

GC/MS에 의한 저장중 츄잉껌 향기성분 변화연구

신성기·김상호·이윤형·이규순
해태제과

Changes of Flavor Components in Chewing Gum during Storage by Gas Chromatography/Mass Spectrometry

Seong-Kee Shin, Sang-Ho Kim, Yoon-Hyung Lee and Kyu-Soon Rhee
Haitai Confectionary Co.

Abstract

The changes of amount in flavor components of chewing gum during storage of various relative humidity were studied by GC/MS. The volatile components in chewing gum were extracted by sample preparation and 15 volatile components were identified by NIST/NBS library searching. According to the period of storage, quantities of major volatile components extracted by tetrahydrofuran-methanol solutions were determined by using tetradecane as internal standard. Until 4 weeks, comparing with starting peak area ratio, the decrease of chewing gum flavor components were rapid at 33, 75 than 53 R.H(%). And after 16 weeks, amount of chewing gum flavor at all storage conditions similarly decreased to 45~49% of the initial amount.

Key words: chewing gum, flavor, storage, gc/ms, analysis

서 론

츄잉껌은 향의 과자라 불리울 만큼 품질면에서 향료가 차지하는 비중이 크다. 일반적으로 츄잉껌의 향료는 유성향료를 주체로 하여 꽃, 잎, 과일, 과피 등으로부터 추출한 천연정유 및 이들을 정제한 향료를 단독으로 또는 조합해서 사용하고 있으며, 이것을 gum질로 coating한 분말향료를 사용하기도 한다^{1, 3)}.

또 향료는 츄잉껌을 구성하는 gum base 및 당류 등과 밀접한 관계가 있어 친화력이 좋을수록 향미가 지속적으로 발현한다고 하며, 미국의 츄잉껌 기술위원회⁴⁾와 Kendall⁵⁾이 methyl salicylate를 이용하여 향료 용출실험을 하였고, Toshiyuki 등⁶⁾은 향료 용출실험에서 peppermint 츄잉껌보다 spearmint 츄잉껌의 향미 지속성이 더 길다고 보고하고 있으며, Yoshinori 등⁷⁾은 *l*-Menthol을 지표로 이용하여 gum base 종류와 친화력을 조사한 결과 Jelutong⁸⁾을 gum base로 사용한 츄잉껌에서 저작 후 *l*-Menthol의 잔존량이 가장 많았다고 보고하고 있으나, 여러 가지 상대습도 조건에서 츄잉껌 향기성분을 구성하는 각 성분들의 변화에 관한 보고는 극히 드물며, 이러한 경시적 변화는 츄잉껌 품질에 큰 영향을 끼치므로 GC/MS를 이용하여 츄잉껌 향기성분의 함량변화를 분석하였기에 그 결과를 보고한다.

재료 및 방법

재료

본 실험에 사용된 츄잉껌은 Table 1의 배합표에 따라 제조하여 사용하였으며 Table 2처럼 소형 desiccator에 세 종류의 포화염류용액을 제조하여 일정한 상대습도가 유지되도록 한후, 내피 한겹으로 싸 츄잉껌을 넣고 공기와 접촉이 없도록 완전히 밀봉하여 저장하였다.

시료 전처리

각각의 상대습도하에서 정해진 시간(1, 2, 3, 4, 8, 12 및 16주) 동안 저장한 츄잉껌을 Fig. 1과 같이 6g을 정확히 취해 50 ml flask에 tetrahydrofuran 10 ml와 함께 넣고 80~90°C 수욕상에서 30분간 환류시켜 완전 분해시킨 후 methanol 10 ml를 첨가하여 잘 섞는다⁶⁾. 이때 methanol 가용성분은 methanol에 녹아 나오고, 그외 불용성분은 석출되어 밀로 가라앉는다. 이 용액의 상층액을 disposable filter holder(pore size : 0.45 µm)로 여과한 다음 5 ml를 정확히 취하고 여기에 다시 methanol 7.5 ml를 첨가하여 희석시킨다.

