, p'*-DDD; 98.0%, daconil; 95%. 이상의 농약을 각각 10mg씩 정확히 취하여 *n*-hexane에 녹여 정확히 100ml로 만들어 100 ppm의 표준용액을 준비하였다.

Acetone, acetonitrile, ethylether 및 *n*-hexane은 Mallinckrodt 사제의 nanograde를 그대로 사용하였으며, petroleum ether는 Baker 사제로서 잔류농약 분석용을 사용하였다. NaCl과 무수 Na₂SO₄는 특급시약을 사용하였다.

추출 및 분배. 유기염소계 농약이 잔류되어 있지 않고 잘 분쇄된 농산물 시료 25g을 250ml 비이커에 옮겨 넣고 물 30ml와 85% H₃PO₄ 0.3 ml를 넣어 잘 저어 준 다음, 표준농약을 각각 5 μ g

씩 가하여 때때로 흔들어주면서 1 시간 동안 방치하여 둔다. Homogenizer(Tokyo Nibbon Seiki Seikakusho Co. Model 500-D)에 모두 옮기고 acetone 100ml 를 가하여 5 분동안 갈아준다. 거름종이 (Toyo Filter Paper No. 5A)를 밑에 간 Büchner 깔대기에 옮겨서 흡입 여과하고 acetone 50ml 로 용기를 씻은 다음 깔대기에 옮겨 여과하여 여과액을 한데 모은다.

여과액을 500ml 분별 깔대기에 옮겨 넣고 포화 NaCl 용액 10ml 와 물 100ml 를 가한 다음, petroleum ether 100ml 를 넣고 2 분간 잘 흔들어 준다. 층이 분리되면 아래층을 다른 분별 깔대기에 옮기고, 다시 petroleum ether 100ml 를 가하여 2 분간 흔들어준다 다음, 층이 분리되면 아래층은 버리고 윗 층의 petroleum ether 들 한데 모은다.

추출액에 무수 Na_2SO_4 10g 정도를 가하고 잘 흔들어 준 다음 수분동안 방치한다. 이것을 여과하여 여과액을 동근바닥 플라스크에 받고 다시 petroleum ether 50ml 로 분별깔대기를 씻어 내어 여과기에 옮겨 여과 한다. 이들 여과액을 40°C 의 물중탕에서 회전진공증발기(Brinkmann Instruments Inc., Switzerland, Büch model RE-120)를 사용하여 거의 마른 상태까지 감압농축한다.

관크로마토그래피법, 60~100 mesh 의 Florisil (Sigma Chemical Co., U. S. A.)을 전기로에서 650°C 로 2 시간반 동안 가열한 다음, 오븐에서 130°C 로 여러 시간동안 유지 시켰다가 건조기에 보관하여 사용한다. 열처리한 Florisil 10g 을 크로마토그래피용 관에 넣고 윗층에 무수 Na_2SO_4 를 2cm 높이로 덮어준다. Ethylether-petroleum ether (6 : 94) 혼합용매 100ml 를 관에 흘려 내려 씻어 준다.

앞에서 농축 시킨 시료에 ethylether-petroleum ether 혼합용매 5ml 를 가하여 녹인다. 이 용액을 Florisil 관에 옮겨 넣고 혼합용매를 용리액으로 사용하여 용출시켜 200ml 가 될 때까지 플라스크에 받는다. 그리고 다시 acetone 을 용리액으로 사용하여 용출시켜 200ml 가 될 때까지 플라스크에 받는다. 이들 각 용출액을 40°C 의 물중

탕에서 회전진공증발기를 사용하여 감압농축 시킨다. 농축된 찌꺼기에 *n*-hexane 10.0ml 를 정확히 가하여 녹인 다음 GLC 로 정량한다.

