

## 옥수수 섬유질로부터 검과 수용성 아라비노자일란의 수율향상을 위한 압출성형 조건의 최적화

전수정 · 류기형\*  
공주대학교 식품공학과

### Optimization of Extrusion Process Conditions to Increase the Corn Fiber Gum and Soluble Arabinosylan Yield from Corn Fiber

Sujung Jeon and Gihyung Ryu\*

Department of Food Science and Technology, Kongju National University

**Abstract** The effects of feed moisture content (25, 35, and 45%), screw speed (230, 250, and 270 rpm), and barrel temperature (130, 140, and 150°C) on the product yield and soluble arabinosylan (SAX) content from destarched corn fiber (DCF), and its optimization were investigated. The yield and SAX content of corn fiber gum (CFG) from the extruded destarched corn fiber (EDCF) were higher than those of DCF. Statistical analyses revealed that the feed moisture content and barrel temperature had a significant effect on the CFG yield and total SAX content. The optimum extrusion pretreatment conditions were as follows: feed moisture content, 30%; screw speed, 260 rpm; barrel temperature, 133°C. This study showed that the response surface methodology was suitable for the optimization of the extrusion conditions used to maximize the CFG yield and total SAX content from EDCF.

**Keywords:** corn fiber gum, soluble arabinosylan, extrusion, response surface methodology

## 서 론

옥수수는 쌀, 밀과 함께 전 세계에서 식량으로 사용되고 있는 주요 작물이다. 옥수수 낱알은 크게 외피, 내배유, 호분, 배아와 습식제분(wet milling)과정에서 발생하는 주요 부산물인 옥수수 섬유질(corn fiber)로 구성되어 있다. 옥수수 섬유질은 셀룰로오스 15-20%, 헤미셀룰로오스 40-50%, 리그닌 8-13% 등으로 구성되어 있는 불용성 섬유소 급원으로 대부분 사료의 원료로서 이용되고 있다(1). 옥수수 섬유질은 인체 내 소화효소에 의해 분해되지 않아 열량을 제공하지 않으며 장의 연동운동을 촉진하고 장내 통과 시간을 지연시켜 포만감을 주며 지방흡수, 인슐린 저항성 감소 및 혈중 콜레스테롤 함량을 저하시키는 등의 높은 생리활성 작용과 각종 질병에 대한 효과가 알려지면서 이를 이용한 식이 섬유 제품의 생산이 활발히 이루어지고 있다(2-5). 셀룰로오스는 헤미셀룰로오스와 함께 페룰산에 의해 리그닌과 결합하고 있으며, 결정성이 높은 구조를 가지고 있어 분해가 어렵다. 헤미셀룰로오스는 다당류의 중합체이며 셀룰로오스와 함께 주요 식물 세포벽에 존재한다. 다당류의 주성분은 아라비노오스, 자일로오스, 페룰산 등으로 구성되어 있는 아라비노자일란이다(6). 아라비노

자일란은 자일로오스가  $\beta$ -(1-4) 결합된 골격에  $\alpha$ -L-arabinose가 2 번 그리고 3번 위치에 결합하고 있는 오탄당의 중합체로 아세틸기, 페룰로일기 등의 다양한 곁사슬을 포함하며, 리그닌과 단백질 또는 두 성분의 복합체와 같은 거대분자와 연결되어 있다(7-10). 옥수수 섬유질은 세포벽의 결합이 조밀하여 이에 따른 물리적, 화학적, 효소적 처리에 의한 분해가 어려워 다양한 식품소재로 이용하기 어렵기 때문에 이를 위한 다각적인 변형 기술이 요구된다.

현재의 다양한 화학적 추출방법은 리그닌과 자일란의 에스테르 결합을 파괴시키고, 헤미셀룰로오스의 고분자 형태를 가수분해하며 리그노셀룰로오스를 분해하여 옥수수 섬유질의 소화율을 향상시킨다(1). 다양한 화학적 추출 방법 중 알칼리 추출은 가장 널리 이용되고 있는 추출 방법이다. 알칼리 추출은 세포벽의 셀룰로오스와 헤미셀룰로오스 분자 간의 수소결합을 분해하고 에스테르 결합을 가수분해하여 헤미셀룰로오스의 추출을 용이하게 하는 것으로 알려져 있다(11).

압출성형공정은 독립변수인 수분 첨가량, 스크루 회전속도, 배럴의 온도, 사출구의 구조를 변화시켜 최종적인 압출성형물의 화학적 특성을 조절할 수 있으며 단일공정으로서 다른 가열 가공공정과 비교하여 효율적이며 경제적인 공정이다. 또한, 압출성형의 고온, 고압, 고전단력은 다당류의 분해와 결정구조 붕괴와 같은 변형을 발생하며, 식품원료의 분자적 구조특성을 효율적으로 변화시켜 최종적인 조직특성의 변화를 유도할 수 있다(12). 옥수수 섬유질은 조직 간에 강한 결합력을 가지고 있어 압출성형공정에 대표적으로 적용할 수 있는 식품이다. Ning 등(4)은 압출성형 등과 같은 가열처리가 식물조직의 결합력을 약화시켜 수용화가 된다고 하였고, Jacquemin 등(13)은 알칼리 추출과 압출성형

\*Corresponding author: Gihyung Ryu, Department of Food Science and Technology, Kongju National University, Gongju, Chungnam 314-701, Korea  
Tel: 82-41-330-1484  
Fax: 82-41-330-5944  
E-mail: ghryu@kongju.ac.kr  
Received October 23, 2014; revised February 14, 2015;  
accepted February 25, 2015

공정의 결합은 식물조직을 용해시켜 헤미셀룰로오스를 추출하는데 좋은 방법 중 하나라고 하여 많은 변수들과 그들 간의 상호작용이 반응(response)에 미치는 영향을 수학적, 통계적으로 분석하여 최적화된 조건을 얻기 위한 실험계획법인 반응표면분석법(response surface methodology, RSM)을 이용하여 실험하였다.

따라서 본 연구에서는 옥수수 섬유질로부터 corn fiber gum (CFG)과 수용성 아라비노자일란(soluble arabinosyln, SAX)의 수율을 향상시키기 위하여 압출성형 공정변수인 수분함량, 스크루 회전속도, 배럴온도를 독립변수로 선택하였고, residual solid (cellulose, hemicellulose A), final solution 그리고 CFG와 수용성 아라비노자일란의 양을 종속변수로 설정하여 압출성형 조건을 최적화하였다.

## 재료 및 방법

### 실험 재료

본 연구에서 사용한 옥수수 섬유질은 삼양제넥스(Incheon, Korea)에서 제공받았으며, Termamyl (Thermostable  $\alpha$ -amylase)과 그 밖의 시약은 Sigma Chemical Co. (St. Louis, MO, USA)에서 구입하였다.

### 일반성분

일반성분은 표준 AOAC법(14)에 따라 수분은 135°C 건조법, 조지방은 Soxhlet법, 조단백은 micro-Kjeldahl법, 조회분은 직접회화법 등을 이용하여 측정하였다. 전분함량측정은 AOAC법(15)으로 total starch kit (Megazyme, Wicklow, Ireland)를 이용하여 측정하였고, 식이섬유함량은 효소-중량법(16)으로 total dietary fiber kit (Megazyme, Wicklow)를 이용하여 측정하였다.

