Food Engineering Progress
Vol. 11, No. 4. pp. 330~332 (2007.11)

산업식품공학
Food Engineering Progress

NMR에 의한 참깨의 수분 및 유지함량 측정

위혜원 · 정명수
이화여자대학교 식품공학과

Measurement of Moisture and Fat Contents of Sesame Seed Using Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

Hye-Won Wee and Myong-Soo Chung*
Department of Food Science and Technology, Ewha Womans University

Abstract

Moisture and oil contents of sesame seed were measured by using a conventional standard oven drying method (105°C, 6-8 hrs) and a standard Soxhlet method, respectively. Low field pulsed ^{1}H nuclear magnetic resonance (NMR) technique was also used for measuring moisture and oil contents of sesame seed and its feasibility as a new tool was examined. Comparing and analyzing data for 5 kinds of sesame seed having different moisture and oil contents each other, it was confirmed that NMR could be a very fast and accurate tool for monitoring and managing moisture and oil contents of sesame seed simultaneously.

Keywords: moisture and oil contents, sesame seed, oven drying method, Soxhlet method, NMR

서 론

참깨의 수분 및 유지 함량은 품종별, 원산지별로 차이가 심하기 때문에 품종 선택에서부터 참기름을 추출해내는 데까지 수율과 품질을 결정하는 매우 중요한 요소이다. 참깨의 수분함량 측정하는 방법(AOAC, 1990; Isengard, 1995; Labuza et al., 1970; Lillford, 1988; Ollett et al., 1993)에는 오븐건조법과 증류법이 있는데 최근에는 증류법은 거의 사용되지 않고 오븐건조법이 표준 방법으로 일반적으로 사용된다.

Nuclear magnetic resonance(NMR)를 이용하여 식품 내에 포함된 수분 및 유지 함량을 측정하는 방법(Nanassy, 1973; Ruan & Chen, 1998; Sharp et al., 1979; Tanner et. al., 1991)은 최근에 미국과 유럽을 중심으로 간편성과 정확성을 앞세워 새로이 도입되고 있는 기술이다. 이 방법의 원리를 간단히 설명하면 다음과 같다. 먼저, 물 분자는 수소와 산소로 구성되어 있고 지방분자는 수소, 산소, 탄소로 구성되어 있으므로 어떤 물질에 포함되어 있는 수소, 산소, 탄소의 양을 선택적으로 정확하게 detection 할 수 있다면 그 물질에 포함되어 있는 물이나 유지의 양, 즉 수분 및 유지 함량을 유추해 낼 수 있다. 식품의 성분분석에 주로 사용되는 low resolution pulsed ^{1}H NMR에 의해 측정되는 NMR intensity는 물질에 포함된 수소분자의 양에 정확하게 비례하기 때문에 어떤 물질의 NMR intensity를 측정하게 되면 수분 및 유지 함량을 결정할 수 있다. 물론 수소분자는 수분과 지방뿐만 아니라 탄수화물, 단백질 등 식품의 다른 성분에도 포함되어 있기 때문에 수소분자의 양을 총체적으로 측정하게 되면 어떤 성분으로부터 그 양이 기인한 것인지 판단할 수 없을 것이라고 생각할 수도 있을 것이다. 하지만, NMR은 내부의 parameter나 적용되는 pulse sequence를 적절하게 설정함으로써 특성 성분으로부터 기인된 수소분자의 양을 선택적으로 검출할 수 있는 성질을 가지고 있기 때문에 이 점을 염려할

Corresponding author: Myong-Soo Chung, Department of Food Science and Technology, Ewha Womans University, 11-1 Daehyun-dong, Seodaemun-gu , Seoul 120-750, Korea.
Phone: , Fax:
E-mail: mschung@ewha.ac.kr

필요는 없다. 특히, 물에 포함되어 있는 수소분자와 지방에 포함되어 있는 수소분자는 같은 식품 내에 포함되어 있더라도 서로 확연히 다른 relaxation time을 가지기 때문에 경우에 따라서는 수분함량과 지방함량을 동시에 측정하는 것도 가능하다. 다만, 어떤 경우에는 측정된 수소분자의 유래가 모호한 경우가 있다. 예를 들어, 일반적으로 수분은 크게 식품의 기질과 강하게 결합되어 있는 결합수와 그렇지 않은 자유수로 나눌 수 있는데, 결합수로부터 유래한 수소분자와 탄수화물로부터 유래한 수소분자의 구분이 쉽지 않을 수 있는데 이런 예가 그러한 경우에 해당된다. 그러므로, NMR을 이용하여 식품의 수분함량이나 지방함량을 측정한다는 말은 절대치를 측정한다기 보다는 상대치를 측정한다는 말이 옳은 표현이다. 즉, 미리 표준방법에 의해 매우 정확하게 측정된 표준시료를 이용하여 표준곡선(standard curve)을 작성하는 것이 필수적인데 이 표준곡선을 얼마나 정확하게 작성해 두었느냐에 따라서 이 분석법의 정확도가 결정된다고 해도 과언이 아닐 것이다. 표준곡선이 극도로 정확하게 작성되었다고 가정하면 NMR은 다른 어떤 간접 측정법보다도 수분이나 지방함량을 정확히 측정할 수 있는 방법이다. 또 한가지 언급해야 점은 어떤 식품이나 원료에 대한 표준곡선은 그 식품이나 원료만을 이용하여 작성된 것이므로 다른 물질의 성분분석에는 사용할 수 없다는 사실이다. 따라서, 예를 들어 들깨의 수분과 지방함량을 측정하는 데는 참깨에 대해서 작성된 표준곡선을 사용할 수 없고 오직 참깨의 성분분석을 위해서만 사용할 수 있다.