3. 결과 및 고찰

용매추출 및 분배. AOAC 법¹³이나 보고된 연구들^{5,7,9}에 의하면 농산물에 잔류된 농약들이 acetonitrile 이나 acetone 에 의하여 거의 완전히 녹아서 추출되어 나옴을 알았다. 이에 저자들은 잔류농약이 acetonitrile 이나 acetone 에 의해 녹아 나오는 과정은 완전히 이루어 진다고 가정하고 연구의 대상으로 삼지 않았다. 다만 농약들을 녹여낸 acetonitrile 이나 acetone 으로 부터 농약들을 완전히 추출해 낼 수 있는가를 보기 위하여 다른 용매를 사용한 용매-용매분배법을 이용 하였다.

분배효율을 보기 위하여 acetonitrile 과 acetone 각각 100ml 를 분별깔대기에 넣고 위에서 열거한 표준농약들을 5 μ g 씩 되게 모두 가하였다. 실험과정에서와 같이 농약이 가해진 분별깔대기의 용액에 포화 NaCl 용액 10ml 와 물 100ml 를 가한 다음 petroleum ether 를 100ml 넣고 2 분간 잘 흔들어 주었다. 층이 분리되면 아래층인 acetonitrile 이나 acetone 층을 다른 분별깔대기에 옮겨 넣고 다시 petroleum ether 100ml 를 가하여 2 분동안 흔들어 주어서 두번째로 추출 하였다. 다시 층을 분리시키고 세번째 추출을 하였다. 각 용매에 대하여 세번째 추출한 추출액을 각각 농축시켜 찌꺼기를 만들었다. 여기에 *n*-hexane 10.0 ml 를 정확히 가하여 녹여 GLC 로 정량하였다. 처음 가해진 양에서 얼마나 추출 분배가 되었는가를 Table 1에서 보여준다.

Acetonitrile 수용액으로 부터 petroleum ether 층으로 추출된 회수율을 보면 1 회외 추출로서 대부분의 농약들이 92 % 이상 추출되고 있다. 그러나 daconil 은 59.8 %, BHC 이성질체들은 75 ~ 85 %의 추출률을 보여 주고 있어서 1 회만으로 추출이 정량적으로 되지 못함을 알 수 있다. 같은 조건으로 3 회외 추출을 해야만 거의 100 % 추출된다.

한편 acetone 수용액으로 부터 petroleum ether

Table 1. Recovery (%) of organochlorine pesticides in partition step by different solvents and extraction times

Pesticides	Solvents Extracting solvent Extraction times Added (μg)	Acetonitrile				Acetone			
		Petroleum ether				Petroleum ether			
		one	two	three	Total	one	two	three	Total
α -BHC	5.0	77.4	20.9	1.7	100	97.7	2.3		100
γ -BHC	5.0	74.7	20.7	4.6	100	97.2	2.8		100
Heptachlor	5.0	98.0	2.0	—	100	98.8			98.8
β -BHC	5.0	85.3	11.2	3.5	100	99.0			99.0
Aldrin	5.0	100			100	100			100
<i>o, p'</i> -DDE	5.0	96.4			96.4	97.7			97.7
Heptachlor epoxide	5.0	96.1			96.1	97.7			97.7
<i>p, p'</i> -DDE	5.0	97.5			97.5	98.8			98.8
Daconil	5.0	59.8	29.1	11.1	100	97.0			97.0
<i>o, p'</i> -DDD	5.0	98.0			98.0	94.0			94.0
<i>o, p'</i> -DDT	5.0	100			100	99.1			99.1
Dieldrin	5.0	95.3			95.3	97.4			97.4
<i>m, p'</i> -DDD	5.0	93.7			93.7	95.3			95.3
Endrin	5.0	95.1			95.1	97.2			97.2
<i>p, p'</i> -DDD	5.0	92.3			92.3	94.9			94.9
<i>o, p'</i> -DDT	5.0	96.0			96.0	98.7			98.7

*Each value is the average of three experiments.