### 옥수수 섬유질의 탈전분화 공정

Gáspár 등(17)의 방법을 응용하여 옥수수 섬유질의 전분을 제거하였다. 원료 1 kg과 증류수 10 L를 혼합하여 5 N NaOH를 이용하여 pH 3.5-4.0의 옥수수 섬유질을 pH 5.3-5.6이 되도록 보정한 후  $\alpha$ -amylase(Liquozyme supra, Liquozyme) 100 mL를 가하여 교반하였다. 효소를 첨가 한 원료를 고압멸균기를 이용하여 121°C에서 2시간 동안 반응시킨 뒤 증류수를 이용하여 3회 세척한 후 50°C 열풍건조기에서 12시간 건조를 하여 탈전분 옥수수 섬유질(destarched corn fiber, DCF)을 제조하였다.

### 옥수수 섬유질의 압출성형 공정

압출성형 옥수수 섬유질 제조에는 실험용 쌍축 압출성형기(THK 31T, Incheon Machinery, Incheon, Korea)를 사용하였으며 스크루 배열은 Fig. 1에 나타내었다. 스크루 직경은 30.0 mm, 직경과 길이의 비(L/D ratio)는 23:1이었고, 사출구는 원형으로 직경이 3.0 mm인 것을 사용하였다. 압출성형 공정변수로 시료의 수분함량은 25, 35, 45%, 스크루 회전속도는 230, 250, 270 rpm 그리고 배럴의 온도는 130, 140, 150°C로 조절하였다. 원료 사입량은 120 g/

min으로 고정하였다. 제조된 압출성형물은 60°C 열풍건조기(DS-FCPO250, DongSeo Sci. Co., Seoul, Korea)에서 12시간 동안 건조하였다. 건조 시료는 가정용 분쇄기(FM-681, Hanil, Seoul, Korea)로 분쇄한 후, 60 mesh 표준체(Chunggye Sanggong Co., Gumpo, Korea)를 통과한 분말을 분석용 시료로 사용하였다.

### 추출

DCF와 전분을 제거한 압출성형 옥수수 섬유질(extruded destarched corn fiber, EDCF)은 1% NaOH로 현탁(50 g/500 mL, w/v)하여 고압멸균기에서 121°C에서 30분 동안 멸균한 후 5 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 이용하여 pH를 7로 조정하고 증류수로 3회 세척하였다. 고체부분은 50°C 건조기에서 12시간 동안 건조하여 가정용 분쇄기로 분쇄한 후, 60 mesh 표준체를 통과시켜 1% NaOH로 현탁(1:10)하여 실험을 반복하였고, 액체부분은 수거하여 HCl을 이용하여 pH 4.0으로 조정하여, 불용성 헤미셀룰로오스를 한 시간 동안 침전시켰다. 침전된 불용성 헤미셀룰로오스는 원심분리기(H-1000-3, Hanil Science Industrial Co., Incheon, Korea)에서 6,000 rpm으로 30 분간 원심분리 하였으며, 상등액의 수용성 헤미셀룰로오스는 2배 부피의 95% 에탄올로 4°C에서 12시간 이상 침전시켜 진공 여과한 후, 95% 에탄올과 아세톤으로 세척하여 동결 건조하였다(Fig. 2).

### 화학적 분석

추출한 각 시료의 SAX의 수율을 분석하기 위해 phloroglucinol 방법(18)을 사용하였다. Phloroglucinol은 100 mg 시료를 screw cap test tube에 넣고 1.5 mL의 sodium acetate buffer (50 mM, pH 5.0)로 현탁 한 후, 50°C 항온수조에서 150 rpm으로 30분 동안 반응시켰다. 반응시킨 후, tube들을 끓는 물에 2분 동안 비등시킨 후 원심분리 tube에 옮겨 6,000 rpm, 20분 동안 원심분리 하였다. 상등액은 Douglas(18)의 방법을 이용하여 측정하였다. 상등액 200  $\mu$ L를 1 mL의 phloroglucinol 시약과 혼합하여, 비등수에서 40분간 비등시킨 후, 냉수에 급속히 냉각하여 552, 510 nm로 흡광도를 측정했다. SAX는 UV/VIS spectrophotometer (Libra S35, Biochrom Ltd., Cambridge, UK)를 이용하여 552와 510 nm 흡광도의 차이값을 계산하여 자일로오스의 함량으로 나타내었다.

### 실험계획 및 최적화

본 연구에서 사용한 Box-Behnken법은 최소 제공법을 이용하여 2차 다항식을 유추하고 이 식을 바탕으로 분석하는 방법이다(19,20). 이 방법은 세 가지 레벨만을 이용하여 비교적 적은 횟수의 실험으로 효율적이고 간편하게 분석이 가능하다. 독립변수의 값과 변화한계(limits)는 옥수수 섬유질로부터 아라비노자일란의 화학적 추출에 대한 연구논문을 기초로 하여 선정하였다(1). 위에서 언급한 독립변수들을 각각 X<sub>1</sub> (수분함량), X<sub>2</sub> (스크루 회전속도), X<sub>3</sub> (배럴온도)라 지칭하고 -1, 0, 1과 같이 3단계로 부호화하여 나타내었다(Table 1). 또한 이들의 독립변수에 영향을 받는 종속변수는 Y라 지칭하였다. 위 실험의 그룹간의 통계적 유

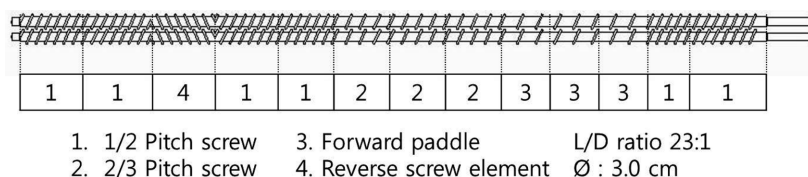
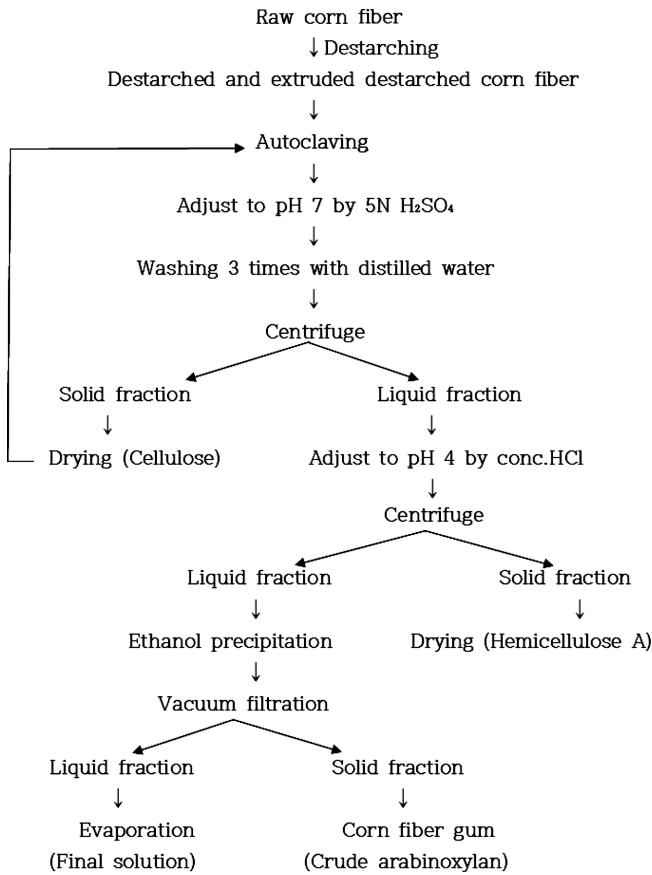


Fig. 1. Screw configuration used in this experiment (Model THK31T).



