

미세캡슐내의 캡사이시노이드의 새로운 분석법

정종민 · 강성태
서울산업대학교 식품공학과

A New Method for Analysis of Capsaicinoids Content in Microcapsule.

Jong Min Jung and Sung Tae Kang

Department of Food Science and Technology, Seoul National University of Technology

Abstract

A new method for the quantitative determination of capsaicinoids in microcapsule has been developed. Among seventeen solvents tested for solubilizing wall material (gum arabic and modified starch) of microcapsule, dimethyl sulfoxide (DMSO) was selected as an optimal solvent. The most appropriate mixing ratio of microcapsule to DMSO for solubilizing wall material was 1 to 10(w/v). Appropriate carrier-solubilizing temperature and time were 55°C and 30 min, respectively. Also conditions for extracting oleoresin from the solubilized microcapsule were studied. The mixing ratio of ethanol to DMSO was optimal at 8 to 1(v/v). Optimized vortexing time was 5 min at 40Hz. Precipitant was obtained by centrifugation at 21000 rpm for 15 min. The precipitant was reextracted with ethanol. The extracted supernatants were combined and adjusted to final volume of 25 ml. Extracted solutions were analyzed for quantitation of total capsaicinoids by employing HPLC and for quantitation of total carotenoids by spectrophotometric method. This method can be used to monitor changes of capsaicinoid during manufacturing or storage of red pepper oleoresin microcapsule powder.

Key words : capsaicinoids, red pepper oleoresin, dimethyl sulfoxide(DMSO), microcapsule

서 론

식품공업의 발달과 국민소득 수준의 증가에 따른 식품소비패턴의 변화로 올레오레진을 비롯한 extract 및 essential oil, 미세캡슐화된 올레오레진 등의 다양한 형태의 고추가공품이 수입 또는 제조되어 가공식품에 첨가되고 있는 실정이다.

고추올레오레진은 올레오레진 paprika^(1,2), 올레오레진 red pepper⁽³⁾, 올레오레진 capsicum⁽⁴⁾의 세종류가 알려져 있다. 올레오레진 capsicum은 매운 맛 성분이 가장 강한 chilli고추로부터 추출한 것으로 주로 의약품용으로 쓰이며 일부 가공식품 및 ginger ale 같은 음료에 사용된다. 올레오레진 red pepper는 매운 맛이 보통이고 주로 아시아 지역에서 재배된 길고 얇은 고추를 이용하여 추출한 것으로 가공식품에 이용되며 수율은 10% 정도이다. 또한 올레오레진 paprika는 매운 맛이 거의 없거나 약한 고추를 이용하여 추출한 것으로 진한색

을 가지며 salad dressing, oleomargarine의 발색제로 이용되고 수율은 8% 정도이다. 이러한 올레오레진은 원료향신료로부터 용매를 사용하여 추출한 천연의 식물성 농축액으로 분쇄, 추출 및 용매제거 등의 공정을 거쳐 제조되며 향신료의 품질을 균일화, 표준화한 제품으로서 비교적 비점이 낮은 용매로 추출하기 때문에 향신료 중의 휘발성 및 비휘발성의 맛과 향미성분을 동시에 지니게 된다. 고추올레오레진은 서류의 분변이나 미생물 및 곤충으로부터 오염을 줄일 수 있으며 분말고추 보다 사용 및 보관이 간편하고, 사용 원료에 따라 색깔 및 맛의 용도 선택이 용이하며 또한 경작년도, 지리적 기원, 연령, 제품별 변동 등에 의해 제품이 달라질 수가 있기 때문에 그것의 표준화를 위하여 건조담체에 분산시키거나, 내부 식물성 gums나 식품용전분으로 캡슐화(분무건조) 형태나 유화제를 사용하여 물에 분산이 가능한 액체로 만드는 법 등의 다양한 방법으로 제품 속에 들어가고 있다⁽⁶⁾.

미세캡슐화(microcapsulation)⁽⁷⁻⁹⁾ 액체나 기체의 미립자(core material)들을 얇은 박막의 코팅물질로 둘러싸는 물리적인 공정과정을 의미한다. Wall material 또

Corresponding author: Sung-Tae Kang, Department of Food Science and Technology, Seoul National University of Technology, 173 Kongnung-dong, Nowon-gu, Seoul 139-743, Korea

는 carrier라고 불리는 코팅물질은 용도에 따라 천연 또는 변성전분, 당류, gum물질, 단백질, 지방, 합성고분자물질등이 사용되고 있다.

송⁽¹⁰⁾등은 분무건조된 amylogum과 말토덱스트린을 wall material로한 미세캡슐의 고추올레오레진 함량분석을 위하여 diethyl ether를 이용한 상전이법으로 흡광도를 측정하여 미세캡슐내의 올레오레진의 함량을 측정하였다. 고추의 매운맛 성분 분석을 위해서는 HPLC^(11,12), GC^(13,14), Spectrofluorometry⁽¹⁵⁾, 분광광도계를 이용한 방법이 사용되어 왔다.