본 희석액과 internal standard를 1:1(v/v)로 섞은 후 2 µl를 주입시료로 사용하였다. 여기서 internal standard는 tetradecane 10 mg을 methanol 100 ml에 녹여 사용하였다.

GC/MS 분석조건

츄잉껌 향기성분 분석에는 Hewlett-Packard 5890 Gas

Table 1. Recipe of chewing gum

Powdered sugar	54.2%
Dextrose	16%
Corn syrup	6.6%
Gum base	21.8%
Talc	0.7%
Flavor	0.7%

Table 2. Constant relative humidity

Salts	R.H.(%)
NaCl	75
Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	53
MgCl ₂ ·6H ₂ O	33

chromatography에 TRIO-1 Mass spectrometry(VG Mass Lab. England)가 direct로 연결된 GC/MS를 사용하였고 column은 HP-5(cross-linked 5% phenylmethyl silicone, 25m×2.2 mm×0.33 μm)에 oven 온도는 50℃에서 1분간 머무른 후 180℃까지 분당 7℃로 승온시키고 20분간 머무르게 하였으며 injector 온도는 250℃로 하였다. 또 carrier gas는 helium을 분당 1 ml로 흐르게 하여 30초 후에 split mode로 전환되는 splitless mode를 이용하였고 split ratio는 50 : 1로 하였다. Mass spectrometry의 ion source 온도는 200℃로 하고 EI Mode에 ion energy는 70 eV였으며 향기성분 확인 및 정량실험은 TRIO-1의 Lab. base data system과 NIST/NBS library를 이용하였다.

