

Soxhlet 및 ASE 장치에 의한 토양 중의 다이옥신 추출 효율 비교

류인철 · 이윤국 · 엄석원 · 신재영
서울시 보건환경연구원

Comparison of ASE and Soxhlet extraction for the extraction of dioxins from the soil

In Cheol Ryu, Yune Guk Lee, Seok Won Eom and Jae Young Sin

Seoul Metropolitan Government Public Health & Environment Research Institute
Seocho-Gu Yangjae-Dong 202-3, Seoul 137-130, Korea

Soxhlet extraction is generally used to extract polychlorinated dibenzodioxins(PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans(PCDFs). In this study, two methods of extraction have been compared using Accelerated Solvent Extractor(ASE) and Soxhlet extraction from the soil samples. The recovery rate of ASE extraction was about 96.5% and Soxhlet extraction was about 86.5%. Comparative results for 2,3,7,8-substituted fifteen isomers are shown in Table 5 and 6. Generally, extraction yields obtained with the ASE were higher than those from Soxhlet extraction. By using the ASE, the extraction time was reduced from 18 hour to 30 min and the solvent volume from 350 ml to 30 ml.

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

1. 서 론

토양오염물질 중 PCDDs(Polychlorinated dibenzo-para-dioxins) 및 PCDFs(Polychlorinated dibenzofurans)(이하 다이옥신)는 최근 들어 국내외에서 벨기에산 돼지고기 다이옥신 파동 등 사회적, 환경적으로 크게 문제가 되고 있는 내분비계 장애물질 중의 하나이며 이 물질은 청산가리에 비해 10,000배 나 독성이 강하기 때문에 다이옥신은 지금까지 인간이 만들어낸 물질 중에서 가장 독성이 강한 물질로 알려져 있다.¹⁾ 환경 중 대부분의 다이옥신은 대기 중의 먼지입자와 먼저 흡착하여 부유하다가 토양이나 풀, 나무 등 식물체에 다른 유기물과 함께 흡착되어 광범위하게 분포되어 가라앉아 이를 가축이 먹으면 쇠고기, 돼지고기, 닭고기 등 육류와 우유, 아이스크림 등 유제품이 오염된다. 또한 다이옥신은 물에 잘 녹지 않고 어패류 등 지방조직에 농축되는데 이 어패류 등을 인간이 섭취하면 지방조직에 축적된다. 다이옥신은 3% 정도만 공기흡입을 통해 인체 안으로 들어오고 97%가 식품을 통해

유입된다. 다이옥신은 적은 양으로도 큰 독성을 나타내게 되므로 전 세계적으로 규제대상이 되고 있다. 토양이나 식물체에 흡착된 다이옥신은 토양 반감기(약 7년)가 비교적 길어 토양에 매우 오랜 기간 동안 잔류하게 된다. 다이옥신은 지용성 유기오염물질로서 생물농축에 의하여 최종 소비자인 우리 인간에 축적되어 발암성, 최기형성, 성호르몬 변화 및 태아독성 등을 일으킨다.²⁾ 그러므로 토양중 독성이 강한 다이옥신의 농도를 정확히 파악하기 위한 다이옥신 전처리 추출방법의 일종인 Soxhlet 과 ASE를 이용하여 추출시 실험자가 유기용매 노출이 적고 시간적·경제적 장단점 및 추출효율의 측면에서 비교해 보고자 연구하였다.

2. 실험 방법

2.1. 시료 채취

서울시내 일부 지점을 시료로 채취하여 분석하

었다. 토양시료 채취 방법은 선정된 지점의 토양오염공정시험방법에 따라 조사대상 지역의 중심이 되는 1지점과 주변 4방위의 5~10 m 거리에 있는 1개 지점씩을 선정하여 표토층(0~15 cm)에서 잡초나 유기물 등을 제거한 후 모종삽을 이용하여 갈색 유리병 용기에 혼합하였다. 이들 시료는 그들이 있는 실온에서 풍건시킨 후, 건조된 시료를 눈금간격 2 mm인 표준체를 통과시켜 갈색병에 넣고 시료 전처리 때까지 -4°C에서 보관하였다.