미세캡슐의 제조조건 최적화, 저장안정성 평가를 위해서는 올레오레진의 손상이 없는 온전하며 간편한 분리조작 및 보다 신뢰성 있는 분석방법의 개발이 필수적이다. 이러한 품질관리의 체계화로 품질에 따른 구분유통 등이 가능하며 신뢰성 있는 품질의 차별화가 기대된다. 또한 수요자에게 맞는 다양한 제품의 품질 기준 설정을 유도하여 원료지향적 가공산업의 발달을 초래할 수가 있다.

본 실험에서는 DMSO(dimethyl sulfoxide)를 사용하여 고추올레오레진 미세캡슐의 wall material을 온전하게 용해, 제거시킴으로써 정량적으로 품질을 측정할 수 있는 새롭고 신뢰성있는 wall material 분해법을 개발하는 한편 HPLC를 사용한 향신료 미세캡슐의 매운맛 성분분석을 수행하였다.

재료 및 방법

재료

미세캡슐화된 고추올레오레진 capsicum을 (주)농심으로부터 제공받아 완전밀봉 후 테시케이더에 저장, 냉장보관한 시료를 사용하였다. 고추미세캡슐의 수분, 조단백(micro kjeldahl 법), surface oil의 함량(Soxhlet법), 검류 및 전분류를 포함한 탄수화물 및 내부 올레오레진의 함량은 각각 5.4%, 0.3%, 0.3%, 94%이었다. 표준시약은 Aldrich제품으로 capsaicin과 dihydrocapsaicin이 65:35(w/w, %)로 조성된 것을 사용하여 에탄올에 녹여 표준곡선을 구하였으며, 미세캡슐 wall material의 용해를 위해 dimethyl sulfoxide(DMSO)를 사용하였다. Eluent 조제용 용매는 모두 HPLC용 특급시약을 사용하였고, 일반시약류는 시판 1급 이상의 분석용시약을 사용하였다.

HPLC에 의한 고추올레오레진의 capsaicinoids의 측정

사용한 Liquid chromatograph는 Shimadzu LC-10 AD(Japan)이고, column은 비극성의 Waters, μ Bondapak

-C18 symmetry column(125Å 10 μ m 3.9×300 mm)을 사용하였다. Capsaicinoids는 UV 281 nm에서 검출하였으며, 이동상은 메탄올 : 물 = 7 : 3(v/v)을 이용하였고, 유속은 1 ml/min으로 분석하였다.

미세캡슐의 표면 올레오레진 함량의 결정

분말 미세캡슐 2~5 g을 thimble에 넣고 cotten wool을 덮었다. 시료를 건조 후 시료가 담긴 extraction thimble을 soxhlet extractor에 넣었다. 용매인 diethyl ether 50 ml를 extraction cup에 담는다. Soxhlet extractor(Soxtec System HT6, Tecator)에 cup을 넣고 15분간 boiling 위치에 놓고 45분간 rinsing 위치에 놓아 추출하였다. 용매를 날리고 cup을 꺼내 100°C에서 30분간 건조하고 냉각시켜 surface oil 함량(%)을 결정하였다.

상전이를 이용한 wall material 분해

원심분리 튜브 4개에 각각 0.6 g 시료의 무게를 정확히 잰 다음 10 ml 증류수(80°C)를 넣고 10 ml diethyl ether를 넣었다. 5분간 vortex mixing 후 7000 rpm에서 10분간 원심분리하고 위층(diethyl ether 층)을 채취하여 미리 씻어둔 round bottom flask(무게를 실온에서 미리 잰 것)에 보관하였다. 10 ml diethyl ether를 넣고 같은 조작을 총 3회 반복하였다. Vacuum evaporator를 사용하여 50°C에서 ether를 날리고 무게를 구하여 총 올레오레진의 무게함량(%)을 구하였다. 여기에 에탄올을 가하여 100 ml로 정용한 다음 HPLC로 분석하여 미세캡슐화된 고추올레오레진 중의 total capsaicinoids의 함량(mg%)을 구하였다.

DMSO를 사용한 wall material 분해

원심분리 튜브 5개에 각각 시료의 무게(0.15 g)를 정확히 재었다. 원심분리 튜브에 1.25 ml의 DMSO를 넣고 55°C에서 30분간 가열하여 시료의 wall material이 완전히 용해되어 맑아지도록 하였다. 특별한 언급이 없는 한 11 ml의 에탄올을 넣어주고 5분간 vortex mixing 하여 capsaicinoids를 추출하고 탄수화물을 침전시켰다. 이들 혼합물을 21000 rpm에서 20분간 원심분리하고 상등액을 채취하여 25 ml volumetric flask에 따라 붓고 침전물에 다시 11 ml의 에탄올을 첨가한 후 앞의 실험을 2회 반복하였다. 침전물의 무게는 120°C에서 건조시켜 함량을 구하였다. 에탄올로 25 ml volumetric flask에 정용한 다음 그 용액 20 ml를 HPLC로 분석하였다. 미세캡슐중에 존재하는 total capsaicin함량은 mg%로 표시하였다. 최적 capsaicinoids추출을 위한 조

건을 확립하기 위하여 미세캡슐의 사용량, DMSO의 사용량, 에탄올의 농도 및 사용량, vortexing 혼합시간, 반복추출회수 등을 달리하여 HPLC로 분석하였다.

