

관능검사와 기기분석

Sensory Evaluation and Instrumental Analyses

구경형 | 안전유통연구단
Kyung-Hyung Ku | Safety, Distribution and Marketing Research Group

기술명

버터의 이취, 이미(off-flavor) 동정
저장 중 탈지분유의 향미 변화

원리 및 활용방안

버터의 이취, 이미(off-flavor) 동정

관능적 인지와 휘발성 화합물 사이의 특별한 연결 고리를 정착시키기 위한 정확한 3단계 접근법 (Fig. 1)이 치즈, 웨이 단백질, 제빵, 딸기 등 많은 식품에 적용되어 왔다(이런 접근법은 노동 집약적이지만 확실한 연결고리를 확립한다). 특별한 향미가 목표가 될 때(예를 들면 체다 치즈에 호두 향미) 한 개나 또는 몇 개의 화합물이 특정 향미와 관련이 있을 때 진행되었다.

최근 상업적으로 생산된 버터가 이취 때문에 리

콜을 하고 있다. 품질 테스트에서 버터의 조성은 차이가 없으며 원료 우유에는 이취가 있다고 했다. 본 연구의 목표는 버터의 이미와 이취를 나타내는 화합물을 증명하는 것으로 3단계의 접근법을 사용했다.

재료 및 방법

버터: 상업용 버터 두 개(22 kg)
2개월 이상 경과된 것과 신선한 버터(무염, 지방 함량 80.5±0.23%)

고도로 훈련된 패널원 7명

각 패널원은 spectrum descriptive sensory 방법을 사용해서 350시간 이상 훈련을 받음. 유제품의 묘사 분석에 넓은 범위로 경험을 갖고 있음.

훈련된 패널들에 의해 Table 1과 같이 버터에 관한 관능 용어를 정의하였다. 이때 버터는 뚜껑이 있고 3자리 코드화된 시료 컵이 제공되었으며 온

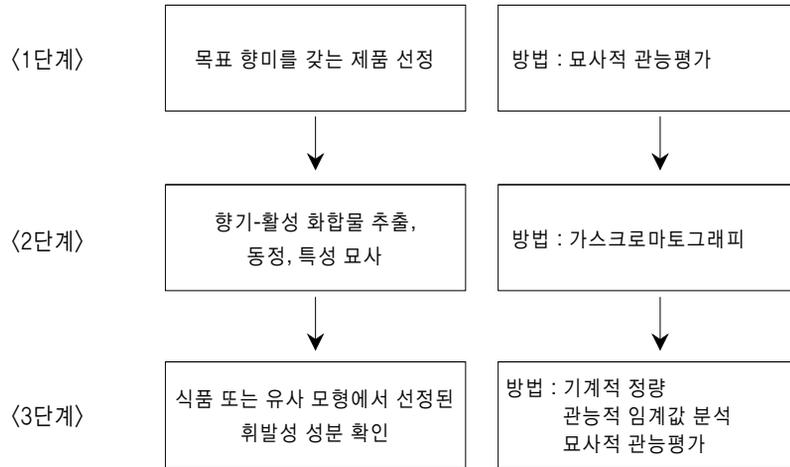


Fig. 1. Three-step approach for establishing precise links between sensory and instrumental analyses (Drake MA *et al.*, CRC Taylor & Fransis, chapter two, 23-53, 2007)

도는 15℃로 하였다. 시료는 각 패널이 사용하는 컴퓨터로 두 번씩 평가하였고(Compusense 5 v 4.6, compusense, Guelph, Canada) 데이터는 SAS statistical analysis software, version 9.1, SAS institute, Cary, NC로 ANOVA 로 분석하였다.

시약

Ethyl ether(anhydrous, 99.8%), sodium chloride

(99%), Sodium chloride(99%), sodium sulfate(99%), 2-methyl-3-heptanone, 2-methyl pentanoic acid (internal standards for neutral/basic fraction, acidic fraction), Aldrich Chemical Company(St. Louis, MO).

향 화합물

Aldrich chemical Co., Aldrich Chemical Co., Lancaster에서 구입 Sodium bicarbonate(99.7%, w/w)

Table 1. Descriptive Sensory Language for Butter

Descriptor	Definition
Diacetyl/cultured	Aromatic associated with diacetyl
Milkfat/lactone	Aromatic characteristic of milk fat and coconut
Cooked/nutty	Aromatic associated with cooked milk and canned corn
Refrigerator/stale	Aroma characteristic of refrigerator with old food left in it, not one specific flavor but generally suggestive of a lack of freshness
Fatty/frier oil	Aromatic characteristic of stale fats and old frier oils
Salty taste	Basic taste associated with salts, such as sodium chloride

(Drake MA *et al.*, CRC Taylor & Fransis, chapter two, 23-53, 2007)

와 hydrochloric acid(36.5%, w/w)는 Fisher Science Co(Pittsburgh, PA)

직접용매 추출

-80℃에서 보관한 신선한 버터 80 g을 세절한 후 4개 테프론 병(용량 250 ml)에 나누어 넣은 후 ethyl ether(80 ml)와 내부 표준물질(methanol 5 ml 에 50 µl의 2-methyl-3-hepanone과 50 µl 2-methyl pentanoic acid가 있는 것)을 각 용기에 첨가한다. 이 혼합물을 30분 동안 Roto 믹스(Thermolyne, type 50800: Dubuque, IA)로 고속에서 혼합한 후 용매 부분을 분리하기 위해서 10분 동안 원심 분리한다. 분리된 것은 유리병에 모으고 50 ml ethyl ether로 두 번 반복하며 분리된 용매는 -20℃에서 하룻밤 방치시킨다.

