

도정도를 달리한 쌀누룩이 약주의 품질 변화에 미치는 영향

최정실 · 여수환 · 최한석 · 정석태*
국립농업과학원 발효식품과

The effect of rice *nuruk* prepared from rice with different degrees of milling on quality changes in *yakju*

Jeong-Sil Choi, Soo-Hwan Yeo, Han-Seok Choi, and Seok-Tae Jeong*

Fermented Food Science Division, National Institute of Agricultural Sciences, RDA

Abstract In this study, the effect of *nuruk* prepared from rice with different degrees of milling on the physicochemical and sensory qualities of *yakju* after accelerated aging was investigated. The results indicated significant differences, except for Fe and Mn contents, in the qualities of aged *yakju* prepared using *nuruk* from rice with different degrees of milling. However, the degree of milling of rice did not influence the quality of *yakju*, except for amino acidity and pH, which significantly decreased as the degrees of milling increased. In addition, as compared to before aging, brownness (A_{430}) and color difference significantly increased after aging in all the treatments. The intensity of off flavor in *yakju* after aging made from 0% milled rice *nuruk* was the lowest.

Keywords: degrees of milling, *nuruk*, quality changes, *yakju*

서 론

약주는 주로 찹쌀이나 맬쌀 등의 곡류와 누룩을 사용하여 당화와 발효가 동시에 일어나는 병행 복합효주로 양조 후에는 술덧을 여과하여 제정한다(1,2). 탁주와 마찬가지로 약주도 누룩 중의 효소에 의한 탄수화물, 아미노산, 유기산 등과 같은 원료 성분의 발효 대사물과 발효 과정에서 생산된 다양한 향미 성분 등에 의해 독특한 맛과 향을 가지고 있다(3,4). 그렇지만, 숙성 과정과 저장 유통 중에 이러한 약주의 품질 특성이 손상되어 약주의 고유한 향미 특성이 변성되고 더 나아가 상품적 가치도 떨어질 수 있다는 문제점이 제기되고 있다(5). 숙성 중에 숙성 전 약주의 상태에 따라 그 속에 들어 있는 여러 성분들이 산화, 가수분해, 탈수병합 등의 화학 반응을 하게 됨으로써 숙성 후에는 품질이 저하될 수 있다. 당과 아미노산의 메일라드 반응(Maillard reaction)에 의해 생성된 카보닐(carbonyl) 화합물, 피라진(pyrazine)류가 이취인 노주취 및 탄내 등을 유발하면서 동시에 색을 변화시킬 뿐만 아니라 광산화에 의한 아미노산의 변화로 생성되는 인돌(indole) 화합물과 할망(harmane) 화합물이 역시 색을 변화시키고 폴리설파이드(polysulfide) 화합물은 이취를 발생시킨다(6,7). 특히, 색의 변화, 갈색화는 아미노 카보닐(amino-carbonyl) 반응과 카라멜화 반응(caramelization), 및 포도당(glucose) 이외에 다른 성분 등에 의한

반응으로 이루어진다(8). 약주에서도 이러한 반응에 의해 갈색화가 이루어지는 것으로 생각된다. 또한, 이외에도 디페리-페리크린신(Deferri-ferrichrysin; DFCY), 타이로신(tyrosine), 망간 이온(Mn^{2+}), 질소화합물이 필수로 존재하고 유기산이 촉매 역할을 하여 빛에 노출되면 일어나는 것으로 보고되었다(9).

원료 곡의 외층에는 일반적으로 단백질, 지방질, 회분 등 녹말 이외의 성분이 많으며 이러한 성분들은 누룩곰팡이와 효모의 성장을 촉진시켜 술의 착색 등에 영향을 주므로 도정 정도에 따라 감소하여 색도의 변화에 영향을 준다(10,11). 그래서, 일본 청주의 경우 도정도를 높은 쌀을 사용하여서 원료 자체에 있는 단백질 함량을 줄여 술에서의 아미노산 함량을 줄임으로써 품질 변화를 최소화하려 한 것이다(6). 한편, 쌀누룩은 증자한 쌀에 순수 배양한 양조용 곰팡이를 접종하여 만든 것으로, 전분을 당분으로 전환시킬 수 있는 효소를 포함한 발효제로 도정도에 따라 쌀의 품질에 영향을 주므로 미생물의 생육 속도나 효소 활성 등의 차이를 가져올 것으로 생각된다(12,13). 이에 본 연구에서는 도정도를 달리한 쌀누룩이 숙성 후 약주의 품질 및 이취(불쾌취, 노주취) 생성에 미치는 영향을 살펴보고자 하였다. 이를 통해 약주의 유통 시 저장성을 높이고 보다 고품질의 약주를 개발하는데 도움을 주고자 한다.

