

근적외 분광분석법을 이용한 담배 중 전취발성염기 분석

김용옥* · 장기철 · 이철희 · 정한주
KT&G 중앙연구원
(2005년 11월 28일 접수)

Determination of Total Volatile Bases of Tobacco Using Near Infrared Spectroscopy

Yong-Ok Kim*, Gi-Chul Jang, Chul-Hee Lee and Han-Joo Chung
KT&G Central Research Institute
(Received November 28, 2005)

ABSTRACT : This study was carried out to develop calibration equation of total volatile bases of tobacco leaf using near infrared spectroscopy(NIRS). Burley, imported flue-cured and oriental leaf tobacco samples were collected in 2005 crop year. Calibration equation was developed by modified partial least square method. The standard error of calibration and R^2 between traditional analytical method and NIRS analytical method were 0.038%, 0.983 for burley and 0.027%, 0.986 for imported flue-cured and oriental leaf, respectively. The standard error of performance and R^2 between traditional analytical method and NIRS analytical method were 0.048%, 0.940 for burley and 0.024%, 0.986 for imported flue-cured and oriental leaf, respectively. From these results, the NIRS analytical method seems to be applicable in analyzing total volatile bases of tobacco.

Key Words : near infrared spectroscopy, total volatile bases, tobacco

근적외 분광분석법은 1960년대 초 Karl Norris 등이 농산물 성분 분석을 실용화시킨(Osborne and Fearn, 1986) 이후 급속히 발전하여 현재 여러 산업분야에서 사용되고 있다(Birth, 1987). 근적외 분광분석법은 시료준비가 간단하고, 분석시간이 1분 이내로 짧으며, 동시에 여러 성분을 분석할 수 있는 장점을 갖고 있는 반면, 분석결과가 기존 분석방법의 정확도에 영향을 받으며 검량식 작성에 사용된 시료와 분석 시료간의 연산, 지역, 등급이 다른 경우 근적외 분광분석법의 정확도가 낮아지는 단점이

있다(Birth, 1987; Shenk, 1991). 근적외 분광분석법으로 담배를 분석한 결과로는 수분, 전당, 니코틴, 전질소, 회분, 전취발성염기, 전분, 섬유소, 석유에텔추출물, 멘톨, PG, 글리세린, 무기성분, 트리야세틴, 무기성분 등이 있다(McClure, 1986). 국내에서는 황색종, 버어리종, 토스트엽 및 제품담배 각초종 전당, 니코틴, 전질소, 조회분, 에텔추출물, 염소, 색상 등을 분석하는 연구가 수행된 바 있으며(김용옥, 1995, 1998, 1999), 현재 원료공장 및 제조창에서 근적외 분광분석법으로 화학성분을 분석하여

*연락처 : 305-805 대전광역시 유성구 신성동 302 번지, KT&G 중앙연구원

*Corresponding author : KT&G Central Research Institute, 302 Shinseong-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-805, Korea

일담배 및 제품담배의 품질관리에 활용하고 있다.

담배중 전휘발성염기는(total volatile bases, TVB : 암모니아, 수종의 amide, 소량의 니코틴) 버어리종 담배의 연기품질을 측정할 수 있는 성분으로 알려져 있으며, 품질이 좋은 버어리종은 니코틴에 비해 전휘발성염기 함량이 낮은 것으로 알려져 있으나, 전휘발성염기 함량이 지나치게 낮으면 버어리종 특성이 부족한 것으로 보고된 바 있다(Akehrst, 1981). 근적외 분광분석법으로 담배의 전휘발성염기를 분석한 사례(Bense, 1983)를 살펴보면 파장 2230nm, 2180nm, 1982nm, 1445nm 에서 다중회귀 방법으로 검량식을 작성하고 시료를 분석하여, 기존 습식방법(Haselcy, 1951)으로 분석된 성적과 비교한 결과, 표준오차는 0.054%(전휘발성염기 함량 : 0.2~0.7%)인 것으로 나타났다.