2.2. 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 내부 표준물질(Internal stock solution, EDF-8999:100~200ng/ml), 회수율 내부 표준물질(Recovery standard spiking solution, EDF-5999:200ng/ml)을 각각 사용하였다.³⁾ 다이옥신 정량에 사용된 표준물질의 종류와 양을 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Standards of dioxins and furans used for quantitation.

Standard	Spiking time	Spiked amount
Internal standard (EDF-8999)	Before clean up	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD 등 14종 100pg/μl × 20μl = 2g
		¹³ C ₁₂ -OCDD 1종 200pg/μl × 20μl = 4ng
Recovery standard (EDF-5999)	Before MS analysis	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TCDD 100pg/μl × 20μl = 2g
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD 200pg/μl × 10μl = 2ng

정제에는 실리카겔(Merck KgaA, Germany) 60

~230 mesh와 Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany) 60~230 mesh를 사용하였고, 농축시에는 Buchi사 Rotavapor R-134를 이용하였으며 최종 농축에 사용된 N₂ Gas는 순도 99.999%를 사용하였다.

2.3. 추출 및 정제

2.3.1. 속실텫 추출

미리 세척한 Soxhlet 장치를 조립한 후 Toluene 유기용매로 미리 행구기 위해 3시간 환류 시킨 후 건조된 토양 시료 20 g(dry wt)을 취하여 Thimble에 넣고 그 위에 정량용 내부 표준물질(Internal standard solution, 100~200 pg/μl)를 주사기를 이용하여 2 ng을 주입하였다.³⁾ 주입 후 장치를 조립하고 Toluene(pesticide grade) 350 ml를 사용하여 시간당 4회의 속도로 추출하였으며, 추출시간은 총 18시간 추출하였다.²⁾ Soxhlet과 ASE의 추출비교는 Table 2에 나타내었다.

Table 2. Comparison of extraction conditions by Soxhlet and ASE extraction.

Conditions	Soxhlet	ASE
Sample size	20 g	20 g
Solvent	Toluene	Toluene
Temperature	<111°C	150°C
Pressure	Atmospheric	1500 psi
Time	18 hr	7 min static × 2
Solvent volume	350 ml	15 ml
Spiked standard	2 ng	2 ng

2.3.2. 가속용매 추출

ASE 추출은 Dionex사 제품 ASE 200추출기를 이용하였으며, 미리 세척한 33 ml cell에 건조된 토양시료 20 g(dry wt)과 수분제거를 위하여 무수 황산나트륨 1:1로 혼합하여⁴⁾ 채우고 그 위에 정량용 내부 표준물질(100~200 pg/μl)를 주사기를 이용하여 2 ng을 주입하였다. ASE 추출 조건은 Table 3에 나타내었다.⁵⁻⁷⁾

Table 3. Conditions for ASE extraction of PCDDs and PCDFs.

Parameters	Conditions
Preheat	0
Heat time	5 min
Static time	7 min
Flush volume	60%
Purge time	60 sec
Number of static cycles	2
Pressure	1500 psi
Temperature	150°C
Used cell	33 ml

2.3.3. 정 제

정제에는 실리카겔(Merck KgaA, Germany) 60~230 mesh와 Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany) 60~230 mesh를 사용하였으며, 실리카겔(Merck KgaA, Germany)은 130°C에서 18시간 동안 활성화시킨 뒤 실험하기 전 데시케이터에서 30분간 냉각 후 바로 사용하였다.²⁾ 사용된 용매는 n-Hexane 150 ml로 용출 하였으며, Aluminium Oxide 90(Merck KgaA, Germany)은 130°C에서 18시간 동안 활성화시킨 뒤 실험하기 전 바로 300 mm long×15 mm id, 250 용량의 유리 컬럼에 충전하였으며, 2%-MeCl₂ 100 ml로 유출한 후 50% n-Hexane 150 ml로 유출시켜 정제과정을 실행한 후 농축하여 HRGC/HRMS의 시료로 이용하였다.