**Fig. 2. Pretreatment, fractionation and purification process of cellulose, hemicellulose A, corn fiber gum and final solution from corn fiber.**

의성은 SAS software system (9.3 SAS Institute, Inc., Cary, NC, USA)의 회귀분석을 이용하여 선택된 변수들 중 어떤 조건이 최적의 조건인지를 분석하였다. 회귀분석 결과 임계점이 최대점이거나 최소점이 아니고 안장점(saddle point)일 경우에는 능선분석을 하여 최적점을 구하였다. 이 때 세 개의 독립변수와 종속변수에 대한 2차 회귀모형은 다음 식에 의하여 계산하였다. 이 식의  $b_0$ 는 절편이고  $b_n$ 은 회귀계수를 의미한다.

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1X_1 + b_{22}X_2X_2 + b_{33}X_3X_3$$

## 결과 및 고찰

### 일반성분

본 실험에서 사용된 옥수수 섬유질의 조단백질은 10.52%, 조지방 4.24%, 조회분 12.42%, 불용성 식이섬유 61.73%, 수용성 식이섬유 1.12%, 총 섬유 62.94% 그리고 총 전분은 15.50%였다. 이는 Mendona 등(21)의 연구와 유사한 범위를 나타내었다. 본 연구에서 사용된 옥수수 섬유질의 총 전분량은 15.5%인데, 높은 전분의 함량은 아라비노자일란의 추출을 방해하기 때문에 탈전분하여 사용하였으며, 탈전분 후의 전분 함량은 1.95%였다(22).

### 모델 구축 및 통계 분석

알칼리 처리를 한 DCF와 EDCF의 residual solid, final solution 그리고 CFG의 각 수율과 SAX값, 총 SAX값은 Table 2와 같다.

**Table 1. Box-Behnken experimental design with independent variables**

	Code		
	-1	0	1
$X_1$ Moisture content (%)	25	35	45
$X_2$ Screw speed (rpm)	230	250	270
$X_3$ Barrel temperature (°C)	130	140	150
Test No.	$X_1$	$X_2$	$X_3$
1	-1	0	-1
2	-1	1	0
3	-1	-1	0
4	-1	0	1
5	0	-1	-1
6	0	1	-1
7	0	0	0
8	0	0	0
9	0	0	0
10	0	-1	1
11	0	1	1
12	1	0	-1
13	1	-1	0
14	1	1	0
15	1	0	1

100 이상의 CFG의 SAX값은 100으로 환산하여 총 SAX값을 계산하였다.

반응표면 회귀분석 결과는 Table 3에 나타내었다. 수율의  $R^2$ 값은 0.8180-0.9283으로 높은 값을 나타내었고, SAX값의  $R^2$ 값도 0.8007-0.9536으로 양호한 결과를 나타냈다. 변동계수(coefficient of variation, CV)는 표준편차의 평균치에 대한 비율을 나타낸 값으로 작을수록 더 나은 적합성을 나타내며, 10% 이내의 값이 적합성을 나타낸다. 수율의 변동계수는 1.43-9.66였고, SAX값의 변동계수는 1.11-8.80으로 양호한 결과를 나타내었다.

F-value와 ANOVA절차에 의한 통계분석은 Table 4에 나타내었다. 높은 F-value와 낮은 p-value는 CFG 수율, CFG의 SAX와 총 값이 독립변수들 사이의 관계에 대한 모델의 적합성에 대하여 나타낸다. 분산분석은 근사 다항식이 어느 정도의 정확성을 가지는지를 분석한 것으로 근사 반응 함수에 대한 근사화의 정확성과 예측성 등을 평가하는 과정이다(23). 또한, 이 과정은 모델의 적합성을 파악하는 과정으로 자료 분석의 구성요소 중에 필수적인 부분이다. 분산분석에서의 p-value는 각 계수의 중요성을 확인하는 도구로 사용되며, p-value값이 0.05보다 작으면 유의적이라는 것을 나타낸다(24).

CFG 수율과 SAX값, 총 SAX값의 적합성 결여의 F-value는 각각 0.88, 2.20, 5.17이었고, p-value는 0.5703, 0.3277, 0.1664였다 (Table 5). 적합성 결여(lack of fit)의 p-value는 0.05보다 작은 값을 가지면 예측한 모델에 문제가 있다는 것이며, 0.05보다 큰 값을 가지면 가정된 모델이 적절하다는 것을 알 수 있다(24). 적합성 결여의 값이 유의하지 않다는 것은 이들의 pure error와 모델이 적합하다는 것을 의미한다.

Table 6은 각 독립변수가 각각의 수율과 SAX값에 미치는 요인에 대한 분산분석 결과를 나타내었다. Table 6의 F-value 중 가장 유의한 두 조건이 종속변수에 미치는 영향을 Fig. 3, 4에 3차원 반응곡선으로 나타내었다.

**Table 2. The effect of different extrusion conditions on the yield and soluble arabinoxylan content of residual solid, corn fiber gum and final solution and total soluble arabinoxylan content**

<sup>1)</sup> Test No.	Yield			Soluble arabinoxylan			
	Residual solid	Final solution	Corn fiber gum	Residual solid	Final solution	Corn fiber gum	Total
<sup>2)</sup> DCF	27.7	32.8	39.5	12.8	4.0	93.0	39.7
1	35.5	20.7	43.8	24.1	7.6	103.8	49.3
2	34.5	22.3	43.2	27.1	8.1	112.1	49.3
3	32.8	27.1	40.1	21.8	5.9	107.4	44.9
4	33.7	26.5	39.8	19.9	8.1	108.9	45.1
5	33.4	25.5	41.1	16.9	7.9	108.9	45.7
6	33.8	23.2	43.0	17.8	8.4	110.3	47.8
7	30.7	27.6	41.6	19.0	6.2	116.1	46.1
8	32.9	26.0	41.2	18.6	6.6	112.8	45.8
9	28.9	28.7	42.4	18.2	5.9	114.6	46.4
10	31.7	25.4	42.9	15.4	7.5	104.4	47.0
11	30.0	27.7	42.3	17.3	7.3	101.0	46.9
12	29.8	30.0	40.2	20.5	6.4	106.7	44.9
13	27.8	31.3	40.9	19.8	7.1	110.4	45.8
14	30.0	28.9	41.1	18.8	6.5	103.0	45.5
15	27.8	28.5	43.8	16.2	7.5	99.5	47.6

<sup>1)</sup>extrusion process conditions described in Table 1.