Solvent Assisted Flavor Evaporation

버터에서 추출된 휘발성 물질은 SAFE를 사용해서 증류시킨다(Ace Galssware; vineland, NJ). SAFE 장치는 받는 튜브와 폐기 튜브로 연결되어 있고, 유리 용기는 일반적인 펌프와 디퓨전 펌프로 연결되어 진공으로 되어 있고, 받는 튜브와 폐기 튜브는 항상 액화 질소를 함유한 분리된 Dewar 플라스크로 되어 있다. 증류는 진공 상태에서 2시간 동안 한다. 이때 SAFE 장치는 50℃ 순환 항온조에서 유지하고 증류 후 질소 가스 20 ml로 농축한 후 3 ml sodium bicarbonate(0.5 M)로 2차례 세척하고 잘 혼합시킨다. 이 과정에서 추출물의 pH가 11로 되는데, 중성·염기성 화합물이 산성 화합물과 분리된다. 이 추출물은 다른 잔여 수분으로 제거하기 위하여 다시 포화된 sodium chloride 용액 2 ml로 3차례 세척하여 중성·염기성 부분인 위층(ether)을 피

펫을 사용해서 모은다. 위층(중성·염기성) 추출액은 무수 sodium sulfate로 건조시키고 질소 가스 하에 0.5 ml로 농축하고, 산성 휘발성 물질은 세척 단계를 거친 추출액의 아래층을 hydrochloric acid (18%) pH 2~2.5로 산성화된 것을 회수한다. 산성화된 추출액은 질소 가스 0.5 ml로 농축하기 전에 무수 sodium sulfate로 건조한다.

Gas Chromatography-Olfactometry(GC-O)와 Aroma-Extract Dilution Analysis(AEDA)

정량적 GC-O 기술, aroma-extract dilution 분석은 버터 향미를 나타내는 향 활성 화합물을 증명하는데 사용하였다. AEDA는 FDI, sniffing port가 장착된 HP 5890 가스크로마토그래프로 수행을 하였다. 중성·염기성 및 산성 분획 2 µl를 극성 capillary 컬럼(DB-WAX 30 m 길이 × 0.25 mm 내경 × 0.25 µm film thickness, J&W Scientific, Folson, CA)과 비극성 컬럼(DB-5MS 30 m 길이 × 0.25 mm ID × 0.25 µm d; J&W Scientific, Folson, CA), 컬럼 effluent는 비활성화된 fused 실리카 캐필러리(1m length × 0.25 mm ID) FID와 sniffing port 사이에 split 1:1로 주입시켰다. 이때 GC 오븐 온도는 40~200℃로 10℃/min, 초기 3분을 유지하고 분석 후 20분을 유지하였다. FID와 sniffing port는 250℃를 유지하고 humidified 공기로 30 ml/min을 공급하였다. 추출액은 diethyl ether로 1/3(v/v) 비율로 stepwise로 하였고 GC-O로 50시간 이상 훈련된 관능검사 요원이 AEDA를 실시하였다. 회석 과정은 sniffer(관능검사 요원)들이 냄새를 감지하지 않을 때까지 하였다. 최적의 회석률은 log₃ flavor dilution(FD) factor로 표시하였다.

Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC–MS)

GC-MS 분석은 5973 N mass-selective 검출기가 있는 Agilent 6890을 사용하였다. 분리는 fused silica capillary column(DB-5MS 30 m length × 0.25 mm ID × 0.25 μm df; J&W Scientific, Folsom, CA)으로 하였고, 헬륨 가스를 이동 가스로 1 ml/min으로 하였다. 오븐 온도는 35~200°C로 5°C/min, 초기와 마지막 머무는 시간은 각각 3분과 24분으로 하였다. MSD 상태는 MS transfer line heater 250°C, MS Quad, 150°C, MS source 250°C; ionization energy, 70 eV; mass range, m/z 50-300; scan rate, 5 scan/sec. 각 추출액 1 μl를 splitless 모드로 주입하고 injector는 250°C에서 1분간 하였다. 각 시료는 두 번 분석을 하였고 MS 결과는 각 성분의 상대적인 농도로 계산하였다. 면적 비율(내부 표준물질의 면적·화합물의 면적 비율)은 내부 표준물질과 성분의 상대적인 양을 결정하기 위해 사용하였다. 동정을 위해서는 머무름시간(RI), mass spectra, 미지의 냄새 특성은 이상적인 상태 하에 입증된 표준 성분과 비교하였다. 동정은 National Institute of Standards and Technology(NIST05), RI 값의 비교, mass spectra 데이터에 미지 화합물의 mass spectra를 비교하였다. Retention 인덱스 계산은 n-alkane 시리즈를 사용하였다.