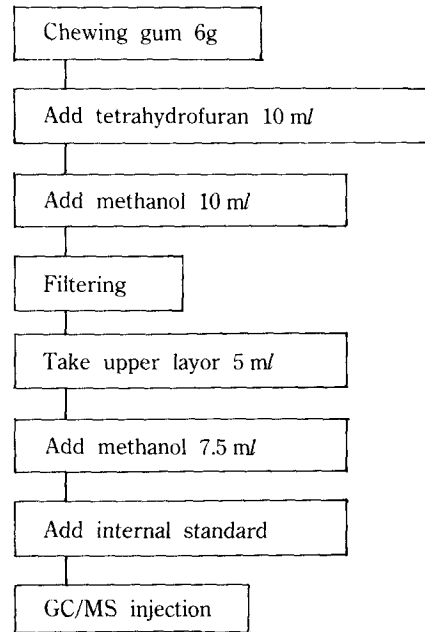


Fig. 1. Flow diagram of flavor sample preparation for GC/MS analysis

결과 및 고찰

쉐잉껌 향기성분의 함량변화

Table 1의 배합표에 의해 제조된 쉐잉껌을 여러 가지 상대습도 조건하에 저장하기 전에 시료 전처리 조작을

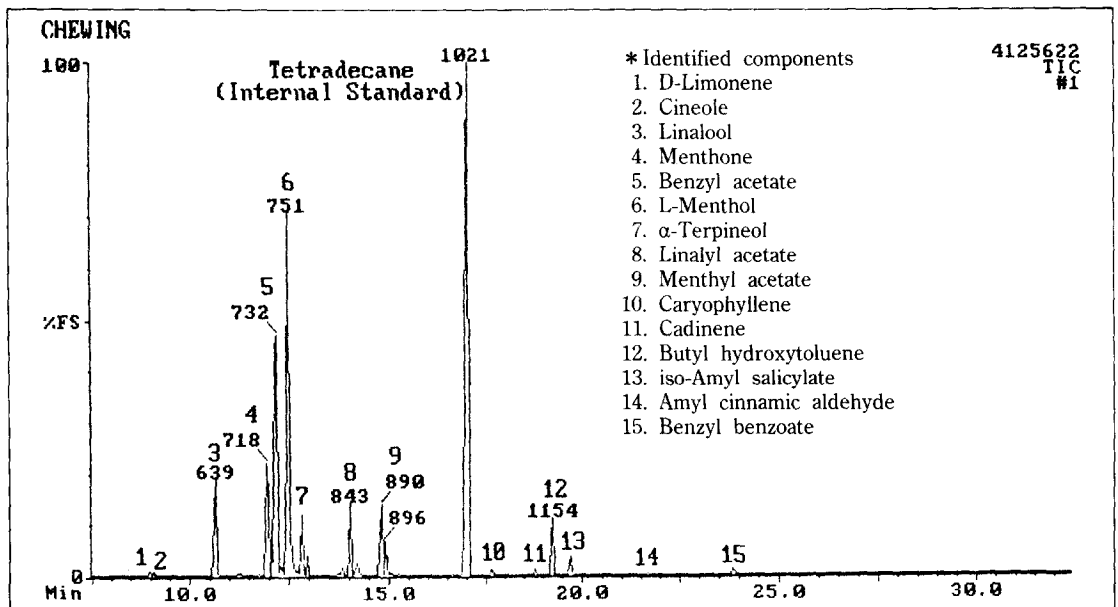


Fig. 2. Total ion chromatogram of recovery flavor from chewing gum

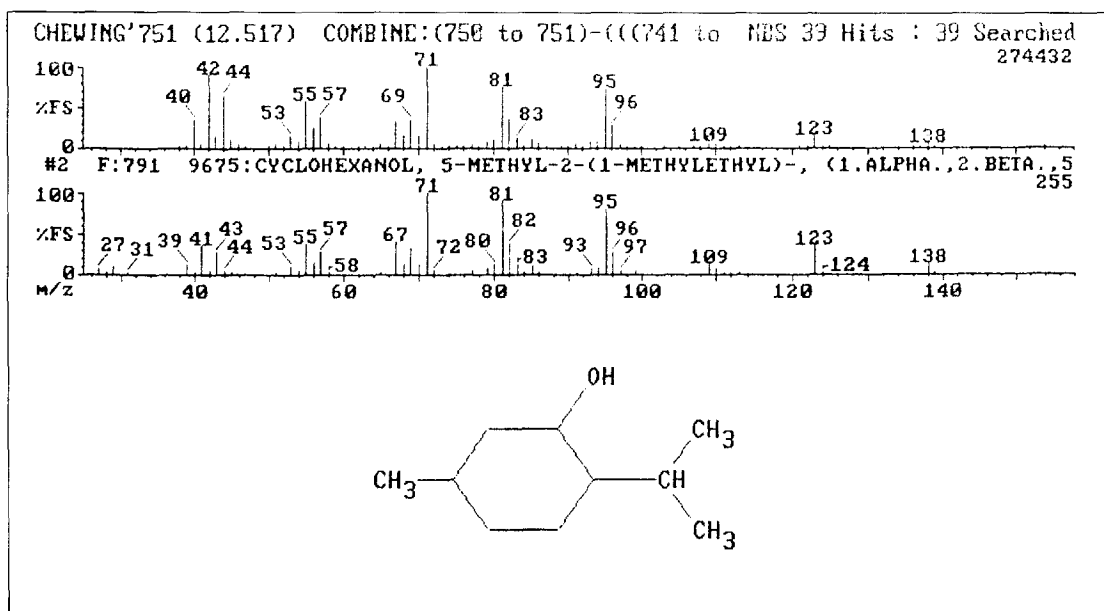


Fig. 3. Result of NIST/NBS Library searching of Scan No.751 peak

Table 3. Change in peak area ratio of each flavor components during storage period at 33, 53 and 75% R.H.