<sup>2)</sup>destarched corn fiber.

**Table 3. Regression coefficients of predicted quadratic polynomial models for the response variables of the yield and soluble arabinoxylan content residual solid, corn fiber gum and final solution and total soluble arabinoxylan content**

Coefficient	Yield			Soluble arabinoxylan			
	Residual solid	Final solution	Corn fiber gum	Residual solid	Final solution	Corn fiber gum	Total
bo	209.630	-366.960	98.033	-297.307	231.506	-1923.398***	113.396
Linear							
b <sub>1</sub>	-0.302	6.097	-1.436*	-0.466	0.540	10.642***	-1.072*
b <sub>2</sub>	-0.215	-1.712	0.560	0.191	-0.388	4.353**	0.412
b <sub>3</sub>	-1.939	7.232	-1.505	4.399*	-2.675**	18.970***	-1.464
Cross product							
b <sub>12</sub>	0.001	0.006	-0.004*	-0.008**	-0.004*	-0.0151**	-0.006***
b <sub>13</sub>	-0.001	-0.046	0.019***	-0.001	0.002	-0.0308**	0.017***
b <sub>23</sub>	-0.003	0.006	-0.003*	0.001	-0.001	-0.0060	-0.003*
Quadratic							
b <sub>11</sub>	-0.000	-0.013	-0.004	0.033***	0.001	-0.0388**	0.001
b <sub>22</sub>	0.001	0.001	0.000	-0.000	0.001	-0.0060*	0.000
b <sub>33</sub>	0.009	-0.025	0.006	-0.173**	0.010**	-0.0592***	0.006*
R <sup>2</sup>	0.8578*	0.8180	0.9283	0.9469*	0.8007	0.9334	0.9536
Probability of F	0.0981	0.1631	0.0214	0.0689	0.1951	0.0180	0.0077
<sup>1)</sup> CV%	4.93	9.66	1.42	6.08	8.80	1.97	1.11

<sup>1)</sup>coefficient of variation.

<sup>2)</sup>\*\*\*, \*\*, and \* indicate significance at  $p < 0.01$ , 0.05 and 0.1, respectively.

<sup>3)</sup>Model on which  $X_1$  (moisture content),  $X_2$  (screw speed),  $X_3$  (barrel temperature) is calculated:  $Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1X_1 + b_{22}X_2X_2 + b_{33}X_3X_3$ .

Table 7은 정준분석의 결과와 예측된 최적의 압출성형 조건에서의 각각의 수율과 SAX값의 예측값을 나타내었다. 모든 수율과 SAX값은 예측된 최적의 압출성형 공정으로 재 실험 하였고, 모델의 적합성을 확인하기 위하여 실험 결과와 예측값을 비교하였다. Table 7에 나타난 고유값(eigen value)의 부호로 정상점이

최대점인지 최소점인지 또는 안장점인지 판정하게 된다. 고유값이 모두 음수이면 정상점은 최대점이고, 모두 양수이면 정상점은 최소점이며 양수와 음수가 섞여 있으면 정상점은 안장점이다. 회귀분석 결과 임계점이 안장점일 경우에는 능선분석을 실시하여 최적점을 구하였다.

**Table 4. Analysis of variance of the regression parameters of the predicted response surface quadratic model for yield and soluble arabinoxylan content of cellulose, hemicellulose A, corn fiber gum and final solution and total soluble arabinoxylan content**

Properties	Regression	Yield				Soluble arabinoxylan			
		<sup>1)</sup> DF	<sup>2)</sup> SS	coefficient (R <sup>2</sup> )	F-value	DF	SS	coefficient (R <sup>2</sup> )	F-value
Residual solid	Linear	3	68.006	0.7998	9.37**	3	58.821	0.4479	14.05***
	Quadratic	3	3.672	0.0432	0.51	3	55.028	0.4190	13.15***
	Cross product	3	1.258	0.0148	0.17	3	10.50	0.0800	2.51
	Total	9	72.937	0.8578	3.35*	9	124.354	0.9469	9.90**
Final solution	Linear	3	12.363	0.0730	0.67	3	1.027	0.1041	0.87
	Quadratic	3	30.485	0.1800	1.65	3	4.510	0.4572	3.82*
	Cross product	3	95.693	0.5650	5.17*	3	2.362	0.2394	2.00
	Total	9	138.540	0.8180	2.50	9	7.899	0.8007	2.23
Corn fiber gum	Linear	3	2.832	0.1146	2.66	3	53.883	0.1581	3.96*
	Quadratic	3	2.066	0.836	1.94	3	184.076	0.5402	13.52***
	Cross product	3	18.041	0.7300	16.96***	3	80.112	0.2351	5.89**
	Total	9	22.940	0.9283	7.19**	9	318.072	0.9334	7.79**
Total	Linear					3	7.467	0.2608	9.37**
	Quadratic					3	1.192	0.0416	1.50
	Cross product					3	18.644	0.6512	23.40***
	Total					9	27.303	0.9536	11.42***

<sup>1)</sup>degree of freedom.<sup>2)</sup>sum of square.<sup>3)</sup>\*\*\*, \*\*, and \* indicate significance at  $p < 0.01$ , 0.05 and 0.1, respectively.**Table 5. Analysis of variance (ANOVA) for the response surface quadratic model for yield and soluble arabinoxylan content of solid residue, corn fiber gum, final solution and sum total**

Properties	Residual	Yield					Soluble arabinoxylan				
		<sup>1)</sup> DF	<sup>2)</sup> SS	<sup>3)</sup> MS	F-value	Probability ( $p$ )>F	DF	SS	MS	F-value	Probability ( $p$ )>F
Residual solid	Lack of fit	3	4.397	1.466	0.38	0.7807	3	6.652	2.217	13.68	0.0689
	Pure error	2	7.694	3.847			2	0.324	0.162		
	Total error	5	12.092	2.418			5	6.976	1.395		
Final solution	Lack of fit	3	27.143	9.048	4.91	0.1739	3	1.755	0.585	5.54	0.1567
	Pure error	2	3.687	1.843			2	0.211	0.106		
	Total error	5	30.829	6.166			5	1.967	0.393		
Corn fiber gum	Lack of fit	3	1.010	0.337	0.88	0.5703	3	17.409	5.803	2.20	0.3277
	Pure error	2	0.763	0.382			2	5.275	2.637		
	Total error	5	1.773	0.355			5	22.684	4.536		
Total	Lack of fit						3	1.171	0.392	5.17	0.1664
	Pure error						2	0.152	0.076		
	Total error						5	1.322	0.266		