Benzyl Methyl Sulfide 임계값 결정

Benzyl methyl sulfide(BMS)의 최적 평가 임계값은 E679-79(ASTM, 1992)의 forced-choice method를 이용하여 결정하였다. BMS 임계값은 식물성 기름에서 orthonasally하게 결정된다. BMS의 stock solution은 메탄올로 준비하고 이들 stock solution

은 식물성 기름에 이들 용액을 순차적으로(3개 요인) 희석시켜 플라스틱 컵에 넣는다. 패널(n=25)에게 메탄올만 함유된 두 개의 식물성 기름을 블랭크로 하고, 4.3, 12.9, 38.8, 116.3, 348.8, 1046.5 와 3139.4 ppb 농도가 첨가된 시료를 제시한다. 각 시리즈는 무작위한 순서로 제시하여 평가하게 하였다. 목적은 시험에 앞서 짧게 설명한 후 제시된 컵을 열고 각 시리즈에 각 컵의 headspace에 짧게 냄새를 맡게 하여 평가하게 하였다. 패널원은 한 개의 세트 사이에 1분간 휴식을 하고 컵 사이에 그들의 후각이 다시 회복되었는지 확인한 후 실험을 다시 하게 하였다. 각 개인의 최적 임계값 평가는 평균으로 계산한다.

버터 모델의 관능 평가

버터 모델은 상업용 무염 버터(지역 잡화점에서 구매한 것)를 사용해서 준비하는데 이때 묘사 분석에서 결정된 이취가 없는 것을 사용한다. BMS stock solution은 95% 에탄올로 준비하고 2, 20, 150, 300, 600 ppb의 농도로 준비하는데 이 농도는 버터에서 이취를 감지할 수 있는 범위의 농도이다. 버터를 45°C로 녹이고 깨끗한 일회용 마이크로피펫으로 stock solution을 첨가한 후 버터 모델을 3분간 잘 저은 다음 시료 컵에 15 g을 넣고 5°C에서 24시간 평형이 되게 한다. 이렇게 준비된 버터 모델은 향과 향미를 평가하고 묘사 분석에 사용한다.

Solid Phase Microextraction을 이용한 버터의 BMS 정량

버터 10 g을 screw cap과 테프론 실리카 septa의 세척한 40 ml 갈색 바이오텔에 넣는다. 마그네틱 바(8 mm OD × 13 m length, Fisher, Pittsburgh, PA)

를 넣고, 80°C에서 15분간 평형이 되도록 교반을 한다(Reacti-Therm™, Pierce Biotechnology, Inc., Rockford, IL). 휘발성 향기 성분은 2 cm-50/30 μm divinylbenzenc/carboxen/polydimethylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) stable flex SPME fiber(Supelco, Bellefonte, PA)로 4 cm 깊이에서 60분 동안 80°C에서 시료의 headspace에서 추출한다. Iber는 270°C SPME inlet liner가 장착된 injection port에서 10분간 탈착시키고, 분리되는 fused silica capillary 컬럼(RTx-5 30 cm length \times 0.25 mm ID \times 0.25 μm df, Restek, Bellefonte, PA)으로 한다. 헬륨 가스는 1 ml/min의 constant flow, 오븐 온도 40~200°C; 5°C/min, 최종과 마지막 유지 시간은 각각 5분과 13분으로 하였다. MSD 조건은 transfer line 120°C, manifold 80°C, ion trap 150°C, mass range 35~350 m/z, EM voltage 2135V; scan/sec=1이었고, 버터에 BMS 농도 결정을 위해 표준 곡선을 만들 때 0, 125.6, 251.2, 502.4와 1204.6 ppb를 버터에 첨가하여 두 번씩 실험을 실시하였다.

결과

버터의 이취는 훈련된 관능 패널에 의해 탄(burnt)·고무(rubbery)·유황(sulfurous)으로써 묘사하였는데(Fig. 2), 이취가 있는 버터에 다른 향미와 맛은 대조구나 표준 버터와 크게 다르지 않았다. 관능 용어로 사용하는 관능 프로파일은 잘 이해되도록 표현될 수 있어야 하는데(Table 1), 이는 이취(off-flavor)의 동정을 위한 확실한 방법을 제공하기 때문이다. 이들 이취를 나타내는 화합물의 규명은 이취의 원인을 확인할 뿐 아니라 훈련된 패널이 이취의 규모를 인지할 수 있어야 한다.

GC-O와 AEDA 결과 대조구와 이취가 있는 버터 사이의 차이와 버터의 유리지방산에서 lactone까지 향미 활성 화합물을 나열하여 특성까지 나타내었다(Table 2). 이들 화합물 중 이전의 연구에서 밝혀졌던 향기 성분 이외에 burnt(탄), 고무(rubbery) 향미를 갖는 화합물의 경우 이취가 있는 버터의 중성·염기성 분석에 BMS로 확인할 수 있었다.