2.4. 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) 및 DB-5MS(J&W 60m×0.32mm i.d×0.25 μ m film thickness) 모세관 컬럼을 사용하였다. 주입구와 검출기의 온도는 각각 260°C, 280°C였다. 운반기체는 He 기체를 사용하였으며, 컬럼의 유속은 1.2 ml/min이었다. 다이옥신 분석의 GC조건은 100°C에서 1분간 유지하고 20°C/min의 속도로 200°C까지 증가시키고 5분간 유지한 후 4°C/min의 속도

로 265°C까지 증가시킨 후 22분간 유지하여 실행 시간은 50.30 min 이었다. 다이옥신 분석에 사용된 HRMS는 Micromass사의 VG Autospec Ultima를 사용하였다. 분석 시 Analyzer는 5.31×10^7 mbar의 진공으로 분해능 10,000(10% valley기준)에서 SIM (Selected Ion Monitoring) 방법으로 HRMS의 기기를 이용하여 분석하였다. HRMS의 기기 조건은 Table 4에 나타내었다.

Table 4. Analytical conditions of HRMS instruments.

Parameters	Conditions
Resolution	10,000(10% valley)
Trap current	500 μ A
Electron energy	36 eV
Ionization method	EI+

2.5. 실험 방법 및 정량

HRGC/HRMS를 이용하여 분해능 10,000에서 2,3,7,8-위치에 염소로 치환된 17종의 이성질체를 동위원소 희석법(Isotope dilution method) 및 내부 표준물질을 이용하여 I-TEQ(International Toxic Equivalent) 농도로 환산 정량 하였다. TEF는 NATO (North Atlantic Treaty Organization) 인자를 적용하였으며, 추출 농도 및 회수율을 계산하기 위하여 추출 전 시료에 CIL(Cambridge Isotope Laboratory)에서 구입한 ¹³C₁₂-2,3,7,8-로 치환된 정량용 내부 표준물질(Internal standard) 15종 이성질체 100 pg/ μ l를 20 μ l 주입하였고, MS 분석 전 ¹³C₁₂-1,2,3,4-T₄CDD 및 ¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-H₆CDD의 이성질체가 포함 된 회수율 내부 표준물질 200 pg/ μ l 농도 10 μ l를 농축한 Amber 바이알에 소량 첨가 하였다. 본 연구 실험에서 토양 시료를 추출 방법에 따른 ASE와 Soxhlet의 추출 효율과 장단점을 비교하기 위하여, ASE의 추출 조건은 U.S EPA 3545A 추출조건에 따라 추출하였으며, 추출 후 ASE 및 Soxhlet 추출액의 모든 과정은 동일한 방법으로 실험하였다. 농축은 회전농축기를 사용하였으며 산처리 횟수 및 정제과정은 ASE와 Soxhlet의 추출액은 똑 같은 조건으로 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

본 실험은 다이옥신 분석시 시료 추출의 여러 방법중 ASE와 Soxhlet를 이용하여 회수율과 시간적, 경제적 관점에서 비교 연구하였다. 연구 결과 토양시료를 가지고 ASE와 Soxhlet의 추출시 회수율 측면에서 고찰해 볼 때, 토양 시료 5개를 ASE와 Soxhlet를 동시에 이용하여 다이옥신 분석 결과 ASE의 추출효율은 평균 96.5%이고, Soxhlet 추출효율은 평균 86.5%로서 각각의 추출효율 결과를 얻을 수 있었다. 하지만 추출 후 농축 및 정제의 전처리 과정에서 실험자의 개인적인 차이가 발생할 수 있기 때문에 위에서 언급한 회수율은 조금씩 변할 수 있다. 본 실험에서는 ASE 추출이 일반적으로 사용되는 Soxhlet의 추출 효율과 동등 혹은 그 이상의 회수율 값을 얻을 수 있었다. 다른 연구 논문의 연구 결과⁶⁾도 비슷한 결과를 나타내었다. 분석결과 ASE의 회수율 범위는 61%~119%였으며, Soxhlet은 62%~118%를 얻었고 결과표는 Table 5, 6에 나타내었다.

Table 5. Recovery rate of internal standards by ASE extractor.