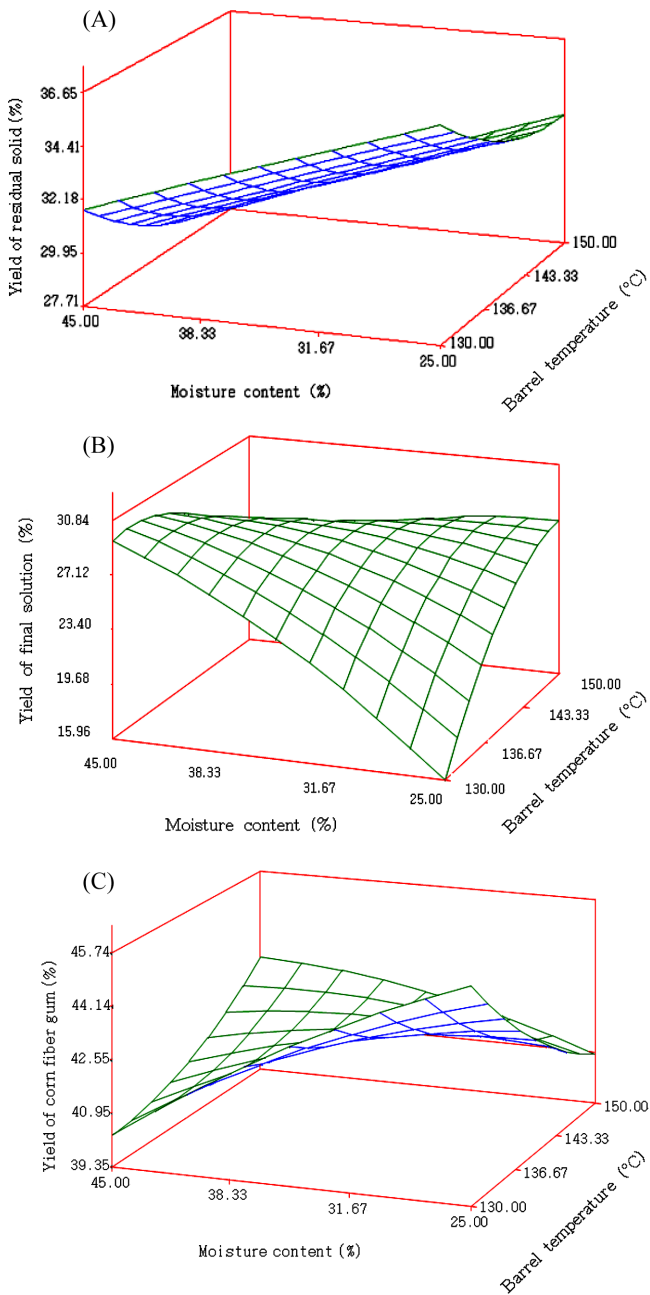
<sup>1)</sup>degree of freedom.<sup>2)</sup>sum of square.<sup>3)</sup>mean square.<sup>4)</sup>\*\*\*, \*\*, and \* indicate significance at  $p < 0.01$ , 0.05 and 0.1, respectively.

### 수율의 최적화

Table 3에 나타난 반응표면 회귀분석 결과, residual solid의 R<sup>2</sup> 값은 0.8578로 10% 이내의 유의성을 나타내었고 변동계수는 4.9272로 나타났다. 또한, 각각의 요인이 독립적으로 영향을 미치는 linear model이 가장 유의하였다(Table 4). 모델의 적합성을 나타내는 적합성 결여(lack of fit)의  $p$ -value는 0.7807로 적절한 값을 얻었다(Table 5). 독립변수 중 수분함량이 residual solid 수율에 가장 유의한 영향을 미치는 것으로 나타났다(Table 6).

Residual solid 수율에 대한 3차원(3D) 반응표면 곡선은 Fig.

3(A)에 나타내었다. 이 그래프는 스크루 회전속도를 250 rpm으로 고정한 후, 수분함량과 배럴온도가 residual solid 수율에 어떠한 영향을 미치는 지를 나타낸 그래프이다. 이 때, 배럴온도가 증가할수록 residual solid의 수율은 감소하는 경향을 나타내었다. Yoo 등(25)의 연구보고에 의하면 배럴온도가 증가할수록 cellulose 수율이 낮아진다고 하였다. Residual solid의 예측된 정상값은 안장점의 형태였으며, 능선분석을 실시하여 본 결과 수분함량은 45%, 스크루 회전속도는 248 rpm, 그리고 배럴 온도는 143°C에서 최소값 28.0%로 예측되었고, 결과값은 30.2%였다(Table 6, 7).



**Fig. 3** Response surface plot of yield of residual solid (A), final solution (B), corn fiber gum (C).

Final solution 수율의  $R^2$ 값은 0.8180이었고, 적합성 결여의  $p$ -value는 0.1739로 0.05보다 큰 값을 나타냈다(Table 3, 5). Karunanithy와 Muthukumarappan (26)에 의하면 10% 이내의 CV값은 모델에 적합성을 나타낸다고 하였다. Final solution 수율의 CV값은 9.66으로 다소 높은 값을 나타내었지만 10% 이내의 값으로 적합성을 나타내었다. 본 연구는 CFG으로부터 화학적 추출한 연구 자료를 기초로 하여 압출성형 조건을 확립하였기 때문에 final solution의 수율에 대해서는 다소 높은 값을 나타낸 것으로 생각된다. Table 6에서는 수분함량과 배럴온도가 final solution 수율에 유의한 영향을 나타내는 것을 확인할 수 있다. Fig. 3(B)는 final solution의 3차원 반응표면 곡선에 대해 나타내었다, 예측된 정상값은 안장점의 형태였으며, 능선분석을 실시한 결과, 수분함량 28%, 스크루 회전속도 254 rpm, 배럴온도 133°C에서 최소값

22.5%로 예측되었고, 결과값은 23.3%였다(Table 6, 7).

CFG 수율의  $R^2$ 값은 0.9283으로 높은 상관관계를 보였으며, 5% 이내에서 유의성이 인정되었다. 또한, 1.4245의 낮은 변동계수로 모델의 적합성이 인정되었다(Table 3). CFG 수율은 수분함량, 스크루 회전속도, 그리고 배럴온도가 상호작용을 하는 cross product 모델이 가장 유의하였으며(Table 4), 적합성 결여의  $p$ -value는 0.5703으로 0.05보다 큰 값을 나타내 ANOVA 절차에서 얻어진 모델이 적절하다는 것을 알 수 있었다(Table 5). 수분함량과 배럴온도가 CFG 수율에 1% 이내의 유의한 영향을 나타내었다(Table 6). 예측된 정상값은 안장점의 형태였으며, 능선분석을 실시하여 본 결과, 30%의 수분함량, 260 rpm의 스크루 회전속도, 배럴온도 133°C에서 최대값 43.3%로 예측되었으며 43.9%의 결과값을 얻었다(Table 6, 7). CFG 수율을 최적화하기 위하여 반응효율을 독립변수로 하여 변수들 간의 상호작용을 회귀분석하여 3차원 반응표면곡선을 Fig. 3(C)에 나타내었다. Fig. 3은 스크루 회전속도를 250 rpm으로 고정하였을 때, 수분함량과 배럴온도가 CFG의 수율에 어떤 영향을 미치는 지를 나타낸 그래프이다. 이 그래프는 배럴온도가 높을 때, 수분함량이 증가할수록 CFG 수율이 증가하고, 수분함량이 높을 때, 배럴온도가 증가할수록 CFG 수율이 높았다. 수분함량과 배럴온도의 증가가 리그노셀룰로오스의 구조를 분해하여 CFG 수율을 향상시켰다(25).