이취 향미가 있는 버터에서 \log_3 FD 3.0을 나타

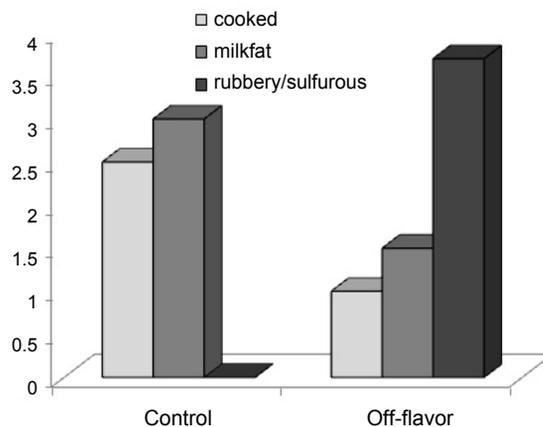


Fig. 2. Sensory profile of butters (Drake MA *et al.*, CRC Taylor & Fransis, chapter two, 23–53, 2007)

Table 2. Aroma active compounds of butter

NO	Compound	Fraction	Butter control Mean Intensity	Butter off FD ^c factor	Odor ^a	RI ^b	
						DB-5	DB-wax
1	Unknown	NB	1,50		Garbage sweet	698	999
2	(Z)-2-Penten-1-ol	NB	1,00	3,50	Spicy sweet solvent	766	1120
3	Isobutyl acetate	NB	1,00		Sweet	776	1014
4	Dimethyl disulfide	NB		1,50	Onion weedy	770	1063
5	Unknown	NB	1,25	2,00	Sweet solvent plastic bottle	789	1111
6	Butyl acetate	NB	1,00		Fruity	831	
7	Unknown	NB	2,00	3,00	Potato skunk	835	1170
8	Isopropyl butanoate	NB	2,25	1,00	Furury bubblegum sweet solvent	844	1195
9	Ethyl 3-methylbutanoate	NB	2,25	3,00	Spicy solvent sweet fruity	864	
10	Methylfuranthiol	NB	2,00	3,00	Rottenoilsulfur	868	
11	Heptanal	NB	2,00	2,00	Fatty	907	
12	Methanal	NB	1,33	2,00	Potato skunk	923	
13	α -pinene	NB	1,50	0,50	Urine mint	935	1029
14	Dimethyl trisulfide	NB	2,00	3,00	Garlic cabbage sulfur	978	1383
15	(z)1,5-octadien-3-One	NB	2,00	1,88	Metallic earthy mushroom	983	1271
16	Unknown	NB	2,00	3,00	Citrusweetfruity	1009	1352
17	D-limonene	NB	1,00		Sweet musty citrus	1037	
18	2-Nonanone	NB	3,50		Dusty musty geranium earthy	1094	
19	Nonanal	NB	4,00	2,63	Doughty fatty earthy	1107	1389
20	Unknown	NB	2,00	2,50	Citruschemical	1113	
21	(E,Z)-2,6-Nonaldienol	NB	2,75		Sweet cucumber	1171	
22	benzyl methyl sulfide	NB		3,00	Sulfur rubber	1189	1590
23	Unknown	NB	2,00		Mint cilantro	1198	
24	(E,E)-2,4-decadienal	NB	3,00		Fatty	1316	
25	R- δ -Decalactone	NB	3,00	3,00	Coconut butter fatty sweet cream	1438	2209
26	Unknown	NB	1,00		Dusty solvent cleanser	1502	
27	δ -Decalactone	NB	2,25	2,00	Sweet waxy pecan coconut	1530	2213
28	Unknown	NB	4,00	3,50	Coconut	1567	
29	Unknown	NB	3,00		Coconut	1592	
30	δ -Undecalactone	NB	1,00	2,00	Waxy peach sweaty	1617	
31	(Z)-whiskey lactone	NB	3,00	1,00	Fresh cream burnt sulfur	1645	1988
32	γ -Dodecalactone	NB	1,00	2,00	Coconutpeach	1692	
33	δ -Dodecalactone	NB	3,00	2,00	Butterfatty sweet cream peach	1767	
34	Unknown	AC	2,00	2,00	Acidic sweet banana coconut	919	1095
35	Heptanone	AC	1,50	3,50	Spicy sweaty skunky acidic	903	1189
36	Trimethylthiazole	AC	2,50	1,50	Potato fatty musty dusty		1379
37	Proanoic acid	AC	2,50		Sweet swiss	668	1489
38	Isobutyric acid	AC	3,00	2,50	Butylic sweaty cheesy	1227	1541
39	Butyric acid	AC	3,00	3,50	Sweaty cheesy fruity fecal	838	1593
40	Isovaleric acid	AC	3,50	4,00	Sweaty cheesy fruity apricots	872	1696
41	Hexanoic acid	AC	2,00	1,00	Waxy sweaty cheesy	1004	1814
42	Pantolactone	AC	2,00		Sweet burnt sugar		2013
43	Octanoic acid	AC		1,00	Cheesy	1272	2082
44	γ -Decalactone	AC	2,00	2,50	Brothy oxidized lotion		2104

^aOdor description at the GC-sniffing port.

^bRetention indices were calculated from GCO data.