Dioxins	15-Isomer	Recovery(%)				
		ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5
PCDDs	13C12-2,3,7,8-TCDD	96.6	97.1	82.5	108.3	109.7
	13C12-1,2,3,7,8-PeCDD	81.9	83.2	73.4	81.5	103.7
	13C12-1,2,3,4,7,8-HxCDD	96.3	91.7	88.3	101.8	107.5
	13C12-1,2,3,6,7,8-HxCDD	100.3	88.4	87.7	104.7	106.7
	13C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	88.4	89.4	81.0	107.3	103
	13C12-OCDD	90.7	97.1	84.2	115.8	118.8
PCDFs	13C12-2,3,7,8-TCDF	94.1	94.1	81.5	118.9	117.0
	13C12-1,2,3,7,8-PeCDF	90.9	90.7	68.1	93.9	112.4
	13C12-1,2,3,7,8-PeCDF	89.4	88.8	61.2	88.5	112.9
	13C12-1,2,3,4,7,8-HxCDF	102.4	88.7	85.7	93.1	102.6
	13C12-1,2,3,6,7,8-HxCDF	101.1	89.8	88.7	92.1	80.4
	13C12-2,3,4,6,7,8-HxCDF	101.7	91.0	90.0	105.4	109.3
	13C12-1,2,3,7,8,9-HxCDF	107.4	95.7	94.0	117.2	107.8
	13C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	99.3	93.4	81.1	105.5	119.4
	13C12-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100.7	103.9	95.2	110.3	115.2
mean	96.1	92.2	82.8	103.0	108.4	

Table 6. Recovery rate of internal standards by soxhlet extractor.

Dioxins	15-Isomer	Recovery(%)				
		Sox-1	Sox-2	Sox-3	Sox-4	Sox-5
PCDDs	13C12-2,3,7,8-TCDD	61.7	86.9	96.3	75.3	73.9
	13C12-1,2,3,7,8-PeCDD	81.5	76.5	98.3	68.2	81.7
	13C12-1,2,3,4,7,8-HxCDD	90.3	83.6	95.6	83.7	68.4
	13C12-1,2,3,6,7,8-HxCDD	88.3	84.0	99.6	86.3	73.7
	13C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	87.0	90.0	115.9	65.9	72.5
	13C12-OCDD	83.7	94.5	105.5	59.7	90.3
PCDFs	13C12-2,3,7,8-TCDF	88.2	81.5	94.4	118.1	79.8
	13C12-1,2,3,7,8-PeCDF	91.4	82.1	114.4	68.3	89.8
	13C12-2,3,4,7,8-PeCDF	85.6	82.2	111.9	62.7	91.3
	13C12-1,2,3,4,7,8-HxCDF	85.8	86.3	95.0	87.8	66.3
	13C12-1,2,3,6,7,8-HxCDF	86.7	85.5	78.0	90.0	68.8
	13C12-2,3,4,6,7,8-HxCDF	88.3	85.0	95.6	85.8	69.0
	13C12-1,2,3,7,8,9-HxCDF	94.5	89.2	106.1	91.0	80.7
	13C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	90.9	89.4	116.2	73.7	66.7
	13C12-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	96.0	98.3	113.5	77.3	92.1
mean	86.6	86.3	102.4	79.6	77.7	

하지만 농도 측면에서 결과를 고찰해 볼 때 ASE 추출보다 Soxhlet 추출의 농도가 평균적으로 높았다. 시료 5번의 분석결과에 대한 다이옥신 농도 값을 Fig. 2에 나타냈으며, 분석결과 농도결과표는 Table 7, 8에 나타내었다. 이러한 농도의 결과 값에 차이가 발생하는 원인은 Soxhlet 장치에서 추출하는 시료는 18시간 동안 Toluene으로 추출할 때 시료에 내부 결합된 찾고자하는 물질을 충분히 추출해 내지만, ASE 장치에서는 추출시간이 7분 동안에 이루어지므로 짧은 시간에 추출하기 때문에 찾고자 하는 물질을 내부 결합된 물질까지 충분히 추출해 내지 못하여 그러한 농도 값에 차이가 있는 것으로 추정되며, 하지만 ASE 장치의 추출 회수율이 Soxhlet 추출보다 회수율이 좋은 것은 고온, 고압에서 시료의 외부에 소량 첨가시킨 정량용 내부 표준물질 15종을 추출하므로 효율적인 측면에서는 우월하리라 추측된다. 때로는 ASE의 농도가 높은 경우도 있었다. 또한 경제적, 시간적인 측면에서 고려해 볼 때 추출시 ASE가 사용되는 유기용매의 양은 1개의 시료 추출시 비교해 보면 350 ml :