앞서 언급한 바와 같이 참깨의 수분 및 유지 함량을 측정하는 현재의 표준 방법은 각각 오븐건조법(105°C/6-8 시간) 및 Soxhlet법인데, 숙련자가 분석하면 정확하게 측정할 수 있는 방법들이기는 하지만 전처리 과정이 번거롭고 시간이 너무 오래 소요되는 단점이 있다. 따라서, 본 연구에서는 NMR technique을 이용하여 전처리 과정 없이 매우 쉽고 빠르고 정확하게 참깨의 수분 및 유지 함량을 측정하는 방법을 개발함으로써 관련 산업체에서의 참깨의 원료 품질관리에 적용하고자 한다.

재료 및 방법

실험재료 및 기존의 방법에 의한 수분 및 유지함량 측정

수단산 A, 수단산 B, 인도산, 중국산, 파키스탄산 등 5종의 참깨의 수분 및 유지함량을 각각 오븐건조법(AOAC, 1990) 및 Soxhlet법(AOAC, 1990)을 이용하여 5회씩 측정하여 평균값을 구하였다. 수분함량 측정을 위한 오븐건조법은 시료를 오븐에 넣어 완전히 말린 다음 건조 전후의 질량을 재어 수분함량을 계산하는 방법으로서, 본 연구에서의 참깨의 경우에는 시료 약 3 g씩을 분쇄하여 105°C에서 6-8시간 정도 건조(2 시간에 한번씩 3회 측정) 시켜 항량이 될 때까지 질량을 측정하는 방법을 이용하였다. 또한 참깨의 유지함량을 측정하는데 사용된 Soxhlet법은 시료를 분쇄한 후 ethyl ether를 용매로 하여 가용성분을 녹이고 용매를 증류 제거하는 방법으로서, 이 방법에 따라 시료 중에 포함된 유지를 추출한 다음 농축, 건조함으로써 처리 전후의 무게를 재어 유지 함량을 계산하였으며 추출 2 시간, 농축 1.5 시간, 건조 0.5 시간을 표준으로 하였다.

NMR 실험

표준방법인 오븐건조법 및 Soxhlet법에 의해 수분 및 유지함량이 측정된 표준 시료들을 low field pulsed 1H NMR(Bruker minispec mq20, Germany)에 내장된 mois_a_v, mois_n_v, mois_norm 등의 NMR application을 이용하여 수분함량에 대한 표준곡선(standard curve)을 작성하였고, oil_abso, oil_norm, fid_a_v, fid_n_v, seoi_a_v, seoi_n_v, spec_a_v, spec_n_v 등의 NMR application을 이용하여 유지함량에 대한 표준곡선(standard curve)을 작성하였다. 또한, 수분과 유지함량을 동시에 측정할 수 있는 표준곡선을 작성하기 위하여 data_o&m, m_o_norm, moco_a_v, moco_n_v, mooi_a_v, mooi_n_v, moso_a_v, moso_n_v 등의 application을 적용시켰다. 시료의 온도는 constant temperature block으로 25, 30, 40°C로 30분간 tempering하여 온도차에 의한 편차를 줄이고자 하였다. 각 온도에서 모든 NMR application을 이용하여 작성된 표준곡선들을 적용하여 5 가지 참깨 시료들에 대한 수분 및 유지 함량을 NMR로 10회씩 측정하여 평균값을 구하였다.