^cMean intensities (n=2) and flavor dilution factors (log 3) were determined on a DB-5 column for NB compounds and on a DB-Wax column for AC compounds

(Drake MA, Civille GV, Compr Rev Food Sci, 2(1), 33-40, 2003; Drake MA *et al.*, ACS Publishing, Washington, D.C., chap. X, in press, 2006)

낸 반면, 대조구 시료에서는 나타나지 않았던 성분이 Mass spectral 분석결과 BMS(benzyl methyl sulfide) 화합물로 확인되었다. 이 결과는 버터 이취의 원인이 BMS라는 증거는 제공하였지만, GC-O 데이터는 정량적이지 않고 분리한 그 향이 버터 향미에 이취를 항상 나타내는 것은 아니었다. 그러므로 버터 이취 향미의 원인으로 BMS를 확신하기 위해서는 부가적인 관능검사와 기계분석이 필요하였다.

Orthonasal 임계값 분석 결과 BMS의 BET(best estimate values of threshold)가 177 ± 98 ppb라는 것이 밝혀졌으며, 버터와 가장 유사한 기름 모형으로 BMS의 BET 농도는 354 ± 60 ppb, RSD(상대적인 표준 편차) 17%로 계산되었다. 실제 이취 향미가 있는 버터의 BMS 농도는 관능적 임계값 이상의 범위이다. 최종 단계로 이취 향미가 있는 버터에서 관능적으로 느낄 수 있는 농도 범위의 화합물을 첨가하여 이취 향미가 있는 버터에 유사한 향미라는 결과를 밝혀냈다(Fig. 3). 대조구 버터에 BMS 첨가를 할 경우 탄 고무 향과 향미를 내는데 이는 이취 향미를 갖는 버터의 향미와 비슷하였다. 즉 이 결

과는 전반적으로 BMS가 이취 향미의 원인이라는 증거이다.

다음 단계는 버터에 BMS의 원인을 규명하는 것이다(예, 액상 우유 또는 저장과 관련된 것). 향미 원인의 규명은 단순하지 않은데 향미는 한 가지 화합물이 원인일 수도 있고 GC-O에 의한 개별 화합물의 향이거나 제품에 나타나는 향을 나타내지 않을 수도 있기 때문이다. 이 경우 훨씬 집약적인 분석이 필요하고, 이들 분석은 odor activity values를 계산하거나 집약적인 관능 모델이 첨가되고 추가적인 연구가 필요하다. 냄새활성가(odor activity value, OAV)란 특정 화합물의 관능적인 냄새 임계값의 농도 비율을 나타내는데 OAV는 식품에서 특정 화합물 농도와 관능적 임계값이 동시에 고려될 수 있어서 그 식품의 향미에 중요한 역할을 하는 화합물의 정보를 알 수가 있다. n-1 또는 omission 연구라 부르는 addition and subtraction 연구는 각 단계 후의 식품 또는 모델 모형에 화합물을 연속적으로 첨가하거나 빼면서 관능평가를 하는 방법이다. 이 방법은 딸기 주스와 분유 등 복합적인 향미에 주요 화합

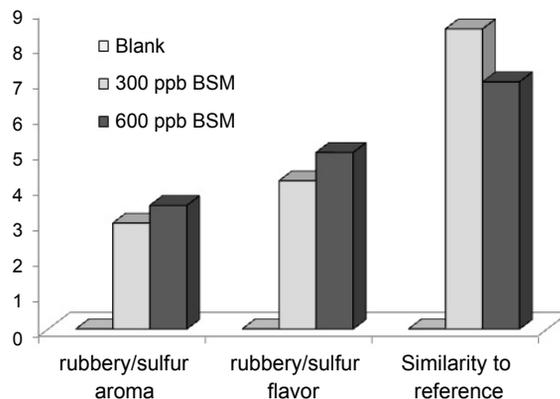


Fig. 3. Intensity of rubbery or sulfur aroma and flavor and overall similarity of butters spiked with BMS to off-flavored butter (Drake MA *et al.*, ACS Publishing, Washington, D.C., chap. X, in press, 2006)

물을 알기 위해 사용되었던 방법이다. Table 3은 저온 가열 탈지분유의 주요 성분의 n-1 모델 시스템으로 탈지분유의 향미에 영향을 주는 향기 성분을 짐작할 수 있다. 한편 이취 향미를 규명하는 경우 직접 식품에 그 화합물을 첨가하기도 하지만, 모델 시스템을 만들어 실험을 하기도 하는데 Table 3과 같이 그 모델 모형에 따라 관능적 임계값의 차이가 크므로 모델 모형 선택을 신중하게 해야 한다.

저장 중 탈지분유의 향미 변화

신선한 탈지분유는 액상 탈지 우유를 생각나게 하는 부드럽고 자극성이 없는 향미를 가지고 있는데, 탈지분유의 유통기간은 저장 조건에 따라 6~36개월까지 다양하다. 탈지분유 향미의 특징, 향미 안전성은 소비자 기호도와 관련이 있고 향미 변화와 관련된 주요 화합물의 규명은 탈지분유 향미 품질

을 평가할 경우 신속한 기계 분석을 위하여 대단히 중요하다. 이 연구의 목적은 저장 시간에 따른 탈지분유의 변화를 분석하기 위하여 보다 신속한 기계적 휘발성 물질 분석의 효율성을 평가하기 위하여 수행되었다. 탈지분유의 묘사 분석과 휘발성 물질 추출은 solid-phase microextraction(SPME)을 사용하였다.