에 의한 추출은 1 회만으로도 *o, p'*-DDD 가 94 % 로 제일 적고 다른 농약들은 94 % 이상 추출되었다. 이로서 농산물로부터 유기염소계 농약들을 녹여 내는 용매로는 acetonitrile 보다는 acetone 이 적합함을 알 수 있었다. 아울러 acetone 은 acetonitrile 보다 휘발성이 큰 용매이므로 효과적으로 농축시킬 수 있고 가격도 저렴하여 유리하다. 그러나 acetone 에 의해서 농산물에 함유되어 있는 chlorophylls 등과 같은 유색물질들이 동시에 녹아 나오는 단점도 갖고 있다. 이는 다음과정인 Florisil 관에 의한 cleanup 에서 별 문제없이 분리제거되므로 염려해야 할 정도의 단점은 되지 못한다.

따라서 본 실험에서는 농산물로부터 농약들을 녹여 내기 위하여 acetone 을 용매로 사용하였으며 acetone 용액으로부터 petroleum ether 100ml 를 사용하여 1 회만 추출하였다.

한편 여러가지 농작물에서 농약을 녹여 낼 때 daconil 만이 다른 농약에 비하여 완전히 녹아 나오지 않고 있다. 무우에서는 첨가한 daconil 이 전혀 녹아 나오지 않고 있으며 보리에서는 81

%, 시금치에서는 73 % 정도만이 녹아 나음을 보여주고 있다. Daconil 의 acetone 에 의한 용해 효율을 높여 주기 위하여 acetone 용액의 pH 를 변화시켜 그에 따른 영향을 조사 하였다. 무우에서 pH 가 3 이상인 경우 daconil 이 전혀 용해되어 나오지 않았으나 pH 2 에서는 58 %, 1.5 에서는 95 %, 그리고 1 에서는 98 % 가 용해되어 나음을 보여 주었다. 따라서 농산물로부터 농약을 녹여 내기 전에 진한 H_3PO_4 (85%) 를 가하여 용액을 강산성으로 만들어 주는 것이 효과적이다. H_3PO_4 를 가해주는 순서를 acetone 으로 녹여 낸 다음으로 바꾸어 보았더니 daconil 이 전혀 보이지 않았다. 이는 무우의 조직이나 식물 효소에 의해 daconil 이 분해되는 것으로 짐작되며 앞으로 이에 대한 연구가 있어야 할 것이다. 물론 무우 이외의 다른 농작물에서도 용액을 강산성으로 만들어 준 다음 acetone 으로 녹여 내는 것이 효과적이어서 실험에서와 같이 시료에 물을 넣고 H_3PO_4 를 가하는 것이 타당하다.

관크로마토그래피법. 농산물로부터 추출한 농약을 그대로 GLC 에 주입하면 추출시에 같이 나

은 불순물의 성분들이 방해한다. 이들을 분리 제거하기 위하여 판크로마토그래피를 사용하였다. 판크로마토그래피에서 알루미늄, 활성탄 또는 Florisil 등이 흡착제로 사용되어 왔다.^{2,3,9}

본 연구에서는 650°C로 가열하여 활성화시킨 Florisil을 흡착제로 사용하였고 ethylether-petroleum ether의 혼합용매와 acetone을 용리액으로 사용하였다. 16종의 유기염소계 농약을 각각 5.0 μ g씩 관에 가하여 용리시켜 얻은 용출액을 GLC로 정량하여 결과를 얻었는데 그 값은 Table 2와 같다. Ethylether-petroleum ether 혼합용매로 용리시켜 얻은 200ml의 용출액에는 daconil을 제외한 다른 15종의 농약이 95% 이상씩 회수되고 있다. Daconil은 ether의 혼합용매로 용리한 다음 다시 200ml의 acetone으로 용리시켰더니 96%의 회수율을 보여 주고 있다. 이는 AOAC 법¹³에서 정하고 있는 80% 이상의 회수율보다 훨씬 큰 값으로 만족한 결과이다.