결과 및 고찰

적용시킨 여러 가지 NMR application 중 정확도와 편리성에서 data_o&m가 참깨의 수분 및 유지함량 측정에 가장 적합한 application이라는 결론을 내렸다. Tempering은 30°C에서 30분간 하는 것이 정

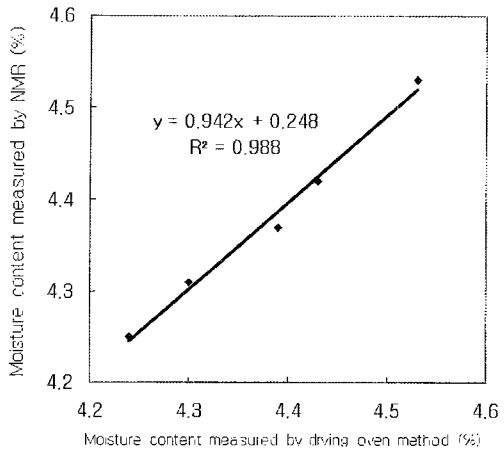

Fig. 1. Moisture content of sesame seed measured by NMR technique compared with that by standard oven dying method. Standard errors of calibration for intercept and slope are 0.03(p<0.001) and 0.05(p<0.0001), respectively.

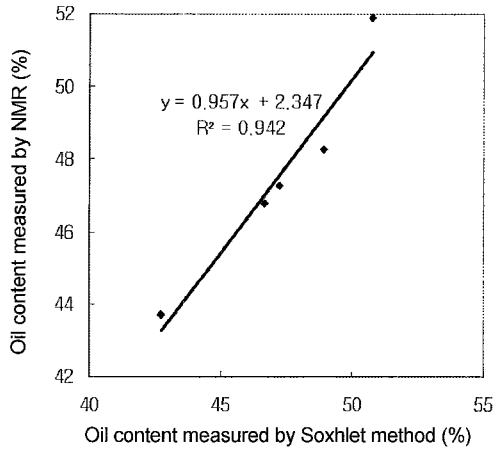

Fig. 2. Oil content of sesame seed measured by NMR technique compared with that by standard Soxhlet method. Standard errors of calibration for intercept and slope are 0.14(p<0.01) and 0.094(p<0.001), respectively.

확도가 가장 높았다. Data_o&m application에 의해 작성된 표준곡선을 이용하여 시료의 수분 및 유지 함량을 동시에 측정하여 오븐건조법 및 Soxhlet법으로 측정된 값들과 비교하여 Fig. 1과 2에 나타내었다. 이 그림들에서 보는 바와 같이 NMR로 측정한 수분 및 유지 함량이 오븐건조법 및 Soxhlet법에 의하여 측정된 값과 비교하였을 때 상관계수가 매우 높고 측정오차도 ±2% 이내로서 정확도가 충분히 높음을 확인할 수 있었다. 결론적으로 향후 참기름 제품의 원료로 사용되는 참깨 성분의 분석을 위하여 신속성과 정확성을 가진 NMR technique의 활용함으로써 보다 효율적인 품질관리가 가능하리라 사료된다.

요 약

식품의 성분분석에 주로 사용되는 low resolution pulsed ^{1}H NMR에 의해 측정되는 NMR intensity는 물질에 포함된 수소분자의 양에 정확하게 비례하기 때문에 어떤 물질의 NMR intensity를 측정하게 되면 수분 및 유지 함량을 결정할 수 있는데, 본 연구에서는 NMR technique을 이용하여 참깨의 수분 및 유지 함량을 신속하고(10초 이내), 정확하게(측정치의 ±2% 이내) 측정할 수 있는 방법을 개발하였다.

참고문헌

AOAC. 1990. Official Methods of Analysis. 15th ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington DC, USA.

Isengard HD. 1995. Rapid water determination in foodstuffs. Trends in Food Sci. & Technol. **6**: 155-162.

Labuza TP, Tannenbaum SR and Karel M. 1970. Water content and stability of low-moisture and intermediate-moisture foods. Food Technol. **24**: 543-550.

Lillford PJ. 1988. The Polymer/Water Relationship – Its Importance for Food Structure" in Food Structure – Its Variation and Evaluation. Blanshard, J.M.V., and J.R. Mitchell (ed.). Academic Press, London, England. pp. 1-12.

Nanassy AJ. 1973. Use of wide line NMR for measurement of moisture content in wood. Wood Sci. **5**: 187-193.

Ollett AL, Kirby AR, Clark A, Parker R and Smith AC. 1993. The effect of water content on the compaction behavior of potato starch. Starke. **45**: 51-55.

Ruan RR and Chen PL. 1998. Water in Foods and Biological Materials: A Nuclear Magnetic Resonance Approach. Technomic Pub. Co. Lancaster, PA, USA.

Sharp AR, Riggin MT and Kaiser R. 1979. Determination of moisture content of wood by pulsed nuclear magnetic resonance. Wood and Fiber. **10**: 74-81.

Tanner SF, Hills BP and Parker R. 1991. Interactions of Sorbed water with starch studied using proton NMR Spectroscopy. J. Chem. Soc. Faraday Trans. **87**: 2613-2621.

(접수 2007년 10월 12일, 채택 2007년 11월 1일)