각각의 수율에 대하여 회귀 방정식으로 모델에서 예측된 값과 결과값이 유사한 것으로 보아 이 모델은 각각의 수율을 최적화 하는데 적합한 방법임을 나타내었다.

**SAX값의 최적화**

Table 3에 나타난 반응표면회귀분석 결과, residual solid SAX 값의  $R^2$ 값은 0.9469이었다. 적합성 결여의  $p$ -value는 0.0689이었고, F-value는  $p$ -value보다 큰 13.68로 모델의 적절성을 확인하였다(Table 5). Residual solid SAX값에 대하여 수분함량은 1% 이내의 유의성을 나타내었고 배럴온도는 5%이내의 유의성을 나타내었다(Table 6). Residual solid SAX값에 대한 3차원 반응표면 곡선은 Fig. 4(A)에 나타내었다. Residual solid SAX값의 예측된 정상값은 안장점의 형태였으며, 능선분석을 한 결과 수분함량 25%, 스크루 회전속도 255 rpm, 배럴온도 139°C에서 24.5%의 예측값과 23.9%의 결과값을 얻었다(Table 6, 7).

Final solution SAX값의  $R^2$ 값은 0.8007이었으며 모델의 적합성을 나타내는 적합성 결여의  $p$ -value는 0.1567이었고 F-value는 5.54로 적절한 값을 얻었다(Table 3, 5). Final solution의 SAX값도 수율과 마찬가지로 CV값이 8.80으로 다소 높은 값을 나타내었다. 이는 위에서 언급한대로 CFG으로부터 화학적 추출한 연구 자료를 기초로 하였기 때문에 오차가 발생한 것으로 생각되며 다소 높은 값이지만 10% 이내의 값을 나타내었기 때문에 적합성을 나타내었다. SAX값에 대한 final solution의 예측된 정상값은 최소점의 형태였으며, 이에 대한 3차원 반응표면 곡선은 Fig. 4(B)에 나타내었다. 수분함량 31%, 스크루 회전속도 261 rpm, 그리고 배럴온도 133°C에서 7.4%로 예측되었고, 이에 대한 결과값으로는 7.2%를 얻었다(Table 6, 7).

CFG SAX값의  $R^2$ 값은 0.9334로 높은 상관관계를 보였고, 5% 이내의 유의성을 나타내었으며, 변동계수도 1.9724의 낮은 값으로 모델의 적합성이 인정되었다(Table 3). CFG SAX값의 경우, 모든 모델에 대하여 유의성을 나타내었으며 서로 상호작용하는 quadratic model이 가장 유의하였다. 적합성 결여의  $p$ -value는 0.3277이었고 F-value는 2.20으로 ANOVA절차의 모델 적절성을 나타내었다(Table 5). Fig. 4(C)는 CFG의 SAX값에 대한 3차원 반

**Table 6 Analysis of variance of the factor and the critical values obtained from response for yield and soluble arabinoxylan content of solid residue, corn fiber gum, final solution and sum total**

Properties	Source	Yield						Soluble arabinoxylan					
		<sup>1)</sup> DF	<sup>2)</sup> SS	<sup>3)</sup> MS	F-value	coded	uncoded	DF	SS	MS	F-value	coded	uncoded
Residual solid	Moisture content (X <sub>1</sub> , %)	4	56.27	14.07	5.82**	-23.04	45	4	91.06	22.77	17.97***	0.41	25
	Screw speed (X <sub>2</sub> , rpm)	4	2.84	0.71	0.29	3.27	248	4	15.34	3.84	3.03	0.38	255
	Barrel temperature (X <sub>3</sub> , °C)	4	15.23	3.81	1.57	0.84	143	4	27.74	6.94	5.47**	-0.38	139
Final solution	Moisture content (X <sub>1</sub> , %)	4	104.65	26.16	4.24*	-0.79	28	4	2.90	0.73	1.84	-0.47	31
	Screw speed (X <sub>2</sub> , rpm)	4	14.61	3.65	0.59	0.56	254	4	3.67	0.92	2.33	-0.56	261
	Barrel temperature (X <sub>3</sub> , °C)	4	115.25	28.81	4.67*	0.79	133	4	4.03	1.01	2.56	-0.01	133
Corn fiber gum	Moisture content (X <sub>1</sub> , %)	4	17.22	4.30	12.14***	0.10	30	4	149.64	37.41	8.25**	-0.15	34
	Screw speed (X <sub>2</sub> , rpm)	4	6.45	1.61	4.55	2.35	260	4	66.49	16.62	3.66*	0.01	250
	Barrel temperature (X <sub>3</sub> , °C)	4	17.17	4.29	12.10***	1.02	133	4	204.62	51.16	11.28**	-0.13	139
Total	Moisture content (X <sub>1</sub> , %)	4						4	20.39	5.10	19.19***	0.63	30
	Screw speed (X <sub>2</sub> , rpm)	4						4	11.13	2.78	10.48*	-6.85	260
	Barrel temperature (X <sub>3</sub> , °C)	4						4	14.50	3.63	13.65***	-4.33	133

<sup>1)</sup>degree of freedom.<sup>2)</sup>sum of square.<sup>3)</sup>mean square.<sup>4)</sup>\*\*\*, \*\*, and \* indicate significance at  $p < 0.01$ , 0.05 and 0.1, respectively.**Table 7. Comparison of predicted and experimental values for the response variables for yield and soluble arabinoxylan content of solid residue, corn fiber gum, final solution and sum total**

	Yield				Soluble arabinoxylan			
	Eigen values	Stationary point	<sup>1)</sup> Predicted value	Observed value	Eigen values	Stationary point	Predicted value	Observed value
Residual solid	1.034, 0.344, -0.06	Saddle	28.0	30.2	3.550, -0.289, -1.806	Saddle	24.5	23.9
Final solution	0.706, 0.457, -4.426	Saddle	22.5	23.3	1.058, 0.695, -0.082	Saddle	7.4	7.2
Corn fiber gum	1.316, -0.111, -1.015	Saddle	43.3	43.9	-1.441, -3.676, -7.099	Maximum	114.8	113.8
Total					1.474, 0.035, -0.706	Saddle	48.4	49.3

<sup>1)</sup>predicted using response surface methodology

응답면 곡선에 대하여 나타내었다. CFG의 SAX값의 예측된 정상값은 최대점의 형태였으며, 34%의 수분함량, 250 rpm의 스크루 회전속도, 그리고 139°C의 배럴온도에서 최대값 114.8%로 예측되었으며, 결과값은 113.8%였다(Table 6, 7).