재료 및 방법

실험 재료

본 실험에 사용한 쌀은 강원도 철원군 갈말농협 마곡 종합처리장에서 생산된 오대쌀 백미(Galmal Agricultural Cooperative, Cheolwon, Korea)이다. 발효제는 도정도별(0, 10, 30, 50, 및 70%)로 제조한 쌀누룩을 사용하였고, 분말상의 황국 중국 *Aspergillus oryzae* (Chung Moo Fermentation Co., Wooson, Korea) (2.0×

*Corresponding author: Seok-Tae Jeong, Fermented Food Science Division, National Institute of Agricultural Sciences, Rural Development Administration, Wanju 55365, Korea
Tel: +82-63-238-3615
Fax: +82-63-238-3843
E-mail: jst@korea.kr
Received December 15, 2016; revised February 3, 2017;
accepted February 7, 2017

10⁹/g, 수분함량 10%이하, 30 sp)을 사용하여 제조하였다. 효모는 송천효모(Songcheon Yeast Development Institute, Cheongyang, Korea)를 약주 제조에 앞서 하루 전에 배양해서 사용하였다. 즉, YPD 액체배지(Becton, Dickinson & company, Sparks, MD, USA) 5 mL에 송천효모를 1 백금이 접종하고 진탕배양기(Shaking incubator, SI 600R, Lab companion Com, Daejeon, Korea) 30°C, 100 rpm에서 1일 동안 배양하였다. 또한, 실험에 사용한 시약은 특급시약이었다.

약주 담금 및 숙성 약주 제조

쌀 1 kg을 깨끗하게 씻어서 1시간 동안 수침한 다음, 1시간 동안 물빼기를 수행하였다. 쌀을 증자기(MS-30, Yaegaki Food & System Inc., Himeji, Japan)에 넣고 김이 올라오기 시작한 후부터 40분간 수증기를 더 가해 고두밥을 제조하였다. 5 L 유리병에 충전분질 원료(쌀과 쌀누룩)의 180% 물(2.7 L), 수침 전 백미 무게 기준 50%의 쌀누룩(500 g)과 증자미를 넣었다. 효모는 전 배양액 5 mL (효모수 2.1×10⁶/mL)를 넣었다. 처리구간에 동일한 생균수를 접종하였다. 용기의 상부를 랩으로 막고 위에 뚜껑을 가볍게 닫은 후 랩과 용기 뚜껑을 포함한 총 무게를 측정하였다. 발효는 25°C 수육조상(Fermenter, Dasol Scientific Co., Hwaseong, Korea)에서 하였다. 매일 1회 유사한 시간에 잘 저어주며 총 무게를 측정하여 증발 무게를 기록하였다. 무게 편차가 2 g 미만일 때까지(10일) 발효하였다. 발효가 끝나면 4°C에서 7,000 rpm (9,280×g force)으로 30분간 원심분리(Hitachi CR22G III, Hitachi Co., Ltd., Tokyo, Japan)하여 상층액을 약주로 사용하였다. 이후 약주의 숙성을 가속화하기 위해 45°C 배양기(DS-80-3, Dasol Scientific Co.)에서 14일간 저장한 후 숙성 약주로 사용하였다.