30 ml로 10배나 더 적은 양의 유기용매가 사용되며, 추출시간도 18 hr(1080 min) : 30 min에 36배나 단축시킬 수 있는 장점을 얻을 수 있었다. 전반적으로 토양시료를 다이옥신 추출할 때 ASE 추출은 Soxhlet 추출의 효율과 시간적·경제적으로 더 좋은 결과를 얻을 수 있었다

Table 7. Concentration of PCDDs/PCDFs used with ASE extractor.

Dioxins	17-Isomer	concentration(pg-TEQ/g)				
		ASE-1	ASE-2	ASE-3	ASE-4	ASE-5
PCDDs	C12-2,3,7,8-TCDD	0.84	0.13	0.34	0.62	0.61
	C12-1,2,3,7,8-PeCDD	0.77	0.14	0.19	0.57	0.44
	C12-1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.05	0.01	0.03	0.07	0.02
	C12-1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.12	0.03	0.08	0.11	0.07
	C12-1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.08	0.02	0.04	0.15	0.03
	C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.07	0.04	0.07	0.23	0.05
	C12-OCDD	0.07	0.03	0.06	0.21	0.04
PCDFs	C12-2,3,7,8-TCDF	0.55	0.04	0.06	0.08	0.15
	C12-1,2,3,7,8-PeCDF	0.33	0.02	0.04	0.05	0.08
	C12-1,2,3,7,8-PeCDF	2.13	0.24	0.44	0.66	0.82
	C12-1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.53	0.06	0.11	0.19	0.15
	C12-1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.48	0.04	0.10	0.13	0.14
	C12-2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.35	0.06	0.12	0.14	0.13
	C12-1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.05	0.01	0.01	0.01	0.01
	C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.11	0.00	0.04	0.07	0.06
	C12-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00
	C12-OCDF	0.04	0.00	0.00	0.01	0.01
Total concentration (pg-TEQ/g)		6.59	0.87	1.73	3.30	2.81

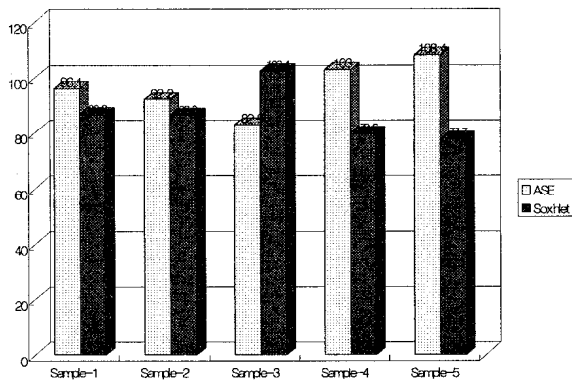


Fig. 1. Comparison of extraction efficiency by ASE and Soxhlet extractor.

Table 8. Result of PCDDs/PCDFs analyzed by soxhlet extractor.