Components	R.H (%)	Storage period (weeks)							
		0	1	2	3	4	8	12	16
Menthone	33	19.51 ¹⁾	16.11 ²⁾	15.67	14.20	13.49	11.25	11.05	9.8 _(50.2) ³⁾
	53		19.22	18.90	18.54	16.09	15.95	12.90	12.9 _(66.1)
	75		15.75	15.82	16.18	15.95	12.72	11.41	10.8 _(55.4)
Benzyl acetate	33	35.21	28.59	29.62	27.33	25.26	25.01	24.74	19.8 _(56.2)
	53		34.30	31.41	30.45	24.98	23.48	17.19	15.7 _(44.6)
	75		31.57	30.34	29.50	27.85	22.47	15.52	13.5 _(38.3)
l-Menthol	33	70.48	54.39	49.88	44.89	43.19	41.92	42.01	41.8 _(59.3)
	53		68.66	64.12	61.83	55.50	46.65	43.50	43.1 _(61.2)
	75		59.13	52.90	50.98	49.01	42.75	43.57	40.5 _(57.5)
iso-Amyl salicylate	33	16.13	14.36	12.24	9.91	9.34	8.22	7.82	5.3 _(32.9)
	53		15.21	13.15	11.22	10.19	9.06	7.10	5.8 _(36.0)
	75		12.95	10.65	10.71	9.48	9.73	7.99	5.5 _(34.1)
Benzyl benzoate	33	10.19	8.37	8.36	7.13	6.01	5.77	4.88	3.6 _(35.3)
	53		9.72	8.24	7.47	7.02	6.94	6.53	3.8 _(37.3)
	75		8.15	8.15	8.02	6.98	6.46	4.81	3.8 _(37.3)

¹⁾Starting peak area ratio before storage

²⁾Flavor components peak area/internal standard peak area ×100 after storage

³⁾Peak area ratio after 16 weeks/peak are ratio before storage ×100(%)

하여 얻은 시료를 GC/MS로 분석한 결과 total ion chromatogram은 Fig. 2와 같다. 이중에서 scan no.751(retention time : 12.5 min)의 peak를 NIST/NBS library searching 한 결과 Fig. 3에서처럼 l-Menthol을 확인하였고 같은 방법으로 15종의 성분을 확인하였다. 확인된 15종의 성분중 5종(Menthone, Benzyl acetate, l-Menthol, iso-Amyl salicylate, Benzyl benzoate)을 선정하여 각 상대 습도 조건하에서 저장기간별로 internal standard인 tet-

radecane과의 peak area ratio의 변화를 조사한 결과는 Table 3과 Fig. 4와 같다. 여기서 l-Menthol의 경우 저장 4주까지는 53% R.H 저장분이 다른 것에 비해 감소속도가 적었으나 그 이후는 별차이가 없는 것으로 확인하였으며 Table 3에 5종의 향료성분중 l-Menthol이나 Menthone의 천연향료계는 합성향료계인 Benzyl acetate, iso-Amyl salicylate 및 Benzyl benzoate에 비해 감소속도가 느리고 16주 후의 잔량도 50% 이상 남아있는 것