숙성 약주의 이화학적 성분 분석

숙성 약주의 이화학적 성분 분석은 국제청 주류분석 규정(14)을 따랐다. pH는 pH 미터기(Orion 3 Star Benchtop pH meter, Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, MA, USA)로 측정하였다. 총산은 시료 10 mL를 취하여 100 mL용 삼각플라스크에 넣고 0.1 N 수산화나트륨(NaOH) 용액으로 pH 8.2가 될 때까지 적정하여 그 값을 아세트산(acetic acid)으로 환산하여 나타내었다. 가용성 고형분(°Brix) 함량은 디지털 굴절계(PR-201, Atago Co., Tokyo, Japan)를 사용하여 측정하였다. 알코올 함량은 시료 10 mL를 증류 및 냉각 장치에 연결하여 가열하여 증류액을 약 80 mL 이상 받고 100 mL까지 증류수로 정용하였다. 증류액을 잘 혼합한 다음 주정계(Dongmyeong, Seoul, Korea)를 사용하여 눈금을 읽고 주정분 온도 환산표로서 15°C로 보정하여 알코올 농도(% v/v) 함량으로 나타내었다. 휘발산 함량은 알코올 분석용 증류액 30 mL를 취하여 삼각플라스크에 넣고 0.01 N 수산화나트륨으로 pH 8.2가 될 때까지 적정하여 소비된 0.01 N 수산화나트륨을 아세트산으로 환산하여 표시하였다. 환원당은 Dinitrosalicylic acid (DNS) 법(15)을 변형하여 측정하였다. 즉, 희석된 여과액을 1 mL에 DNS 시약 3 mL를 가하여 수육조(B-490, BUCHI, Flawil, Switzerland)에서 5분간 가열시킨 후 급냉하고 여기에 증류수 5 mL를 첨가하여 분광광도계(UV-visible spectrophotometer, JP/U-2000 spectrophotometer, Hitachi Co., Ltd.)를 이용하여 550 nm에서 흡광도를 측정하였다. 이때 당 정량은 포도당(glucose)을 표준물질로 사용하여 상기의 방법으로 작성한 표준곡선으로부터 환산하였다. 아미노산도는 시료 10 mL를 100 mL 삼각플라스크에 취한 다음, 페놀프탈레인 지시약 2-3방울을 가하여 0.1 N 수산화나트륨용액으로 엷은 분홍색이 나올 때까지 적정하였다. 여기에 중성포르말린

용액 5 mL를 넣어 원래의 색이 나오게 한 후 다시 0.1 N 수산화나트륨용액으로 엷은 분홍색이 나올 때까지 적정하여 소비된 용액의 양(mL)으로 표시하였다. 갈색도는 여과(0.45 µm, Merk Millipore Ltd., Carrigtwohill, Cork, Ireland)후 분광광도계(UV-visible spectrophotometer)를 이용하여 430 nm에서 흡광도를 측정하여 나타내었다. 색도는 색차계(Hunterlab Ultra Scan Pro, Hunters Associates Laboratory, Inc., Reston, VA, USA)를 이용하여 명도(lightness, L), 적색도(redness, a), 황색도(yellowness, b), 및 색차(E)값을 측정하여 나타내었다. 철(Fe)과 망간(Mn) 함량은 식품공전에 준하였다(16).

유리질소화합물 함량 측정

유리질소화합물은 아미노산 자동 분석기(L-8900, Hitachi Co., Ltd.)를 사용하였다. 시료 5 mL에 5% 트리클로로초산(trichloroacetic acid, Junsei Chemical Co., Ltd., Tokyo, Japan) 5 mL를 첨가한 후 원심분리(4°C, 12,000×g, 15 min)하였다. 상등액을 회수한 다음 0.02 N 염산(HCl)으로 5배 희석하고 여과(0.2 µm, Merk Millipore Ltd.)한 것을 분석하였으며, 분석조건은 제조사의 매뉴얼을 따랐다(17). 즉, PF#2622 (4.6×60 mm, Hitachi Co., Ltd.) 칼럼(column)을 사용하였으며 칼럼 오븐(column oven)의 온도는 57°C, 반응장치(reactor)의 온도는 136°C로 설정하였고 발색에는 닌히드린(ninhydrin; Wako pure chemical Industrial, Ltd., Osaka, Japan) 용액을 사용하였다.

휘발성 향기성분

휘발성 향기성분은 가스크로마토그래피(GC2010, Shimadzu Co., Kyoto, Japan)를 사용하여 분석하였다. 분석용 칼럼은 HP-INNO-WAX (60 m×0.25 mm I.d.×0.25 µm film thickness, J&W Scientific, Agilent Co., Santa Clara, CA, USA)를 사용하였으며 검출기(Flame Ionization Detector, FID)로 검출하였다. 칼럼 오븐(column oven)의 온도는 45°C (5분 정지), 5°C/min 승온, 100°C (5분), 10°C/min 승온, 200°C (10 min)로 프로그램하였다. Carrier gas는 N₂가스를 사용하였으며 flow rate는 22.0 cm/sec (linear velocity), split ratio는 50:1로 설정하였고 주입기(injector)의 온도는 250°C, 검출기(detector)의 온도는 280°C로 하였다. 시료는 여과(0.2 µm, Millipore Co.)한 다음 바로 주입하였다.