추출액 내의 환원당의 측정

용액 내의 환원당함량(%)은 Dinitrosalicylic acid (DNS)법으로 평가하였다.⁽¹⁶⁾

결과 및 고찰

고추 capsaicinoids의 HPLC 분석

HPLC분석결과 capsaicin과 dihydrocapsaicin은 각각 8.3분, 10.9분에서 검출되었으며(Fig. 1) total capsaicinoids함량 37 ppm에서 300 ppm까지가 재현성이 있는 비례구간이었다. 따라서 이 구간에 포함될 수 있게 시료량과 희석, 추출조건을 설정하고 이후의 실험에 이용하였다. 미세캡슐화된 고추올레오레진의 풍미성분의 분석을 위하여 한 시료당 3개의 sample을 만들어 HPLC로 분석하였다. 확립된 분석법은 고추올레오레진의 매운맛성분의 추출율을 비롯한 추출조건의 확립에 이용하였다.

Wall material의 용해가 가능한 용매의 선정

조사한 17가지 용매중에 dimethyl sulfoxide(DMSO)와 진한염산(HCl) 만이 미세캡슐을 용해할 수 있는 용

매로서 확인되었다. HCl은 분석 시료의 안정성에 영향을 주고 낮은 pH로 인하여 칼럼에도 손상을 줄 수 있으므로 적당하지 않다고 판단되어 최적의 wall material 분해 용매로서 DMSO를 선발하였다(Table 1).

Capsaicin은 diethyl ether>ethanol>acetone>benzene>methanol>n-hexane의 순으로 추출이 잘되고 cold water에 안녹는 성질이 있다.⁽¹⁷⁾ Hexane, pentane, petroleum ether 만이 DMSO와 혼합되지 아니하였으며 기타 용매들은 DMSO와 혼합되었다(Table 1). DMSO와 혼합되지 않는 용매들 모두 DMSO와 마찬가지로 capsaicinoids를 용해할 수 있어서 상전이법으로 capsaicinoids의 추출을 시도할 경우 완벽한 상전이(phase transfer)의 효과를 얻기가 어려웠고 상전이 조작 중에 손실이 예측되어 사용하지 아니하였다(Table 1). Diethyl ether와 에탄올은 capsaicinoids의 용해도가 높으며 DMSO와 혼합이 되는 용매로 확인되었으며 diethyl ether의 경우 capsaicinoids의 용해도는 가장 크지만 직접 HPLC로 분석시 비극성 칼럼이 손상될 가능성이 있고, DMSO와의 혼합으로 탄수화물의 침전 분리조작이 이루어지지 않아서 탄수화물의 분리조작을 별도로 수행하여야 하며 높은 휘발성으로 인하여 정량분석에 바람직하지 않다고 판단되었다. 따라서 혼합되는 용매로서 탄수화물을 침전시킬수 있으면서 올레오레진에 대하여 높은 용해성을 가진 용매인 에탄올을 이용하였다(Table 1).

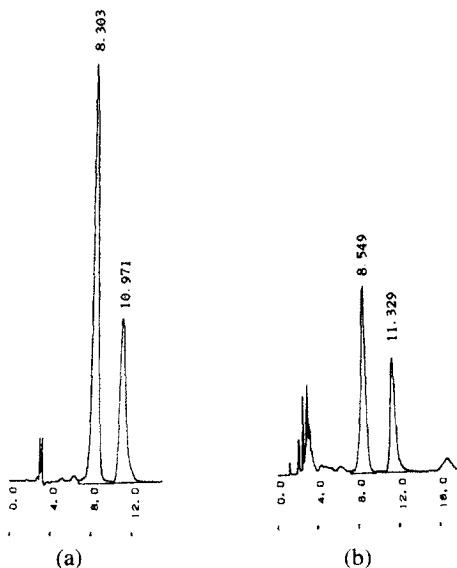


Fig. 1. Chromatogram of capsaicin-dihydrocapsaicin standard (a) and red pepper oleoresin (b).

Table 1. Trials to dissolve wall material of red pepper oleoresin microcapsule by using several solvents.

Solution	A ₂₈₀	B.P.(°C)	Miscibility with DMSO	Solubility of microcapsule
Acetone	-	56.29	M	dispersed
Acetonitrile	0.005	81.6	M	dispersed
Chloroform	0.005	61.15	M	insolubilized
Methanol	0.005	64.7	M	dispersed
Ethyl acetate	0.050	77.11	M	insolubilized
HCl	-	-	M	solubilized
n-Hexane	0.005	68.7	I	insolubilized
Isopropanol	0.003	82.26	M	dispersed
Pentane	0.005	36.07	I	dispersed
Petroleum ether	0.005	30-60	I	insolubilized
sec-Butanol	0.03	107.7	M	dispersed
n-Propyl alcohol	0.005	97.2	M	dispersed
Acetic acid	-	-	M	dispersed
1-Butanol	0.007	74.12	M	dispersed
Ethyl alcohol	-	-	M	dispersed
Diethyl ether	0.005	74.12	M	dispersed
DMSO	0.300	189	M	solubilized