재료 및 방법

탈지분유

저온 살균 탈지분유는 22 kg으로 포장 된 것으로 생산된 지 3주 이내 미국 서부 지역의 6개 산업시설에서 제공 받았다. 제공 받은 탈지분유는 21°C, RH 60%의 어두운 곳에 저장을 하였고 시료 채취 시 포장을 열고 노출된 표면의 윗부분에서 500 g 취하여 분석을 위해 사용하였다.

Table 3. Average aroma similarity scores of skim milk powder models with one compound removed to fresh skim milk powder and best estimate values(BET) for selected compounds in water and in fluid skim milk

n-1 model	Average similarity	Odorant	BET(ug/L)	
			In water	In skim milk
Complete	9.0a	-	-	-
Furaneol	7.9a	Furaneol	39±24	575±45
Butanoic acid	6.5cd	Butanoic acid	1274±62	3090±10
Methional	6.8c	Methional	0.4±0.08	5±9
o-aminoacetophene	8.8a	o-aminoacetophene	0.3±0.09	84±33
δ-Decalactone	8.0b	δ-Decalactone	30±10	603±11
Vanillin	6.0d	Vanillin	64±47	7413±14
Hexanoic acid	6.8cd	Hexanoic acid	36±8	1273±11
2-Acetyl-2-thiazoline	6.5c	2-Acetyl-2-thiazoline	1±0.2	2±1
Octanoic acid	7.8b	Octanoic acid	1405±470	44668±15
γ-Dodecalactone	7.5b	γ-Dodecalactone	5±3	933±8
(E,E)-2,4-decdienal	7.5b	(E,E)-2,4-decdienal	0.2±0.09	1±2
Maltol	6.8c	Maltol	210±50	16596±16
Dimethylsulfide	6.9c	Dimethylsulfide	3±2	8±3

(Karagul-Yuceer Y *et al.*, J Sensory stud, **19**, 1-14, 2004)

묘사 분석

제품은 재 건조하고 선행 연구에 의해 도출된 Table 4의 용어에 의해 묘사 분석을 실시하였다. 탈지분유를 증류수로 고형분 함량이 10%가 되도록 제조한 후 이 용액 30 ml를 2 oz 컵에 담은 후 3 digit 코드를 붙여 관능검사를 실시하였다. 이때 시료의 온도는 12℃로 하였고 6명의 훈련된 패널원(5명 여자, 1명 남자)들이 두 번씩 Spectrum™ 묘사 분석

방법으로 실시하였다. 각 패널 요원은 묘사 용어를 구별할 수 있도록 건조 유제품을 대상으로 50시간 이상 묘사분석 훈련이 된 패널이었다.

Solid-Phase Microextraction(SPME)

탈지분유는 증류수로 10% 고형분 함량이 되도록 제조한 후 100 ml를 미리 세척하여 둔 광구병 (250 ml, Fisher, Pittsburgh, PS)에 넣고 2.5 µl 내부

Table 4. Descriptive sensory language for fluid milk and rehydrated SMP

Descriptor	Definition	Reference	Preparation
Cooked/ sulfurous	Aromatic associated with cooked milk	Heated milk	Heat pasteurized skim milk to 85°C for 45 min
Sweet aromatic/ cake mix	Sweet aromatic associated with dairy products	Pillsbury white cake mix	Dilute 5 mg of vanillin in skim milk
Cardboard/ wet brown paper	Aromatic associated with cardboard	Wet brown paper or cardboard	Soak 2 cm square of brown paper bag or cardboard in warm water for 30 min
Fatty/fried	Aromatic associated with stale oils or old frier oil	2,4decadienal	1p ppb in skim milk
Vitamin	Aromatic associated with vitamin supplement or rubber	Enfamil-liquid polyvisol vitamins	
Free fatty acid	Aromatic associated with free fatty acids	Feta cheese or butyric acid	Crumbled feta cheese or 20 ppm butyric acid in skim milk
Metallic/ serum-like	Aromatic associated with rare steak juice	Rare steak juice	
Sweet taste	Basic taste associated with sugars	Sucrose	5% Sucrose solution
Salty	Basic taste associated with salts	NaCl	2% NaCl solution
Sour	Basic taste associated with acids	Citric acid	1% Citric acid solution
Bitter	Basic taste associated with various compounds	Caffeine	0.5% caffeine solution
Astringent	Drying or puckering of oral tissues	Tea	Soak 6 tea bags in water for 10 min

(Drake MA *et al.*, J Sensory Stud, **18**, 199-216, 2003)

표준물질(9.07 ppm 2-methyl-3-heptanonol)을 첨가하였다. 시료(20 g)는 미리 세척한 뚜껑이 있는 40 ml 갈색병(Supelco, Bellefonte, PA)에 넣고 마그네틱 바(8 mm OD × 13 mm)와 sodium chloride(1 g)를 넣은 후 heating/stirring module(Reacti-Therm TM, Pierce Biotechnology, Inc., Rockford, IL)을 넣고 40°C에서 30분간 평형이 되도록 하였다. 휘발성 냄새 물질은 2 cm-50/30 μ m divinylbenzen/carboxen polydimethylsiloxane(DVB/CAR/PDMS) StabelFlex SPME fiber로 추출하였다.