이취 강도 검사

전통주 관련 관능검사에 경험이 많은 농업과학원 연구원으로 평소에 약주의 이취(노주취) 검사에 훈련된 9명의 패널에 의하여 도정도를 달리한 쌀누룩 약주의 가속숙성에 따른 이취 강도 검사를 하였다. 이취가 매우 강한 것을 5점으로 하고 매우 약한 것을 1점으로 하는 5점 척도로 평가하였으며 관능요원에게 제공된 시료는 모두 난수표를 이용하여 3자릿수로 시료 번호를 지정하여 제공하였다.

통계분석

모든 데이터는 3회 반복 측정하였으며, 평균±표준편차로 표시하였다. 통계분석은 SPSS 프로그램 12.0 버전을 이용하여 품질특성과 관능특성(이취강도)에 대하여 처리구간의 유의적인 차이를 알아보기 위해 일원분산분석(One-way ANOVA)을 실시하였다. 시료간 유의적인 차이가 있을 경우, α=0.05 수준에서 Duncan의 다중범위 검정을 실시하였다. 이외에 도정도가 증가함에 따라 쌀누룩제조 숙성 약주 품질 특성의 경향성을 파악하기 위해 도정도를 연속형 변수로 처리하여 회귀분석(Regression Analysis)을 실

시하여 경향성을 위한 유의확률값(p for trend)을 계산하였다. 또한, 숙성 전후의 품질 특성 차이는 대응 표본 t-검정(Paired t-test)을 실시하여 살펴보았다. 관능적 특성과 이화학적/기계적 품질 특성 간의 관계 및 도정도에 따른 쌀누룩제조 숙성 약주의 특성을 살펴보기 위해 각 특성의 평균값을 이용하여 다중 요인 분석(Multiple Factor Analysis, MFA)과 부분최소제곱회귀분석(Partial Least Square Regression Analysis, PLSR)을 실시하였다. 이 중 다중 요인 분석은 독립변수가 전후 관계이거나 또는 반복 측정인 경우에 이들 간의 관련성을 시각적으로 요약하는데 유용한 분석이며, PLSR은 독립변수가 같은 서로 다른 데이터 간에 관련성을 분석하는데 유용한 시각화 통계기법이다. 다중 요인 분석 및 부분최소제곱회귀분석은 XLSTAT(XLSTAT version 2014, Addinsoft, Paris, France) program을 사용하여 분석하였다.

결과 및 고찰

숙성 약주의 이화학 성분

숙성 약주의 이화학 성분을 Table 1과 2에 나타내었다. 무기성분 중 철과 망간 함량을 제외한 pH ($p < 0.01$), 총산, 가용성 고형분, 알코올, 휘발산, 환원당 및 아미노산도는 모든 처리구간에 유의적인 차이를 보였으며($p < 0.001$) 특히 pH와 아미노산도는 도정도가 높은 누룩을 사용한 약주일수록 유의적으로 감소하는 경향을 보였다(p for trend < 0.05 , Table 1). 이것은 도정도를 많이 한 누룩을 사용할 경우, 쌀 단백질질을 분해하여 아미노산을 생성하는 단백질 분해효소의 함량이 감소함으로 비롯되었을 것이라고 추

측된다. 연구 결과에 따르면(18), 도정도를 많이 할수록 쌀누룩의 단백질 분해효소인 산성 프로테이스(protase)와 산성 카복시-펩티데이스(carboxy-peptidase)의 함량이 줄어드는 것을 확인할 수가 있었다.