흡착제로서 재현성을 갖게하고 주어진 용출부피에 대한 각 농약의 용리농도를 정량적으로 얻기 위하여 Florisil을 활성화 시켜야 하고, 또 그 활성도를 표정해야 한다. 본 실험의 방법으로 활성화 시킨 Florisil의 활성화 정도를 lauric acid 흡착법¹⁴으로 측정된 결과 71mg/g이었다. 이는 AOAC 법¹³으로 활성화시킨 Florisil의 활성화 정도 98mg/g과는 다른 값이다. 그런데 AOAC 법으로 활성화시킨 Florisil을 흡착제로 사용하였을 때는 dieldrin과 endrin이 정량적으로 용출되지 못하는 반면에, 본 실험에서 활성화시킨 Florisil을 사용하였을 때는 정량적으로 용출되고 있었다. 이는 활성화 방법의 차이에 의한 활성화 정도차이에 기인하는 것으로 볼 수 있으며 본 실험에서 채택한 활성화 방법에 의한 결과가 바람직 하다고 할 수 있다.

다른 농약들과는 달리 daconil은 무극성인 ethylether-petroleum ether의 혼합용매에 의해서는 용출이 잘 되고 있지 않는다. 같은 조건에서 ethylether 500ml를 용리액으로 사용해야 85% 정도의 낮은 회수율을 보여준다. 이는 daconil이 다른 유기염소계 농약에 비하여 화학구조상 극성이 큰 때문으로 생각된다. 실험에서와 같이

Table 2. Recovery of organochlorine pesticides in florisil column chromatographic step

Pesticides	Added (μ g)	Recovery (%)	
		I ^a	II ^b
α -BHC	5.0	99	
γ -BHC	5.0	98	
Heptachlor	5.0	99	
β -BHC	5.0	98	
Aldrin	5.0	98	
<i>o, p</i> -DDE	5.0	97	
Heptachlor epoxide	5.0	95	
<i>p, p'</i> -DDE	5.0	96	
Daconil	5.0	—	96
<i>o, p'</i> -DDD	5.0	100	
<i>o, p</i> -DDT	5.0	100	
Dieldrin	5.0	100	
<i>m, p'</i> -DDD	5.0	100	
Endrin	5.0	99	
<i>p, p'</i> -DDD	5.0	100	
<i>p, p'</i> -DDT	5.0	100	

Eluent: ^aEthylether-petroleum ether (6:94), ^bAcetone.

ether들 보다 극성이 큰 acetone을 용리액으로 200ml만 사용해도 정량적으로 회수되고 있음이 이를 뒷받침한다.

다음으로 활성화 시킨 Florisil 관을 사용하고 ethylether-petroleum ether 혼합용매와 acetone을 사용하여 용리 시켰을 때 GLC에 방해를 주는 불순물들이 제거되는가를 확인할 필요가 있다. 이를 위해 분석대상으로 삼은 농산물에 농약을 전혀 가하지 않고 앞의 실험과정대로 용해 및 분배시켜서 얻은 찌꺼기를 ethylether-petroleum ether 혼합용매 5ml를 사용하여 녹인 다음 Florisil 관을 통과 시켰다. 위의 혼합용매와 acetone으로 용리시켜 얻은 용출액 200ml을 각각 별도로 증발 시켰다. 남은 찌꺼기에 *n*-hexane 10ml를 정확히 가하여 녹인 다음 QF-1 분리관을 장치한 GLC에 주입하여 크로마토그램을 얻었다 (Fig. 1~5).

쌀, 찹쌀, 보리 및 밀가루 등 곡물류의 크로마토그램을 보면 (Fig. 1) 쌀과 보리는 Florisil 관을 통하여 ethylether-petroleum ether 용매로

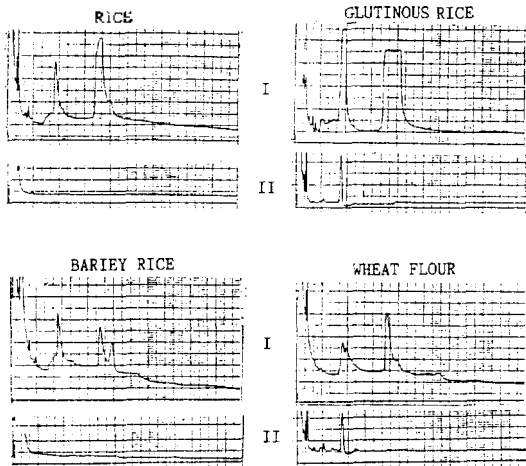


Fig. 1. Chromatograms of the extracts of grains: I; The extracts without cleanup, II; the extracts cleaned by Florisil column.