M : Miscible I : Immiscible

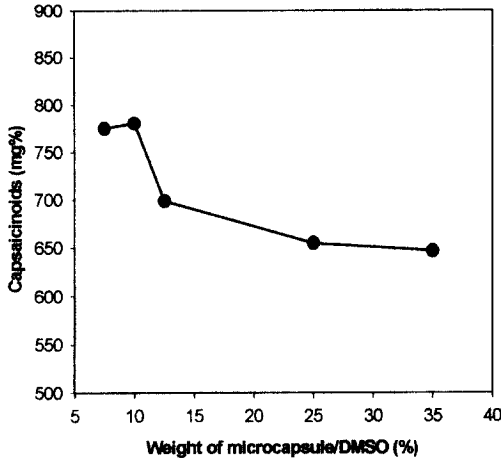


Fig. 2. Effect of the ratio of the weight of microcapsule to DMSO on solubilization of microcapsule.
The mixtures were heated at 55°C for 20min. The volume DMSO was 2.0ml.

미세캡슐의 사용량이 capsaicinoids 추출에 미치는 영향

.01~0.7g의 미세캡슐에 2 ml의 DMSO를 사용하여 미세캡슐의 사용량이 capsaicinoids 추출에 미치는 영향을 살펴보았다. 0.15 g과 0.2 g의 미세캡슐을 사용하였을 때 일정한 값을 보여주었고 미세캡슐의 첨가량을 증가시키에 따라 낮은 capsaicinoids 함량을 보여줌으로써 미세캡슐사용이 wall material의 용해도 또는 미세캡슐내의 올레오렌진 용해도에 영향을 미치는 것을 알 수 있었다(Fig. 2). 따라서 DMSO사용량에 대한 미세캡슐의 사용량의 비율이 7.5~10%(w/v) 범위에서 최적임을 알 수 있었다.

가열처리조건이 미세캡슐의 용해에 미치는 영향

미세캡슐 0.15g에 DMSO를 2 ml 첨가 후 가열온도가 capsaicinoids의 함량에 미치는 영향을 평가하였다(Fig. 3). 30°C, 55°C, 80°C에서 최대의 capsaicinoids의 함량을 보여주는 열처리시간은 각각 40분, 30분, 20분으로서 가열온도를 높이는 것이 DMSO가 wall materials를 단시간에 용해시키기에 용이함을 알 수 있었다. 30°C 및 55°C에서의 가열처리는 각각 30분, 20분간의 열처리 이후에 일정한 수준의 값을 보여주었다. 따라서 이후의 실험은 55°C에서 30분의 열처리를 수행하였다. 30°C 및 55°C의 각 온도에서의 최고 함량은 765 mg% 및 778 mg%로 비슷하였으나 80°C에서는 최대 749 mg%를 나타내었으며 20분 이상의 가열은 capsaicinoids 함량의 감소를 유발하였다. 이것은

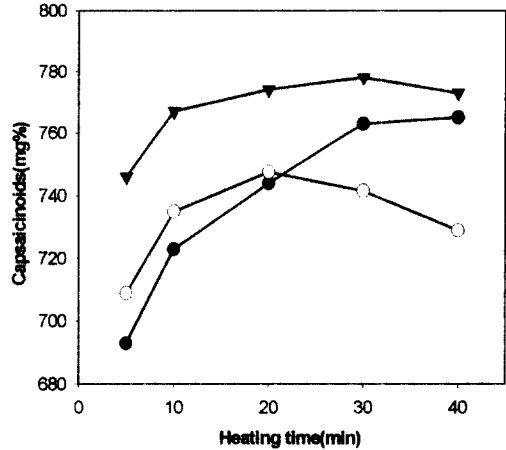


Fig. 3. Effect of the heating time on the content of capsaicinoids after addition of DMSO.
●; 30°C, ▼; 55°C, ○; 80°C, 12000 rpm, 10 min.

capsaicinoids의 낮은 열안정성에 기인하는 것으로 보인다.

DMSO의 사용량이 capsaicinoids 추출에 미치는 영향

미세캡슐 0.15 g에 DMSO를 0.5~2 ml로 사용량을 달리하여 첨가 하고 55°C에서 30분 가열하여 DMSO의 사용량이 capsaicinoids의 함량에 미치는 영향을 평가하였다. 이후의 조작은 동일하게 수행하였다(Fig. 4). DMSO처리후 에탄올을 11 ml씩 2회 사용하여 2회 침전 추출하였고 25 ml로 정용하였다. 1.25 ml를 사용하였을 때 가장 높은 함량을 보여주어서 DMSO사용량을 미세캡슐의 무게의 8배로 하였을 때 최고치를 보여주었다.

Spectrophotometer를 사용하여 281nm에서 흡광도를 측정하였을 때, 미세캡슐의 사용량에 대하여 DMSO사용량의 비율이 5배 이하로 사용하였을 때에는 매우 낮은 값을 보여주어 이 범위에서는 DMSO에 의한 미세캡슐의 용해가 적게 됨을 알 수 있었다. 반면에 8배 이상의 높은 비율에서는 점차 낮은 capsaicinoids 함량과 높은 흡광도를 보여주었다. 이것은 DMSO 사용량의 증가에 따라 흡광도가 증가한 것으로 보이며 에탄올의 사용량이 상대적으로 감소되어 wall material의 침전 및 추출이 완벽하게 이루어지지 않은 것으로 해석된다.