숙성 약주의 색 특성을 보여주는 Table 2에서는 갈색도, 명도, 적색도, 황색도 및 색차 모두 처리구간에 유의적인 차이를 보이거나 숙성 약주의 색에 도정도에 따른 쌀누룩이 미치는 영향을 경향성으로 보는 Table 2의 p for trend 결과에서 보듯이 도정도가 증가함에 따라 색이 짙어지거나 옅어지지 않았다. 이는 청주의 경우, 숙성 중에 차차 적갈색으로 변하게 되는데 이는 아미노 카보닐 반응에 의한 것으로 무기물 중 망간(Mn) > 구리(Cu) > 철(Fe) 순으로 촉진시킨다. 또한, 청주 숙성 중의 아세트알데하이드(acetaldehyde) 및 피루브산(pyruvic acid) 증가에도 철, 구리가 영향을 주는 것으로 보고되었다(19). 이는 약주에서도 숙성에 무기물이 관여할 수 있을 것으로 생각된다. 숙성 전의 약주에서 철 함량은 처리구 간에 유의하지 않았지만 망간(Mn) 함량은 0% = 50% > 10% > 70% > 30% 처리구 간에 유의적인 차이를 나타냈다(data not shown). 숙성 전의 철과 망간 함량과 색과 관련 있는 특성인 갈색도, 적색도, 황색도, 색차와의 상관분석 결과는 상관이 없는 것으로 분석되었다(data not shown).

숙성 전후 도정도 별 약주의 이화학적 특성 비교

도정도를 달리한 쌀누룩으로 담근 약주의 숙성 전과 숙성 후 각 품질 특성 간의 차이에 대해 알아보기 위해서 대응 표본 t-검정을 실시하였다(Table 3, 4). t 값으로 나타냈으며, 각 특성에서

Table 1. Physicochemical properties of aged yakju made from rice nuruk with different degrees of milling (%)

	Degrees of milling (%)					p value	p for trend ²⁾	
	0	10	30	50	70			
pH	4.63±0.01 ^{1)a}	4.62±0.04 ^e	4.74±0.14 ^a	4.61±0.05 ^a	4.33±0.16 ^b	0.006	0.035 (-)	
Total acid (% w/v)	0.31±0.00 ^d	0.36±0.00 ^e	0.34±0.00 ^b	0.33±0.00 ^c	0.31±0.00 ^d	0.000	0.662	
Soluble solid (°Brix)	17.27±0.06 ^b	19.43±0.06 ^c	16.87±0.12 ^d	17.27±0.06 ^b	17.03±0.06 ^c	0.000	0.146	
Alcohol (% v/v)	17.00±0.00 ^b	18.50±0.57 ^e	17.50±0.28 ^b	17.05±0.21 ^b	18.15±1.20 ^b	0.020	0.375	
Volatile acid (mg/L)	89.93±0.90 ^d	115.07±1.01 ^b	135.73±2.48 ^a	116.60±1.91 ^b	98.67±0.58 ^c	0.000	0.547	
Reducing sugar (mg/mL)	70.65±0.82 ^c	77.80±2.74 ^e	67.01±0.55 ^d	78.41±1.70 ^a	73.68±0.94 ^b	0.000	0.453	
Amino acidity (mL)	7.28±0.09 ^b	7.51±0.02 ^e	6.89±0.05 ^c	6.35±0.08 ^d	5.21±0.03 ^e	0.000	0.000 (-)	
Mineral (mg/100 mL)	Fe	0.17±0.01	0.21±0.07	0.15±0.02	0.15±0.00	0.16±0.03	0.471	0.353
	Mn	0.29±0.01	0.31±0.04	0.31±0.01	0.31±0.00	0.31±0.01	0.845	0.344

¹⁾Mean±standard deviation (n=3).

²⁾p for trend was calculated using regression analysis to perform the trend test. The degrees of milling (independent variables) were treated with continuous variables

^{a-d)}Means in a row by different superscripts are significantly different at 5% significance level by Duncan's multiple range test.

Table 2. Color properties of aged yakju made from rice nuruk with different degrees of milling (%)

	Degrees of milling (%)					p value	p for trend ²⁾
	0	10	30	50	70		
Brownness (A ₄₃₀)	0.46±0.03 ^{1)d}	0.64±0.00 ^b	0.46±0.00 ^d	0.68±0.00 ^a	0.53±0.00 ^c	0.000	0.348
L	93.02±0.00 ^c	91.58±0.01 ^d	94.20±0.01 ^a	91.20±0.01 ^c	93.88±0.02 ^b	0.000	0.576
a	-1.54±0.01 ^c	-0.97±0.01 ^b	-1.85±0.02 ^d	-0.74±0.01 ^a	-2.00±0.01 ^e	0.000	0.479
b	26.12±0.01 ^c	34.21±0.01 ^b	24.53±0.01 ^e	35.12±0.02 ^a	25.02±0.03 ^d	0.000	0.877
E	27.16±0.01 ^c	35.25±0.01 ^b	25.29±0.01 ^e	36.22±0.01 ^a	25.85±0.01 ^d	0.000	0.863

¹⁾Mean±standard deviation (n=3).