본 연구에서는 근적외 분광분석법으로 버어리종, 외산 황색종 및 오리엔트종 엽중 전휘발성염기 분석을 위한 검량식을 작성한 다음, 근적외 분광분석법으로 시료를 분석한 후, 근적외 분광분석법에 의한 분석결과와 기존 습식분석법(김찬호, 1991)에 의한 분석결과 간의 표준오차가 기존 습식분석법의 허용오차 범위내에 있는지 확인하였다. 그리고 기존 습식분석법을 근적외 분광분석법으로 대체하여(기존 습식분석법 적용시 분석에 소요되는 시간, 노력 및 경비절감) 제조창 및 원료공장의 품질관리용으로 활용할 수 있는지를 검토하였다.

재료 및 방법

본 시험의 검량식 작성에 사용한 버어리종 시료는 버어리종 생산지에서 생산된 14 등급(상엽 1-3 등, 본엽 1-4 등, 중엽 1-4 등, 하엽 1-3 등) 105 점이었고, 외산엽 시료는 오리엔트(Basma I/III, III, 이즈미르, Bulgaria Samsun AG, Izmir CU, Basma AB, KBAB4K, KBAB4M, KPKP4M) 및 황색종(CKB40, CKXC4R, CKXB4R, INC2, CKB4R, CKXC40, INFS 86, INFS 46) 74점을 사용하였다. 검량식 확인시료는 검량식 작성에 사용되지 않은 버어리종 시료 47점, 외산엽 시료 36점을 사용하였다. 시료를 건조하지 않고 분쇄(Cyclotec sample mill 1093) 후 근적외분광기(NIRS, model

6500)의 1/4 rectangular cup에 채우고 파장 400-2500nm 범위에서의 확산반사 스펙트럼을 측정하였다. 시료 중의 전휘발성염기는(기존 습식분석법) 김 등(김찬호, 1991)의 방법으로 분석하고 수분 분석값을 토대로 하여 절대 건중으로 분석값을 환산하였다. 검량식은 근적외 스펙트럼중 파장대역 1008~2492nm을 사용하여 스펙트럼을 1차 미분(1st derivative)한 후, 기존 습식분석법으로 분석한 분석값을 사용하여 MPLS(modified partial least square) 방법으로 작성하였다(Infrasoft international, 1992).

작성된 검량식을 토대로 근적외 분광분석법으로 검량식 작성시료와 확인 시료의 전휘발성염기를 분석하여 기존 분석방법으로 분석된 결과와 표준오차, 결정계수, 기울기 및 bias로 근적외 분광분석법으로 얻은 측정값의 정확도를 검토하였다.

결과 및 고찰

검량식 작성에 사용된 국산 버어리종 14 등급의 근적외 분광분석값과 기존 습식 분석값 간의 차이를 비교한 결과는 Table 1과 같았다.

검량식 작성에 사용된 시료들의 기존 습식분석법에 의한 전휘발성염기 함량의 평균과 표준편차는

Table 1. The calibration data for total volatile bases derived from domestic burley tobacco

No of sample	TVB(%) ¹⁾		SEC ²⁾ (%)	R ² ³⁾
	Mean±SD	Tolerance		
105	1.087±0.365	0.05	0.038	0.983

- 1) results by traditional analytical method.
- 2) standard error of calibration between traditional analytical method and NIRS analytical method.
- 3) coefficient of determination between traditional analytical method and NIRS analytical method.

1.087%와 0.365%로 각각 나타났으며, 기존 습식 분석법에 의한 분석값과 근적외 분광분석법에 의한 분석값 간의 표준오차는 0.038%로 나타나 습식분석법의 허용오차(김찬호, 1991) 범위내에 있었고 Bense의 연구결과(Bense,1983)에 비해 양호한 결과를 보였으며, 결정계수가 0.983으로 나타나 정확도가 높은 것으로 나타났다.

작성된 국산 버어리종 검량식을 사용하여 검량식에 사용되지 않은 국산 버어리종 시료를 분석한 결과는 Table 2와 같았다.