반응표면 회귀분석 결과, 총 SAX값의 R<sup>2</sup>값은 0.9536으로 높은 상관관계를 보였고 1% 이내에서 높은 유의성을 나타내었으며, 1.1074로 낮은 변동계수를 보이며 모델의 적합성이 인정되었다(Table 3). Table 4에 나타난 총 SAX값의 경우 cross product 모델이 가장 유의하였다. 또한, 적합성 결여의  $p$ -value는 0.1664로 0.05보다 높았으며 F-value도 5.17로 적합성결여의  $p$ -value보다 높은 값을 보이며 모델의 유의성을 나타내었다(Table 5). 각각의 독립변수 중 총 SAX값에 대하여 수분함량과 배럴온도는 1% 이내의 유의성을 나타내었고, 스크루 회전속도는 5% 이내의 유의성을 나타내었다(Table 6). 총 SAX값의 예측된 정상값은 CFG 수율과 같은 안장점의 형태였으며, 능선분석 후, 수분함량 30%, 스크루 회전속도 260 rpm, 배럴온도 133°C에서 최대값 48.4%로 예측되었고, 결과값은 49.3%였다(Table 6, 7). Fig. 4(D)는 총 SAX값을 최적화하기 위하여 반응표면 분석한 결과를 3차원으로 나타내었다. Fig. 4(D)는 스크루 회전속도를 level 0 (250 rpm)으로 고정하였을 때, 수분함량과 배럴온도가 총 SAX값에 미치는 영향에 대해 그래프로 나타내었다. 이 그래프에서 보듯이 배럴온도가 높을 때, 수분함량이 증가할수록 총 SAX값도 증가하는 경향을 나타내었고, 수분함량이 높을 때, 배럴온도가 증가할수록 역

시 총 SAX값이 증가하는 경향을 나타내었다. 수분함량의 증가로 인해 리그노셀룰로오스의 분해가 용이하고, 섬유질의 수용성이 증가하며, 또한 배럴온도의 증가가 세포벽의 분해를 도와 총 SAX값이 증가한 것으로 사료된다(27-30). 또한, Siljeström 등(30)은 압출성형공정 등과 같은 가열처리가 식물조직의 결합을 약화시켜 수용성을 증가시킨다고 하였다. 그리고 압출성형공정 뿐만 아니라 Bian 등(31)의 연구에서 알칼리 전처리에 의해 셀룰로오스와 헤미셀룰로오스 사이의 수소결합을 분해하고, 세포벽에 붙어있는 다당류의 에스테르 결합을 방해하여 헤미셀룰로오스의 수용성을 증가시킨다는 연구결과와 유사한 결과를 보였다고 할 수 있다. 결론적으로, 옥수수 섬유질이 기능적, 영양학적 측면에서 연구 개발의 가치가 있다고 판단되며, 더 나아가 압출성형 공정이 옥수수 섬유질의 SAX의 추출 수율 증가에 적합한 공정으로 판단된다.

## 요 약

본 연구는 압출성형 된 옥수수 섬유질로부터 화학적 추출을 통해 SAX와 CFG 수율을 향상시키기 위해 반응표면분석법을 이용하여 최적의 압출성형조건을 확립하였다. 압출성형공정 조건 중 수분함량(X<sub>1</sub>), 스크루 회전속도(X<sub>2</sub>), 배럴온도(X<sub>3</sub>)를 독립 변수로 하고 옥수수 섬유질의 residual solid, final solution, 그리고 CFG의 수율과 각각의 SAX값을 종속 변수로 하여 화학적으로 추출



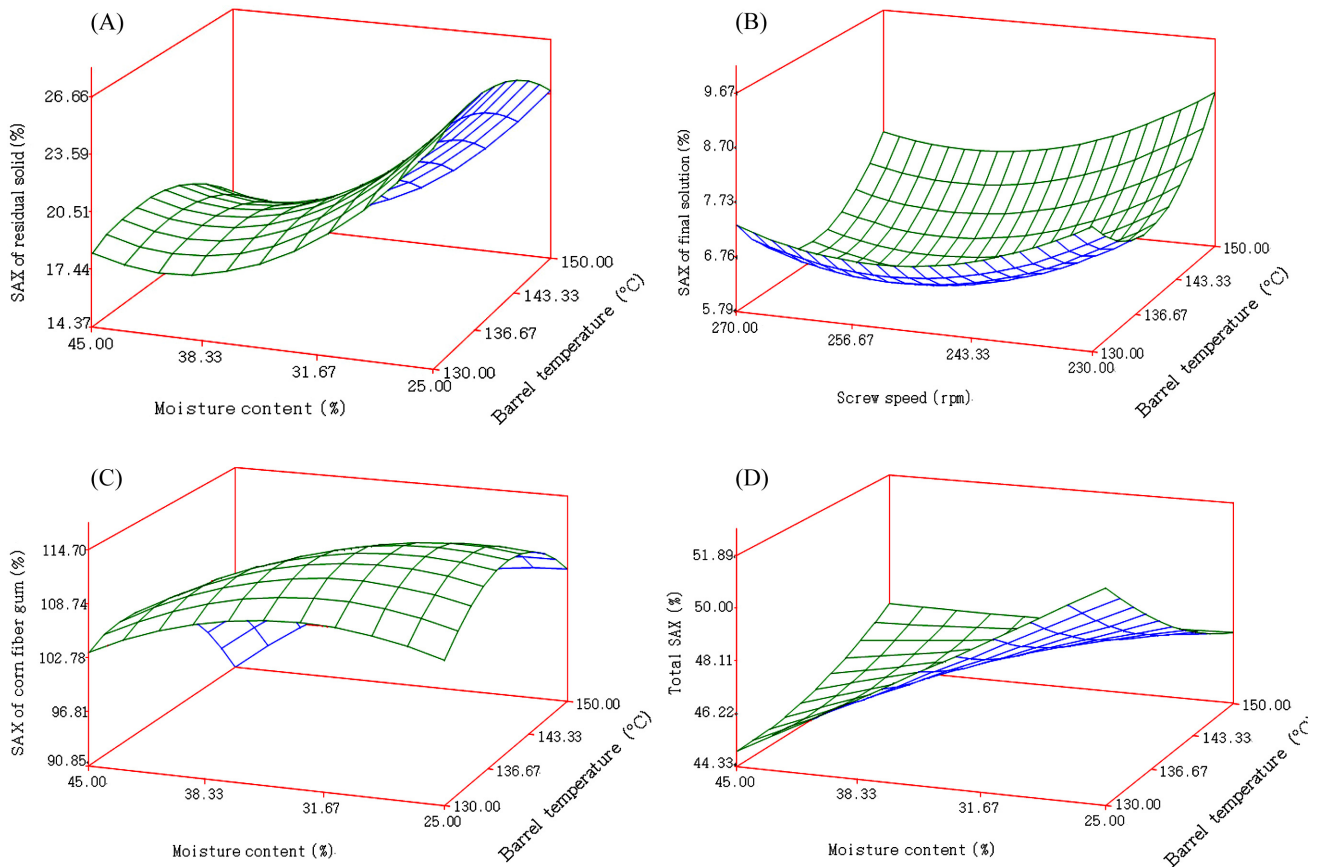


Fig. 4. Response surface plot of soluble arabinoxylan (SAX) of residual solid (A), final solution (B), corn fiber gum (C) and total SAX (D).