Dioxins	17-Isomer	Concentration(pg-TEQ/g)				
		Soxhlet -1	Soxhlet -2	Soxhlet -3	Soxhlet -4	Soxhlet -5
PCDDs	C12-2,3,7,8-TCDD	0.50	0.18	0.30	0.82	0.71
	C12-1,2,3,7,8-PeCDD	0.80	0.18	0.29	0.73	0.48
	C12-1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.05	0.02	0.02	0.10	0.03
	C12-1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.13	0.05	0.05	0.18	0.07
	C12-1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.07	0.03	0.03	0.12	0.04
	C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.07	0.05	0.05	0.28	0.05
	C12-OCDD	0.04	0.03	0.04	0.13	0.03
PCDFs	C12-2,3,7,8-TCDF	0.51	0.06	0.06	0.12	0.18
	C12-1,2,3,7,8-PeCDF	0.25	0.02	0.04	0.10	0.09
	C12-1,2,3,7,8-PeCDF	2.59	0.34	0.46	1.23	0.93
	C12-1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.41	0.06	0.10	0.26	0.17
	C12-1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.38	0.06	0.11	0.27	0.15
	C12-2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.28	0.08	0.11	0.27	0.14
	C12-1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.04	0.01	0.01	0.04	0.01
	C12-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.09	0.03	0.05	0.01	0.06
	C12-1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00
	C12-OCDF	0.01	0.00	0.01	0.01	0.01
Total concentration(pg-TEQ/g)		6.24	1.20	1.74	4.68	3.15

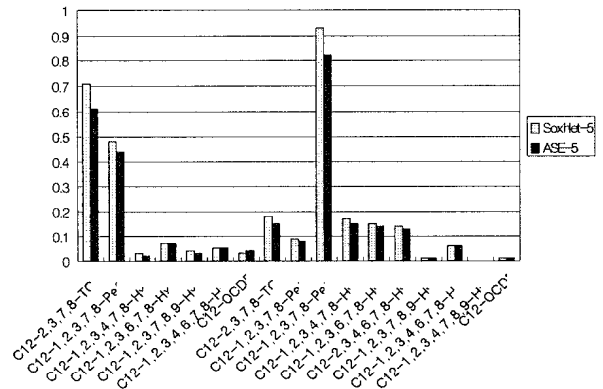


Fig. 2. Comparison of dioxins concentration by Soxhlet and ASE extractor from soil.

4. 결 론

본 실험은 토양시료를 이용하여 ASE와 Soxhlet

추출의 비교실험에서 ASE의 평균 회수율은 96.5% 이고, Soxhlet 추출의 평균 회수율은 86.5%로서 추출효율 측면에서는 ASE 추출효율이 일반적으로 Soxhlet의 동등한 좋은 결과를 얻을 수 있었다. 전반적으로 Soxhlet의 추출과 동등한 혹은 그 이상의 효율 값을 얻을 수 있었다. 하지만 농도 측면에서 고려해 볼 때 ASE 추출보다 Soxhlet추출의 농도가 전반적으로 높은 값으로 나타났다. 또한 경제적, 시간적인 측면에서 고려해 볼 때 ASE 추출시 사용되는 유기용매의 양은 1개의 시료 기준에서 비교해 보면 350 ml : 30 ml로 10배나 더 적은 양의 유기용매가 사용되며, 추출시간도 18 hr(1080 min) : 30 min에 36배나 단축시킬 수 있는 장점을 얻을 수 있었다. 따라서 ASE 추출이 Soxhlet의 방법과 동등한 혹은 그 이상의 추출효율을 얻을 수 있으며 또한 시간적, 경제적으로도 많은 장점을 얻을 수 있었다. 앞으로 ASE의 추출 조건 온도, 추출횟수, 용매, 추출시간 등을 변수로 하여 연구하면 더 좋은 결과를 기대 할 수 있을 것이다.

참 고 문 헌

- 1) 한국과학기술원 환경연구센터, 1997, 다이옥신 핸드북, 동화기술.
- 2) 특정유해물질측정검사, 1996, 국립환경연구원, pp. 193-1992.
- 3) U.S. EPA method 1613, 1996, Tetra Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS.
- 4) U.S. EPA method 8290, 1994, Determination of Polychlorinated Dibenzop-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans by HRGC/HRMS, Reversion B.
- 5) U.S. EPA method 3545A, 1998, Pressurized Fluid Extraction(PFE).
- 6) H. Miyamoto, k. Ohtsuka, Y. Fukuda, and Y. Ishibashi, 1999, 19th International Symposium, Dioxin '99, 40, 215-218.
- 7) Extraction of Polychlorinated Dibenzop-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from Environmental samples using Accelerated Solvent Extraction. 1996 Application note 323 Dionex.