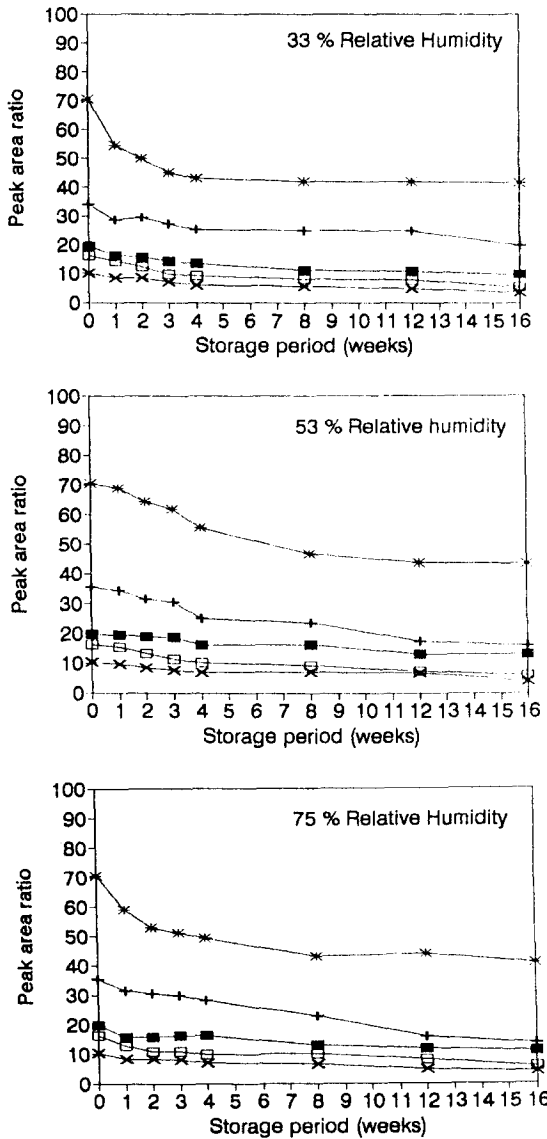


Fig. 4. Changes of peak area ratio of chewing gum flavor components at various storage conditions

■—■; menthone, +—+; benzyl acetate, *—*; 1-menthol, □—□; iso-amyl salicylate, x—x; benzyl benzoate

으로 나타났다. 이것은 Hishasi 등⁽³⁾의 천연향료계 일수록 gum base와 친화성이 좋아 츄잉껌 향미지속성이 강하다는 보고와 일치한다고 할 수 있다. 그리고 Table 3을 기초로 하여 starting value를 1로 하고 각 성분마다 감량을 저장기간별로 평균한 결과는 Table 4와 Fig. 5와 같으며 여기서 4주까지는 33, 75% R.H의 저장분이 53% R.H의 저장분 보다 감소속도가 빨랐으나 그 이후 16주

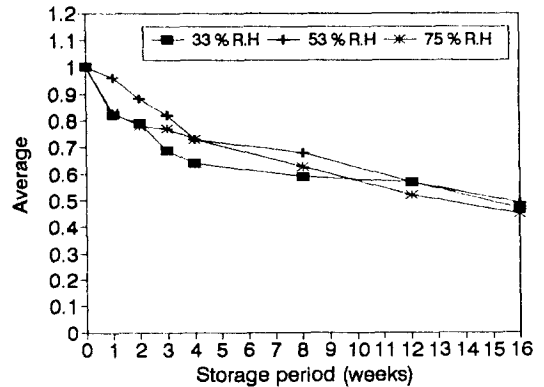


Fig. 5. Changes of total flavor components in chewing gum at various storage conditions

까지는 거의 비슷하였고 16주 후에는 모두 starting value의 45~49%가 잔존함을 확인하였다.

요 약

츄잉껌 품질향상의 일환으로 저장기간 및 여러 가지 상대습도하에서 츄잉껌 향기성분의 변화를 GC/MS로 분석하였다. 츄잉껌 향기성분을 시료전처리로 포집하고 tetradecane을 내부표준용액으로 이용해서 각 성분과의 peak area ratio로써 향기성분함량의 감소량을 측정할 결과 저장초기에는 53% R.H 저장분 보다 33, 75% R.H에서 감소속도가 빨랐으나 그 이후는 차이가 별로 없었으며 16주 후에는 45~49%의 잔존량을 나타내었다.

문 헌

1. Shinji, O.: 菓子・かム類香料について, 香料, 153, 23 (1987)
2. Akahoshi, R.: 香料の化學, 日本化學會, p.324(1988)
3. Hishasi, I. and Yoshinori, S.: チューインガムの科學, 食品工業, 30, 57(1987)
4. The technical committee of the national association of chewing gum manufactures.: Flavoring substances used in chewing gum. *Food Technol.* June, 960(1965)
5. Kendall, D.A.: *The Flavor Industry*, July/Aug, 182(1974)
6. Toshiyuki, Y. and Shichigoro, T.: チューインガムのそしゃくによる香料の溶出について, 食品衛生學雜誌, 20, 456(1979)
7. Yoshinori, S., Toshio, T., Shinji, S. and Yoshihisa, S.: ガムベースの物性とそしゃくによる 1-メントールの溶出, 日本食品工業學會誌, 35, 105(1988)
8. Shichigoro, T., Toshiyuki, Y. and Takeo, S.: チューインガム用天然樹脂の樹脂分について, 日本食品工業學會誌, 27, 419(1980)

(1991년 8월 5일 접수)