시료 냄새를 흡착시킨 fiber는 Varian CP-3380GC/Saturn 2000 ion-trap-mass selective detector(Varian Inc., Palo Alto, CA) 250°C에서 5분간 탈착시켰다. 분리는 fused-silica capillary column(Rtx-5 30 m length × 0.25 mm ID × 0.25 μ m df; Restek, Bellefonte, PA), 헬륨가스 1 ml/min, 오븐 온도 40~250°C, 8°C/min, 초기와 최종 머무름 시간은 각각 5분으로 하였다. MSD 조건은 transfer line 120°C,

manifold 80°C, ion trap 150°C, mass range 35~350 m/z, EM voltage 2135 V; scan/sec=1. 각 시료 분석은 3차례 하였고 휘발성 물질의 동정은 NIST05 mass spectral library로 하였다. 휘발성 화합물은 제조 직후의 탈지분유와 30개월 저장한 탈지분유의 크로마토그램을 비교하여 선정하였다.

통계 분석

주 요인분석은 관능검사와 기계적 분석결과와 상관관계를 SAS 통계프로그램으로 분석하였다.

결과

탈지분유는 관능검사와 기계적 휘발성 물질 분석에 의해 차이가 있었다(Fig. 4). 관능검사에 의해 30개월 저장한 탈지분유와 9개월 저장한 시료는 대조구나 신선한 탈지분유와 대부분 거리가 멀리 떨어져 있었다. 오래된 탈지분유는 종이(cardboard)

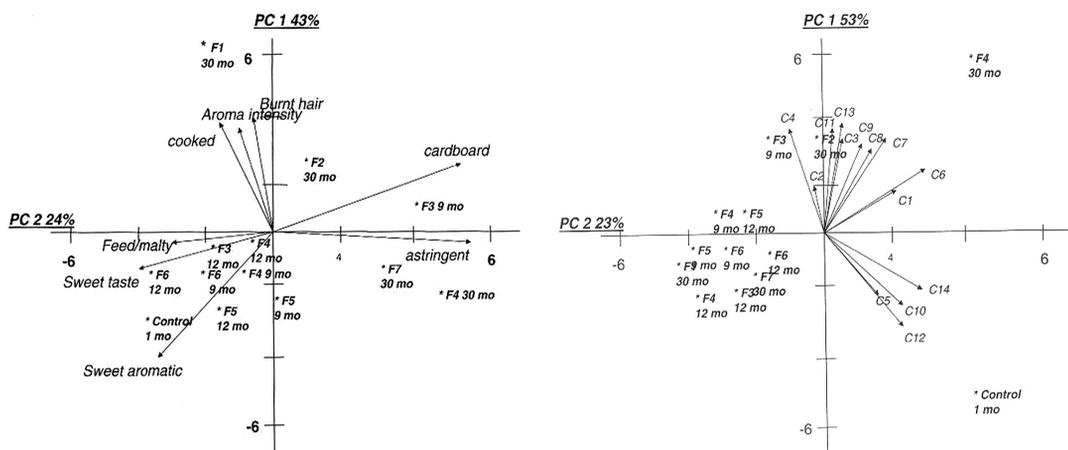


Fig. 4. Principle component biplot of sensory analysis and instrumental profiles of SMP from various facilities stored for various times. Attributes and compounds are overlaid as vectors (Karagul-Yuceer Y *et al.*, J Agric Food Chem, **49**, 2948–2953, 2001; Drake MA *et al.*, ACS Publishing, Washington, D.C., chap. X, in press, 2006)

냄새와 자극적인(astringency) 냄새가 있었고 오래된 탈지분유(9개월 또는 12개월 저장 시료)는 향미 변화가 종이 냄새보다는 신선한 향미(단향, 단맛 등)가 감소하였다. 30개월 저장한 탈지분유(F1)의 경우 Fig. 3에서 다른 시료와는 상당히 떨어져 있는데 강한 황화합물 냄새(계란 냄새), 과도하게 조리된 향미, 머리카락 타는 냄새가 약간 있었다. 한편 탈지분유의 기계적인 분석에 의해서도 차이가 있어 신선한 탈지분유(control)와 오래된 탈지분유와 거리상 멀리 분포되어 있었다. 휘발성 화합물의 경우 오래된 탈지분유는 상대적으로 알데하이드류가 증가하고 maltol 함량이 감소하였다.

결론

기계적인 분석과 관능검사 사이에 확실한 관계를 정착시키기 위하여 보다 정밀한 기계적 분석과 과학적인 접근 방법에 의한 관능검사가 필요하다. 즉 노동 집약적이고 체계적인 접근 방법이 이 두 분석 방법을 확실하게 정립하는데 최적의 방법이라고 여겨진다. 때로는 정확성은 떨어지지만 GC-O, 임계값, 모델시스템 시험 없이 개별로 이루어지기는 하지만 소비자 기호도와 구매로 직결되기 때문에 과학적인 뒷받침이 되는 관능검사와 기계적 분석이 지속적으로 연구되어야 한다.