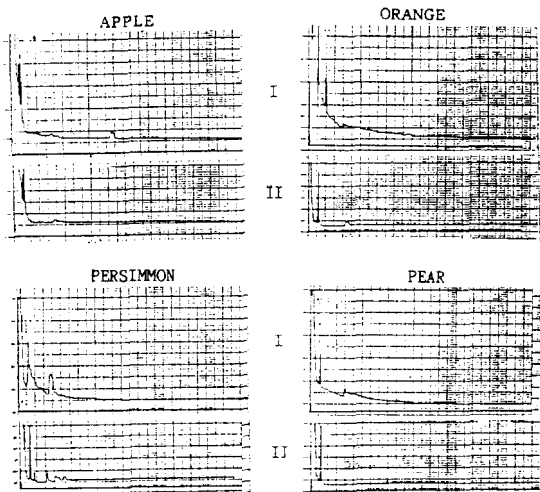


Fig. 2. Chromatograms of the extracts of fruits. I; The extracts without cleanup, II; the extracts cleaned by Florisil column.

용리시키면 GLC에서 방해물 주는 불순물들이 거의 완전히 제거됨을 알 수 있다. 다만, 참살과 밀가루에서는 머무름시간이 5.3분 근처에서 어떤 물질의 봉우리가 있어서 β -BHC와 aldrin의 정량에 방해물 주는 물질이 Florisil 관으로 제거되지 않음을 볼 수 있다. 그런데 이물질은 현재과정에서 제거하는 것보다는 GLC로 측정시 QF-1관 대신 OV-17이나 DC-200/QF-1 관

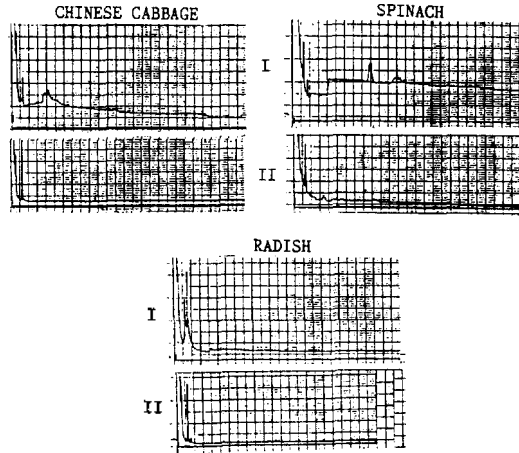


Fig. 3. Chromatograms of the extracts of vegetables: I; The extracts without cleanup, II; the extracts cleaned by Florisil column.

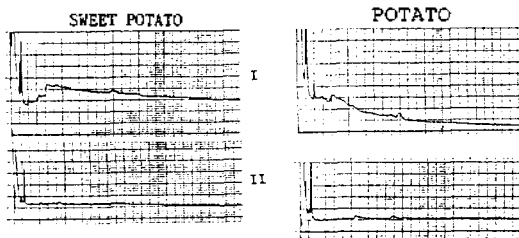


Fig. 4. Chromatograms of the extracts of potatoes. I; The extracts without cleanup, II; the extracts cleaned by Florisil column.

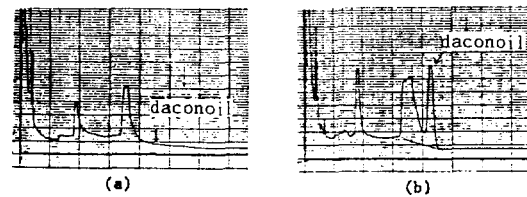


Fig. 5. Chromatograms of the extract of glutinous rice. (a) Extract only, (b) Daconoil-added extract.

을 사용하면 더 쉽게 방해물 제거할 수 있다. 이에 대한 검토는 다음의 논문에서 논하게 될 것이다.