검량식 작성에 사용되지 않는 시료의 기존 습식 분석법에 의한 전취발성염기 함량의 평균은 1.390%로 나타나 검량식 작성시료에 비해 다소 높았다. 기존 습식분석법에 의한 분석값과 근적외 분광분석법에 의한 분석값 간의 표준오차는 0.048%로 나타나 습식분석의 허용오차 범위내에 있고, 결정계수가 0.940, 기울기가 1.063, bias가 0.06으로 나타났다.

이상의 결과에서 근적외 분광분석법에 의한 분석

값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간에는 큰 차이가 없는 것으로 판단되어, 근적외 분광분석법으로 국산 버어리종의 전취발성염기 분석이 가능한 것으로 고찰되었다.

검량식 작성에 사용된 외산 황색종, 오리엔트종의 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간의 성적을 비교한 결과는 Table 3과 같았다.

검량식 작성에 사용된 시료들의 기존 습식분석법에 의한 전취발성염기 함량의 평균과 표준편차는 0.565%와 0.225%로 각각 나타나 버어리종에 비해 전취발성염기 함량이 낮았으며(Table 1 참조), 기존 습식분석법에 의한 분석값과 근적외 분광분석법에 의한 분석값 간의 표준오차는 0.027%로 나타나 습식분석의 허용오차 범위내에 있었고, Bense의 연구결과(Bense, 1983)에 비해 양호한 결과를 보였으며, 결정계수가 0.986 으로 나타나 정확도가 높은 것으로 나타났다.

Table 2. The prediction data for total volatile bases derived from domestic burley tobacco

No of sample	TVB(%) ¹⁾		SEP ²⁾ (%)	R ² ³⁾	Slope ⁴⁾	Bias ⁵⁾
	Mean	Tolerance				
47	1.390	0.05	0.048	0.940	1.063	0.06

1) results by traditional analytical method.

2) standard error of prediction between traditional analytical method and NIRS analytical method

3) 4) 5) coefficient of determination, slope and bias between traditional analytical method and NIRS analytical method.

Table 3. The calibration data for total volatile bases derived from imported flue-cured and oriental tobacco

No of sample	TVB(%) ¹⁾		SEC ²⁾ (%)	R ² ³⁾
	Mean±SD	Tolerance		
74	0.565±0.225	0.05	0.027	0.986

1) results by traditional analytical method.

2) standard error of calibration between traditional analytical method and NIRS analytical method.

3) coefficient of determination between traditional analytical method and NIRS analytical method.

Table 4. The prediction data for total volatile bases derived from imported flue-cured and oriental tobacco

No of sample	TVB(%) ¹⁾		SEP ²⁾ (%)	R ² ³⁾	Slope ⁴⁾	Bias ⁵⁾
	Mean	Tolerance				
36	0.573	0.05	0.024	0.986	0.975	0.021

1) results by traditional analytical method

2) standard error of prediction between traditional analytical method and NIRS analytical method

3) 4) 5) coefficient of determination, slope and bias between traditional analytical method and NIRS analytical method

작성된 외산 황색종과 오리엔트종의 검량식을 사용하여 검량식에 사용되지 않은 외산엽 시료를 분석한 결과는 Table 4와 같았다.

검량식 작성에 사용되지 않은 시료의 기존 습식 분석법에 의한 전휘발성염기 평균함량은 0.573%로 나타나 검량식 작성시료 평균값과 비슷하였다. 기존 습식분석법에 의한 분석값과 근적외 분광분석법에 의한 분석값 간의 표준오차는 0.024%로 나타나 습식분석법의 허용오차 범위 내에 있고 결정계수가 0.986, 기울기가 0.975, bias가 0.021으로 나타났다. 외산엽 황색종과 오리엔트종이 버어리종에 비해 습식분석법에 의한 결과와 근적외 분광분석법에 의한 분석값 간의 표준오차가 작아진 것은 절대함량의 차이에 기인된 것으로 생각된다.

이상의 결과로부터 황색종과 오리엔트종도 버어리종과 마찬가지로 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간에 큰 차이가 없는 것으로 판단되어 근적외 분광분석법을 이용하여 외산 황색종, 오리엔트종의 전휘발성염기 분석이 가능할 것으로 판단된다.