에탄올 농도가 capsaicinoids 추출에 미치는 영향

미세캡슐 0.15 g에 DMSO를 1.25 ml 첨가 후 55°C에서 30분 가열하여 용해시킨 후 50~100%(v/v)의 에

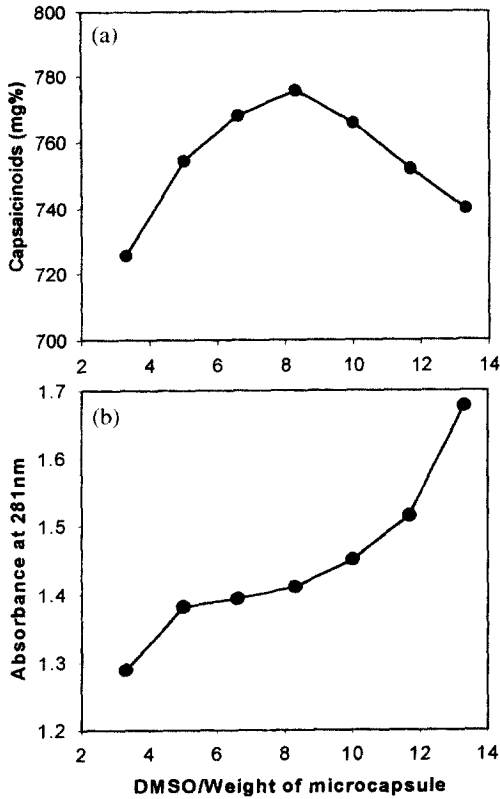


Fig. 4. Effect of ratio of the DMSO to the weight of microcapsule on the solubilization of microcapsule capsaicinoids content was analyzed by HPLC method (a) and spectrometry (b). The weight of microcapsule was 0.15g. 12000rpm, 10min.

탄올을 11 ml 2회 첨가하였을 때 capsaicinoids의 함량에 미치는 영향을 평가하였다(Fig. 5). 에탄올의 농도가 높아짐에 따라 침전물의 무게가 많아졌으며 100%의 에탄올을 사용하였을 때 가장 높은 capsaicinoids 함량을 보여주었다. 50%(v/v)의 에탄올을 사용하였을 때의 높은 capsaicinoids 함량은 혼탁에 의한 효과임이 유안으로 확인되었다.

혼합시간이 capsaicinoids 추출에 미치는 영향

1.25 ml의 DMSO로 용해된 미세캡슐에 무수 에탄올을 11 ml로 2회 첨가한 후 capsaicinoids를 추출하기 위한 vortexing 혼합효과를 검토하였다(Fig. 6). 3분 이상의 혼합에서는 일정한 값을 보여주었고 본 실험에서는 완전한 추출을 위해 5분 동안 혼합하였다.

원심분리조건의 최적화

20분간 8000~21000rpm의 속도로 원심분리를 수행하

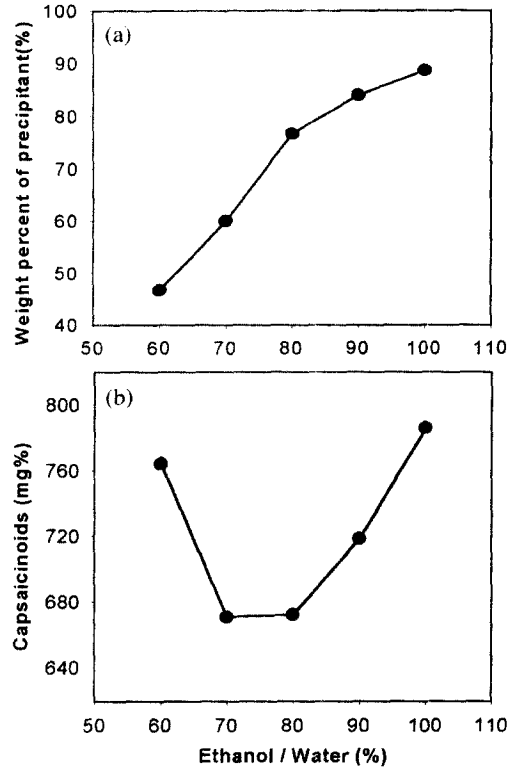


Fig. 5. Effect of ethanol concentration on the precipitation of carbohydrates (a) and on the extraction of capsaicinoids (b).

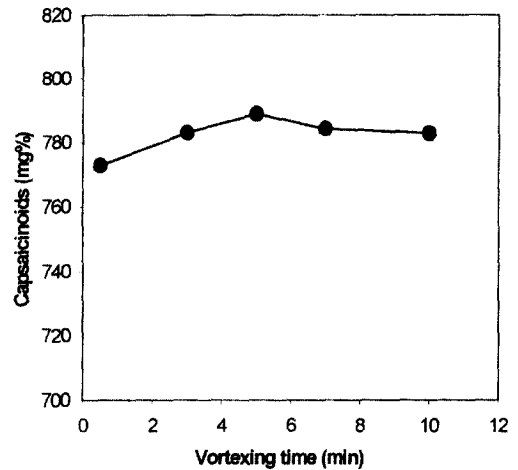


Fig. 6. Effect of the vortexing time on the extraction of capsaicinoids from the DMSO solubilized mixture after addition of ethanol.