기대효과

식품의 향미는 소비자 선택에 중요한 역할을 하고 결국 마케팅의 중요한 요소이다. 향미는 관능적인 감각 인지와 휘발성 성분과 연관되어 있다고 볼

수 있다. 소비자와 직결된 향미는 휘발성 화합물과 관능적 특성을 확실하게 확립할 때 향미를 이해할 수 있고, 식품 제조 시 향미와 관련된 정보를 얻어 식품 제조 시 응용을 할 수 있다. 묘사적 관능검사와 기기분석에 의한 휘발성 화합물 추출과 동정 기술을 자세히 보고 하였는데, 묘사적 관능검사와 향미 화학(기기분석) 연구와는 반드시 함께 연구해야 할 영역이라 여겨진다. 묘사적 관능검사는 훈련된 패널원으로 구성되고 이들 패널원이 하나의 기계화되어 제품의 관능적 특성을 묘사한다. 즉 관능 패널은 넓은 범위의 훈련을 받아 강력하고 예민하며 의미 있는 결과를 내기 위해 표준화된다. 이에 반해 향미화학에서 추구하는 기기분석은 적절한 휘발성 화합물 추출 방법 선별, 단일 및 혼합 기술의 선별, 정확한 검출과 정량을 위한 검출기 등이 필요하다. 예를 들어 가스 크로마토그래피-olfactometry (GC-O 또는 GC-sniffing)는 일반적으로 주요 향미화합물을 동정하기 위해 필요한 장비라고 할 수 있다.

관능검사와 분석 데이터를 연결시키는 접근 방법은 3단계로 다음과 같다.

- (1) 묘사적 관능검사에 이용하는 목표 향미나 제품 선택
- (2) 기계적 휘발성 향기 분석
- (3) 정량적, 임계값과 묘사적 관능검사를 사용한 주요 향-활성 휘발성 화합물의 확인

● 참고문헌 ●

1. Drake MA, Miracle RE, Caudle AD, Cadwallader KR, Sensory-Directed Flavor Analysis, CRC Taylor

- & Fransis, chapter two, 23-53, 2007
2. Avsar YK, Karagul-Yucceer Y, Drake MA, Singh T, Yoon Y, Cadwallader KR, Characterization of nutty flavor in Cheddar cheese, *J Dairy Sci*, **87**, 1999-2010, 2004
 3. ASTM, Standard practice for determination of odor and taste thresholds by a forced-choice method of limits, E-679-91. In Annual book of Standards, Vol. 15.07. American society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 35-39, 1992
 4. Drake MA, Civille GV, Flavor Lexicons, *Compr Rev Food Sci*, **2**(1), 33-40, 2003
 5. Drake MA, Cadwallader KR, Carunchia-Whetstone ME, Establishing links between sensory and instrumental analysis of dairy flavors. *Flavor Chemistry of Dairy Products*. Cadwallader KR, Drake MA, MacGorin R (Eds.), ACS Publishing, Washington, D.C., chap. X, in press, 2006
 6. Singh T, Drake MA, Cadwallader KR, Flavor of Cheddar cheese; a chemical and sensory perspective, *Compr Rev Food Sci*, **2**, 139-162, 2003
 7. McGorin RJ, *Advances in dairy flavor chemistry*. In *Food Flavors and Chemistry. Advances of the New Millennium*. Spanier, A.M., Shadhidi F., Parliment TH., Mussinan, C.J., Ho, C.T., and Contis, E.T., Eds. Royal society of Chemistry; Cambridge, 67-84, 2001
 8. Scheiberle P, Hofman T, Evaluation of the character impact odorants in fresh strawberry juice by quantitative measurements and sensory studies on model mixtures, *J Agric Food Chem*, **45**, 227-232, 1997
 9. Karagul-Yucceer Y, Drake MA, Cadwallader KR, Aroma active components of nonfat dried milk, *J Agric Food Chem*, **49**, 2948-2953, 2001
 10. Guth H, Grosch W, Identification of the character impact odorants of stewed beef juice by instrumental analyses and sensory studies, *J Agric Food Chem*, **42**, 2862-2866, 1994
 11. Karagul-Yuceer Y, Drake MA, cadwallader KR, Evaluation of the character impact odorants in skim milk powder by sensory studies on mode mixtures, *J Sensory stud*, **19**, 1-14, 2004
 12. Drake MA, Karagul-Yucceer Y, Cadwallader KR, Civille CV, Tong PS, Determination of the sensory attributes of dried milk powders and dairy ingredients, *J Sensory Stud*, **18**, 199-216, 2003

구 경 형 공학박사

소 속 : 한국식품연구원 안전유통연구단
 전문분야 : 식품공학(식품의 물성, 관능검사 등)
 E-mail : khku@kfri.re.kr
 T E L : 031-780-9052

본 내용은 자료출처(참고문헌 1)의 원문을 기초로 작성된 것입니다.