결 론

근적외 분광분석법으로 국산 버어리종 및 외산 황색종과 오리엔트종의 휘발성염기를 분석한 결과, 국산 버어리종은 검량식 작성에 사용된 시료의 함량이 1.087±0.365% 일때 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간의 표준오차가 0.038%로 기존 습식 분석법의 허용오차

범위 내에 있고, 결정계수가 0.983으로 정확도가 높은 검량식을 얻었다. 작성된 검량식을 사용하여 시료를 분석한 결과, 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간의 표준오차가 0.048%, 결정계수가 0.940으로 나타나 근적외 분광분석법으로 전휘발성염기 분석이 가능한 것으로 판단된다.

외산 황색종과 오리엔트종의 검량식 작성에 사용된 시료의 함량이 0.565±0.225% 일때 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간의 표준오차가 0.027%로 기존 습식분석법의 허용오차 범위내에 있고 결정계수가 0.986으로 정확도가 높은 검량식을 얻을 수 있었다. 작성된 검량식을 사용하여 시료를 분석한 결과, 근적외 분광분석법에 의한 분석값과 기존 습식분석법에 의한 분석값 간의 표준오차가 0.024%, 결정계수가 0.986으로 나타나 근적외 분광분석법으로 외산 황색종과 오리엔트종의 전휘발성염기 분석이 가능한 것으로 사료되었다.

이상의 결과에서 근적외 분광분석법으로 국산 버어리종, 외산 황색종 및 오리엔트종의 전휘발성염기를 분석하여 제조창 및 원료공장의 품질관리용으로 활용이 가능한 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- Akehurst B. C. (1981) Tobacco. p. 601. 2nd ed., Longman Groupe Limited, Harlow Essex, U.K.

- Bense, T. and C. Gastellu (1983) Estimation of total volatile bases in tobacco by near infrared reflectance spectrophotometry. *Tob. Sci.* 27: 92-94.
- Birth, G.S., I. Murry, R. H. William, H. Martens, W.F. McClure, P.C. Williams F.E. Barton II, B.G. Osborne, J.A. Panford, V. P. Krischenko, M. Iwamoto, S.G. Stevenson, R. Trachuk and K.H. Norris (1987) Near-infrared technology in the agricultural and food industries. p. 1-246. 1st ed., P.C. Williams and K.H. Norris Ed., Amer. Asso. of Cereal Chem., Minnesota, U.S.A.
- Haselcy, J. M. and W. R. Harian, et al. (1951) *Ind. Eng. Chem.* 43: p. 2323.
- Infrasoft international (1992) ISI 3 : Rutine operation, calibrations and network system management software for near infrared instrument. p. 1-145 1st ed., Infrasoft international, MD, U.S.A.
- McClure, W.F. and R.E. Williamson (1986) Status of near infrared technology in the tobacco industry. Proceeding of symposium of 40th TCRC, p. 3-53. Knoxville, TN, U.S.A.
- Osborne, B.G and T. Fearn (1986) Near infrared spectroscopy in food analysis. p. 1-182. 1st ed., B.G. Osborne and T Fearn Ed., Longman Scientific & Technical, Harlow Essex, U.K.
- Shenk, S.J. and M.O. Westerhaus (1991) Population structuring of near infrared and modified partial least squares regression. *Crop Sci.* 31: 1548-1555.
- 김찬호 등 (1991) 담배성분분석법. p. 103-106. 한국인삼연구초연연구소.
- 김용욱, 정한주, 백순옥, 김기환 (1995) 근적외선 분광법을 이용한 버어리 토스트엽의 화학성분 분석. *한국연초학회지* 17(2): 177-183.
- 김용욱, 이경구, 장기철, 김기환 (1998) 근적외 분광 분석법을 이용한 황색종 잎담배의 화학성분 분석. *한국연초학회지* 20(2): 183-190.
- 김용욱, 장기철, 이경구 (1999) 근적외 분광분석법을 이용한 버어리종 잎담배 화학성분 분석. *한국연초학회지* 21(1): 95-101.