여 탄수화물 함량과 capsaicinoids 함량에 미치는 영향을 평가하였다. 8000 rpm 이상의 속도에서 760 mg% 이

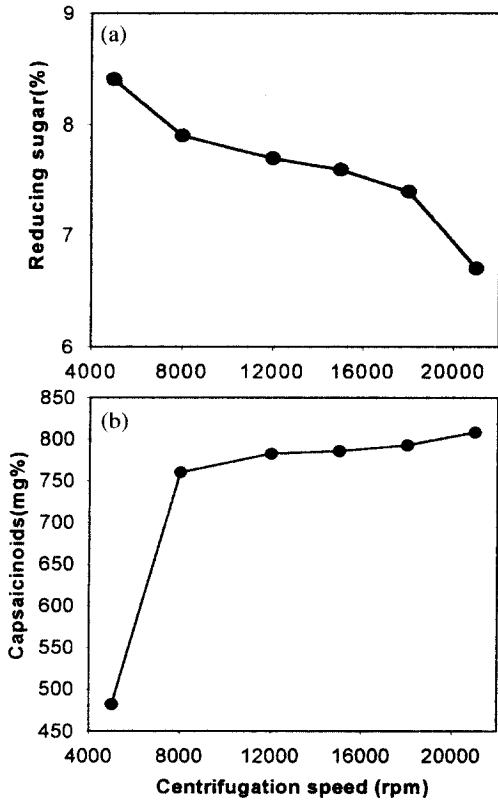


Fig. 7. Effect of the centrifugation speed on the content of reducing sugar (a) and on the content of capsaicinoids (b).

상의 함량을 보여주었고 21000 rpm에서 최고치를 보여주었으며 탄수화물의 함량도 감소함을 알 수 있었다(Fig. 7). 회전속도 21000 rpm에서 원심분리시간을 달리하여 평가한 결과 15분 이상의 원심분리에서 일정한 값을 보였으며 본 실험에서는 20분을 채택하였다(Fig. 8).

에탄올의 사용량에 따른 capsaicinoids 추출효과

에탄올의 사용량에 따른 capsaicinoids 추출효과를 평가하였다(Fig. 9). DMSO사용량(1.25 ml)의 3배량 이상으로 에탄올을 첨가하였을 때 용해된 wall material의 침전현상을 관찰할 수 있었다. 에탄올의 사용량을 상대적으로 증가시키에 따라 capsaicinoids는 추출이 많이 됨을 알 수가 있으며 DMSO 1.25 ml에 대하여 10 ml 이상의 에탄올을 반복 사용하였을 때 일정한 값을 보여주어 DMSO 사용량의 8배 이상의 에탄올 사용이 완벽한 추출에 필요함을 보여주었다.

에탄올을 사용하여 1회만 추출하였을 때는 700 mg% 이하의 값을 보여 주어 2회 추출시 보다 상대적으로

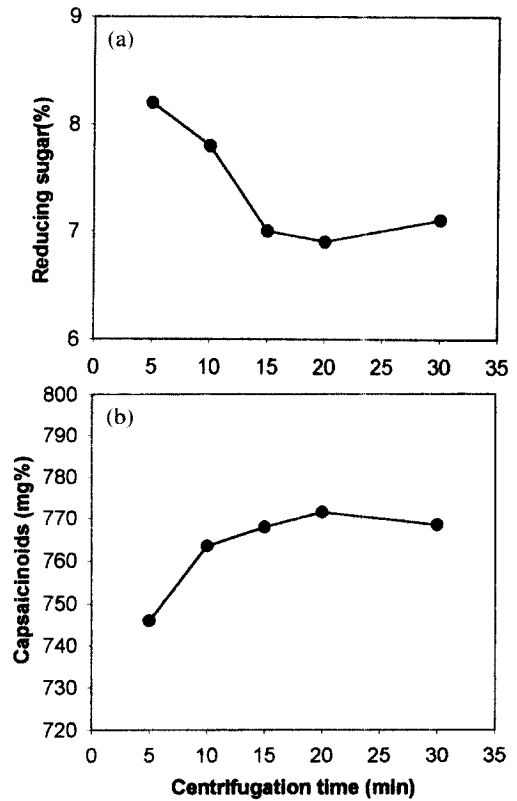


Fig. 8. Effect of the centrifugation time at 21000rpm on the content of reducing sugar (a) and on the extraction of capsaicinoids (b).