곡물류의 과실류(사과, 배, 감, 귤), 채소류(배추, 무우, 시금치) 및 감자류(감자, 고구마) 등에서는 Florisil을 사용한 관크로마토그래피로 농약 정량에 방해물 주는 불순물들이 만족

스럽게 제거됨을 보여준다(Fig. 2~4). 다만 감자에서 머무름시간이 10.5분과 11분인 불순물의 봉우리가 보이는데 이 머무름시간에서는 농약성분의 봉우리가 존재하지 않아서 별 문제가 되지 않는다.

다음 별도로 daconil을 회수하기 위하여 용리액으로 acetone을 사용한 관크로마토그래피로 불순물들이 제거되는가를 보았다. 대표적으로 불순물들의 봉우리가 많이 보이는 찻쌀에 대한 크로마토그램을 수록 하였는데(Fig. 5a) ethylether-petroleum ether 용매를 사용한 것보다 훨씬 더 많은 불순물들이 보이고 있어 분리 제거가 잘 안되고 있음을 알 수 있다. 그러나 다행인 것은 Fig. 5b에서 보는 바와 같이 불순물들의 봉우리가 daconil 봉우리와 분리되어 있어서 방해가 주지 않는다. 다른 곡물류에서도 불순물의 봉우리가 많이 보이고 있으나 찻쌀에서와 마찬가지로 daconil 정량에는 방해가 주지 않고 있다.

4. 결 론

환경청에서 제정한 농약 허용기준에 올라 있는 16종의 유기염소계 농약들을 GLC로 정량하기 위하여 필요한 용매추출 및 cleanup을 효과적으로 할 수 있었으며 이로 부터 다음과 같은 결론을 내릴 수 있었다.

- (1) 농산물로 부터 농약들을 효과적으로 녹여 낸 acetone 수용액으로 부터 H_3PO_4 에 의한 강산성 조건에서 petroleum ether를 사용하여 94% 이상 분배추출 할 수 있어서 매우 효과적이었다.
- (2) 농약들을 농산물로 부터 녹여 낼 때 같이 녹아 나오는 불순물들은 $650^\circ C$ 로 활성화시킨 Florisil의 분리관을 통하여 ethylether-petroleum ether (6:94) 혼합용매로 용출시

키프로서 효과적으로 제거시킬 수 있었다.

- (3) 다만 daconil은 ethylether-petroleum ether 용매로는 용출 되지 않아서 2차로 acetone을 사용하여 용리시켜야 한다. 이때 같이 녹아 나오는 불순물들은 GLC 정량조건을 조정하여 방해가 제거해야 한다.

인 용 문 헌

1. W. Klein, "The Future for Insecticides" Vol. 6, p. 65 John Wiley & Sons, New York, U.S.A. 1976.
2. S. Guto and S. Kato, "Analysis of Pesticide Residues", Soft Science Inc., Tokyo, Japan, 1980.
3. M.C. Bowman, "Analysis of Pesticide Residues", Vol. 58, p. 280, John Wiley & Sons, New York, U.S.A., 1981.
4. W.W. Thornburg, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 48(5), 1023 (1965).
5. J.A. Burke and M.L. Porter, *ibid*, 49(6), 1157 (1966).
6. I.H. Williams, *ibid*, 51(3), 715(1968).
7. M.A. Luke, J.E. Froberg and H.T. Masumoto, *ibid*, 58(5), 1020(1975).
8. Y. Yamato, M. Suzuki and T. Watanabe, *ibid*, 61(5), 1135 (1978).
9. Á Ambrus, J. Lantos, É. Visi, I. Csatlós and L. Sárvári, *ibid*, 64(3), 733 (1981).
10. P.A. Mills, *ibid*, 51(1), 29(1968).
11. B. Versino, M. Th. vander Venne and H. Vissers, *ibid*, 54(1), 147 (1971).
12. P.A. Mills, B.A. Bong, L.R. Kamps and J.A. Burke, *ibid*, 55(1), 39 (1972).
13. W. Horwitz, "Official Methods of Analysis of the A. O. A. C.," 13th Ed., p. 466, 1980.
14. M. Beroza, *Anal. Chem.*, 38, 837 (1966).