하였다. 그 결과, 수율의 경우 final solution은 EDCF가 DCF보다 낮은 경향을 보였고, residual solid와 CFG의 경우, EDCF가 DCF보다 높은 경향을 나타내었다. SAX값은 모든 조건의 EDCF가 DCF보다 높은 경향을 나타냈다. 각각의 결정된 최적의 압출성형 조건에서 분석한 결과 모든 조건에서 예측값과 결과값이 유사하여 반응표면 분석의 결과가 양호한 것으로 나타났다. 이상의 연구결과에서 반응표면 분석법이 압출성형 공정에 의한 CFG의 수율과 총 SAX값의 최적화를 위한 적절한 방법 중 하나라는 것을 보여주었다.

### 감사의 글

이 논문은 2014년도 정부(교육부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임(2014R1A1A4A03004018).

### References

1. Singkhomart S, Lee SG, Ryu GH. Influence of twin-screw extrusion on soluble arabinoxylans and corn fiber gum from corn fiber. *J. Sci. Food Agr.* 93: 3046-3054 (2013)
2. Schneeman BO. Soluble vs insoluble fiber: Different physiological responses. *Food Technol.* 41: 81-82 (1987)
3. Kritchevsky D. Dietary fiber. *Annu. Rev. Nutr.* 8: 301-328 (1988)
4. Ning L, Villota R, Artz WE. Modification of corn fiber through chemical treatments in combination with twin-screw extrusion. *Cereal Chem.* 68: 632-636 (1991)
5. Saha BC. Hemicellulose bioconversion. *J. Ind. Microbiol. Biot.* 30: 279-291 (2003)
6. Kim MH, Gil SK, Kim CH, Lee KC, Tie J, Ryu GH. Effect of extrusion conditions on change in properties of corn fiber. *Food Eng. Prog.* 16: 40-46 (2012)
7. van Eylen D, van Dongen F, Kabel M, de Bont J. Corn fiber, cobs and stover: Enzyme-aided saccharification and co-fermentation after dilute acid pretreatment. *Bioresource Technol.* 102: 5995-6004 (2011)
8. Williamson G, Kroon PA, Faulds CB. Hairy plant polysaccharides: A close shave with microbial esterases. *Microbiology* 144: 2011-2023 (1998)
9. Srossy Z, Tenkanen M, Pitkanen L, Bjerre AB, Plackett D. Extraction and chemical characterization of rye arabinoxylan and the effect of  $\beta$ -glucan on the mechanical and barrier properties of cast arabinoxylan films. *Food Hydrocolloid.* 30: 206-216 (2013)
10. Rose DJ, Inglett GE, Liu SX. Utilisation of corn (*zea mays*) bran and corn fiber in the production of food components. *J. Sci. Food Agr.* 90: 915-924 (2010)
11. Peng F, Ren JL, Xu F, Bian J, Peng P, Sun RC. Fractional study of alkali-soluble hemicelluloses obtained by graded ethanol precipitation from sugar cane bagasse. *J. Agr. Food Chem.* 58: 1768-1776 (2010)
12. Hwang JK, Kim CT, Hong SI, Kim CJ. Solubilization of plant cell walls by extrusion. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 23: 358-370 (1994)
13. Jacquemin L, Zeitoun R, Sablayrolles C, Pontalier PY, Rigal L. Evaluation of the technical and environmental performances of extraction and purification processes of arabinoxylans from wheat straw and bran. *Process Biochem.* 47: 373-380 (2012)
14. AOAC. Official Methods of Analysis of AOAC Intl. 18th ed. Method 945.38. Association of Official Analytical Chemist, Arlington, VA, USA (2005)
15. AOAC. Official Methods of Analysis of AOAC Intl. 18th ed. Method 996.11. Association of Official Analytical Chemist, Arlington, VA, USA (1999)
16. AOAC. Official Methods of Analysis of AOAC Intl. 18th ed.



- Method 991.43. Association of Official Analytical Chemist, Arlington, VA, USA (1999)
17. Gáspár M, Juhsz T, Szengyel Z, Rczey K. Fractionation and utilization of corn fibre carbohydrates. *Process Biochem.* 40: 1183-1188 (2005)
  18. Douglas SG. A rapid method for the determination of pentosans in wheat flour. *Food Chem.* 7: 139-145 (1981)
  19. Kim DS, Park YS. Optimization of electro-UV-ultrasonic complex process for *E. coli* disinfection using Box-Behnken experiment. *J. Korean Soc. Environ. Eng.* 33: 149-156 (2011)
  20. Box GEP, Draper NR. *Empirical Model-building and Response Surface.* John Willey & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA. p. 669 (1987)
  21. Mendona S, Grossmann MVE, VerhR. Corn bran as a fibre source in expanded snacks. *LWT-Food Sci. Technol.* 33: 2-8 (2000)
  22. Escarnot E, Aguedo M, Agreessens R, Wathelet B, Paquot M. Extraction and characterization of water-extractable and water-unextractable arabinoxylans from spelt bran: Study of the hydrolysis conditions for monosaccharides analysis. *J. Cereal Sci.* 53: 45-52 (2011)
  23. Sim CH. Application of response surface methodology for optimization of process in food technology. *Food Eng. Prog.* 15: 97-115 (2011)
  24. Park HE, Row KH. Optimization of synthesis condition of monolithic sorbent using response surface methodology. *Appl. Chem. Eng.* 24: 299-304 (2013)
  25. Yoo JH, Alavi S, Vadlani P, Amanor-Boadu V. Thermo-mechanical extrusion pretreatment for conversion of soybean hulls to fermentable sugars. *Bioresource Technol.* 102: 7583-7590 (2011)
  26. Karunanithy C, Muthukumarappan K. Optimization of switchgrass and extruder parameters for enzymatic hydrolysis using response surface methodology. *Ind. Crop. Prod.* 33: 188-199 (2011)
  27. Lee SH, Teramoto Y, Endo T. Enzymatic saccharification of woody biomass micro/nanofibrillated by continuous extrusion process I-Effect of additives with cellulose affinity. *Bioresource Technol.* 100: 275-279 (2009)
  28. Yoo JH, Alavi S, Vadlani P, Behnke KC. Soybean hulls pretreated using thermo-mechanical extrusion-hydrolysis efficiency, fermentation inhibitors, and ethanol yield. *Appl. Biochem. Biotech.* 166: 576-589 (2012)
  29. Vasanthan T, Gaosong J, Yeung J, Li J. Dietary fiber profile of barley flour as affected by extrusion cooking. *Food Chem.* 77: 35-40 (2002)
  30. Siljeström M, Westerlund E, Björck I, Holm J, Asp NG, Theander O. The effects of various thermal processes on dietary fibre and starch content of whole grain wheat and white flour. *J. Cereal Sci.* 4: 315-323 (1986)
  31. Bian J, Peng F, Peng P, Xu F, Sun RC. Isolation and fractionation of hemicelluloses by graded ethanol precipitation from *Caragana korshinskii*. *Carbohydr. Res.* 345: 802-809 (2010)