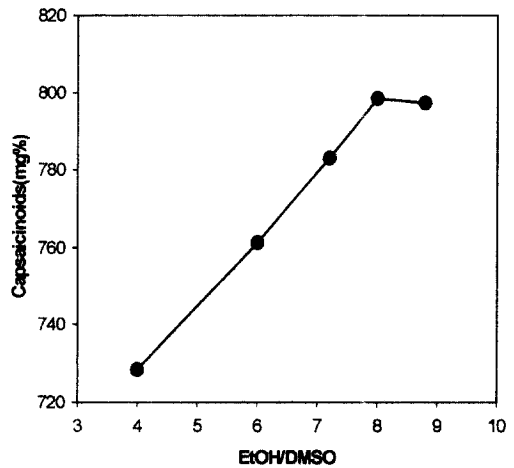


Fig. 9. Effect of the ratio of ethanol to DMSO on the extraction of capsaicinoids.

완벽한 추출이 되지 않았다(Table 2). 에탄올을 11 ml 사용하여 2회 추출한 경우 797 mg%의 total

Table 2. Effect of addition of ethanol to the DMSO solubilized microcapsule on the extraction of capsaicinoids.

Addition of ethanol(ml)	Capsaicinoids(mg%)	Reduced sugar(%)
8ml	665 ± 13.7	4.9
10ml	672.9 ± 18.3	5.2
11ml	690 ± 21.7	5.4
20ml	701 ± 12.8	6.2
22ml	714.5 ± 23.5	6.3
5ml+5ml	728.4 ± 3.2	8.8
8ml+8ml	748.5 ± 42	8.2
9ml+9ml	769 ± 18.2	7.6
10ml+10ml	798.5 ± 11.7	7.5
11ml+11ml	797.3 ± 6.9	7.4
8ml+8ml+8ml	780.3 ± 24.5	8.6

capsaicinoids가 분석되었으며, 에탄올을 10 ml로 2회 추출하였을 때와 거의 같은 함량이 분석되었고 10 ml 1회 추출하였을 경우와 20 ml 1회 추출의 경우 각각 673 mg%와 701 mg%가 측정되어서 1회추출법보다 반복추출법이 효과적임이 확인되었다. 에탄올로 2회 추출하였을 때 6 ml의 에탄올을 2회 사용한 경우는 11 ml의 에탄올을 2회 사용하였을 때의 91.4%(728 mg%)가 추출되었고 10 ml 이상(DMSO사용량의 8배 이상)을 사용하면 완벽하게 미세캡슐속의 올레오레진이 추출된다고 판단되었다. 8 ml, 8 ml, 6 ml의 에탄올(총 22 ml)을 3회 반복첨가하여 capsaicinoids의 함량을 평가한 결과 97.8%(780.3 mg%)로 나타나 같은 부피의 에탄올 10 ml 2회 추출(95.7%)과 비슷하여 같은 양(20 ml)의 에탄올을 사용하였을 때 2회와 3회 추출이 거의 차이없이 완벽한 추출이 가능함을 보여주었다.

에탄올 추출이 추출용액내의 환원당의 함량에 미치는 영향

반복추출이 분석용액내의 탄수화물함량에 미치는 영향을 평가한 결과 1회추출이 4.9~6.3%로 7.4~8.8%인 2회 3회 반복추출 보다 상대적으로 탄수화물함량이 낮았다(Table 2). 이것은 에탄올이 탄수화물을 침전시키는 하지만 반복된 추출과정중 탄수화물이 혼입된 것으로 보인다. 2회 반복추출시에는 에탄올의 사용량이 많을수록 탄수화물의 양이 감소하여서 많은 양의 에탄올을 사용하는 것이 탄수화물의 침전을 용이하게 하는 한편 capsaicinoids의 용해를 용이하게 함으로써 높은 함량을 나타내는 것으로 보인다.

Hot water-ethyl ether를 사용한 미세캡슐 wall material의 분해

온수에 용해후 ethyl ether로 phase transfer를 시켜 total capsaicinoids의 함량을 분석한 결과 총 올레오레진의 함량은 8.7%였으며 그 중 total capsaicinoids의 함량은 727 mg%로 확인되었다. DMSO를 사용한 미세캡슐 wall material 분해법을 사용하였을 때 더 높은 함량의 total capsaicinoids가 분석되어 손실이 없는 효과적인 분석법임을 확인할 수 있었다. 캡슐화 된 올레오레진의 함량은 hot water-ethyl ether를 사용한 미세캡슐 wall material 분해법으로 얻어진 총 올레오레진의 함량(total oil content)에서 미세캡슐화 되지 않은 올레오레진의 함량(surface oil content)의 차이에서 구할 수 있었으며 96.6%의 올레오레진은 내부에 존재하며 약 3.4%의 올레오레진이 미세캡슐 외부에 존재하는 것으로 밝혀졌다.

DMSO를 사용한 total capsaicinoids의 분석법은 diethyl ether를 이용한 상전이법 보다 용매를 날리기 위해 비교적 오랜 가열처리를 할 필요가 없어서 가열에 의한 올레오레진의 변화가 적으리라 기대된다. DMSO는 높은 끓는점을 가지고 있어 진공증발로도 증발시킬 수 없으나 column을 통과하면서 초기에 분리, 제거됨으로써 성분함량측정에 문제를 야기하지 않았다. 미세캡슐의 wall material조성으로서 DMSO에 용해될 수 있는 성분이 존재할 경우 core material을 용출시켜 다양한 core material의 분석에 응용할 수 있는 새로운 분석법이라고 할 수 있다. 확립된 분석법은 향후 미세캡슐화에 따른 고추올레오레진의 안정성 평가에 응용할 계획이다.

요 약

미세캡슐화된 고추올레오레진 capsaicin을 사용하여 core material인 올레오레진을 파괴하지 않고, wall material를 제거함으로써 올레오레진 중의 capsaicinoids 함량을 측정하는 방법을 확립하였다. 미세캡슐을 용해할 수 있는 용매로서 dimethyl sulfoxide(DMSO)를 선택하였으며, DMSO에 혼합되는 용매로서 탄수화물을 침전시킬 수 있으면서 올레오레진에 대하여 높은 용해성을 가진 용매인 에탄올을 wall material 침전에 이용하였다. Wall material은 DMSO사용량에 대한 미세캡슐의 사용량의 비율이 7.5~10%(w/v)범위에서 최적이었으며 DMSO사용량의 8배 이상의 에탄올을 첨가하였을 때 완벽한 추출이 되었다. 또한 동량의 에탄올을 사용하여 추출하였을 때 1회 추출 보다는 2회 반복추출이 완벽하게 capsaicinoids를 용해 할 수 있었다. 가

열처리조건은 55°C, 30분에서 DMSO가 wall materials를 용해시키기에 용이하였고 에탄올 첨가후 capsaicinoids를 추출하기 위한 vortexing time은 40 Hz에서 3분 이상의 혼합에서 일정한 값을 보여주었고, 원심분리조건은 21000 rpm의 회전속도에서 15분이상이 capsaicinoids함량에 최고치를 나타내었다. 확립된 방법은 고추올레오레진 미세캡슐의 제조 및 저장등의 capsaicinoids의 함량변화추정에 응용이 기대된다.

감사의 글

본연구는 1997년도 농림부 농림기술개발연구과제 연구비지원에 의하여 수행되었으므로 이에 감사하는 바입니다.

문헌

- Harkay-Vinkler, M. Storage experiments with the raw material of seasoning paprika with particular reference to the red pigment components. *Acta Alimentaria*. 3(3): 239-249 (1974)
- Peter, A., Czinkotai, B. and Hoschke, A. Factor affecting stability of colored substances in paprika powders. *J. Agric. Food Chem.* 40(3): 363-367 (1992)
- Suzukii, J.I., Tausig, F. and Morse, R.E. Some observation on red pepper. A new method the determination of pungency in red pepper. *Food Technology: February*, 100-104 (1957)
- Gonzalez, A.T. and Altamirano, C.W. A new method for the determination of capsicum fruits. *Journal of Food Science* 38: 342-345 (1973)
- Lee, C.H., Choi, E.H., Kim, H.S. and Lee, S.R. Storage stability and irradiation effect of red pepper power. *Korean J. Food Sci. Technol.* 9(3): 199-204 (1977)
- Kim, J.C. and Rhee, J.S. Studies on processing and analysis of red pepper seed oil. *Korean J. Food Sci. Technol.* 12(2):126-132 (1980)
- Dziedzak, J.D. Associate Ediror. Microencapsulation and encapsulated ingredients. *Food Technology April*: 136-154 (1988)
- Mutka, J.R. and Nelson, D.B. Preparation of encapsulated flavors with high flavor level. *Food Technology April*: 154-159 (1988)
- Sankarikutty, B., Spreekumar, M.M., Narayanan, C.S. and Matrew, A.G., Studies on microencapsulation of acardamon oil by spray drying technique. *Sci. Technol.* 25(6): 352-356 (1988)
- Song, S.H., Lee, H.J., Chang, S.J. and Woo, G.J. Microencapsulation of red pepper oleoresin. *Food and Biotechnology*. 2(2): 136-140(1993)
- Chiang, G.H. HPLC analysis of capsaicins and simultaneous determination of capsaicins and piperine by HPLC-ECD and UV. *Journal of Food Science*. 51(2): 499-503(1986)
- Attuquayefio, V.K. and Buckle, K.A. Rapid sample Preparation method for HPLC analysis of capsaicinoids in capsicum fruits and oleoresins. *J. Agric. Food Chem.* 35: 779-781(1987)
- Hatman, K.T. A papid gas-liquid chromatographic determination for capsaicin capsicum spices. *Journal of Food Science*. 35: 543-547 (1997)
- Todd Jr, P.H., Bensinger, M.G. and Biftu, T. Determination of pungency due to capsicum by gas-liquid chromatography. *Journal of Food Science*. 42(3): 660-665 (1977)
- Woodbury, J.E. Determination of capsicum pungency by high pressure liquid chromatography and spectrofluorometric detection. *J. Assoc. off. Anal. Chem.* 63(3): 556-558 (1980)
- Chae, S. K., Standard of Food Analysis, Gigu-moonwhasa, pp.403-404 (1998)
- Kim, C.S., Lee, G.H., Bae, J.S. and Oh, M.J. Studies on the stabilities of red pepper oleoresin. *J. Korean Soc. Food Nutr.* 16(3): 85-90 (1987)

(1999년 10월 27일 접수)