²⁾p for trend was calculated using regression analysis to perform the trend test. The degrees of milling (independent variables) were treated with continuous variables

^{a-d)}Means in a row by different superscripts are significantly different at 5% significance level by Duncan's multiple range test.

Table 3. Comparison of physicochemical properties of *yakju* with different degrees of milling before and after aging according to paired *t*-test

	Degrees of milling (%)									
	0	<i>t</i> -value	10	<i>t</i> -value	30	<i>t</i> -value	50	<i>t</i> -value	70	<i>t</i> -value
pH	Before	4.69±0.05 ¹⁾	4.72±0.03	4.66±0.03	4.69±0.05	4.69±0.05	4.69±0.05	4.48±0.03	4.48±0.03	1.482
	After	4.63±0.01	4.62±0.04	4.74±0.14	4.61±0.05	4.61±0.05	4.61±0.05	4.33±0.16	4.33±0.16	
Total acid (% w/v)	Before	0.30±0.01	0.31±0.01	0.34±0.01	0.33±0.01	0.33±0.01	0.33±0.01	0.31±0.01	0.31±0.01	0.000
	After	0.31±0.00	0.36±0.00	0.34±0.00	0.33±0.00	0.33±0.00	0.33±0.00	0.31±0.00	0.31±0.00	
Soluble solid (°Brix)	Before	16.33±0.06	17.17±0.06	16.53±0.21	17.50±0.00	17.50±0.00	17.50±0.00	16.73±0.06	16.73±0.06	-5.196**
	After	17.27±0.06	19.43±0.06	16.87±0.12	17.27±0.06	17.27±0.06	17.27±0.06	17.03±0.06	17.03±0.06	
Alcohol (% v/v)	Before	15.87±0.12	16.53±0.31	16.87±0.31	17.50±0.00	17.50±0.00	17.50±0.00	16.73±0.06	16.73±0.06	-0.333
	After	17.00±0.00	18.50±0.57	17.50±0.28	17.05±0.21	17.05±0.21	17.05±0.21	17.03±0.06	17.03±0.06	
Volatile Acid (mg/L)	Before	116.07±14.23	113.67±2.39	130.80±14.15	145.93±2.73	145.93±2.73	145.93±2.73	137.80±7.37	137.80±7.37	8.744**
	After	89.93±0.90	115.07±1.01	135.73±2.48	116.60±1.91	116.60±1.91	116.60±1.91	98.67±0.58	98.67±0.58	
Reducing sugar (mg/mL)	Before	68.68±1.06	73.75±3.15	69.28±1.43	81.91±0.45	81.91±0.45	81.91±0.45	77.84±1.00	77.84±1.00	3.865
	After	70.65±0.82	77.80±2.74	67.01±0.55	78.41±1.70	78.41±1.70	78.41±1.70	73.68±0.94	73.68±0.94	
Amino acidity (mL)	Before	6.64±0.13	6.74±0.08	6.40±0.11	6.41±0.04	6.41±0.04	6.41±0.04	4.88±0.20	4.88±0.20	-2.568
	After	7.28±0.09	7.51±0.02	6.89±0.05	6.35±0.08	6.35±0.08	6.35±0.08	5.21±0.03	5.21±0.03	
Mineral (mg/100mL)	Fe	0.16±0.03	0.17±0.01	0.15±0.01	0.15±0.00	0.15±0.00	0.15±0.00	0.14±0.02	0.14±0.02	-0.429
	Mn	0.17±0.01	0.21±0.07	0.15±0.02	0.15±0.00	0.15±0.00	0.15±0.00	0.16±0.03	0.16±0.03	
	Before	0.31±0.01	0.31±0.00	0.31±0.00	0.31±0.00	0.31±0.00	0.31±0.00	0.30±0.00	0.30±0.00	-1.000
	After	0.29±0.01	0.31±0.04	0.31±0.01	0.31±0.00	0.31±0.00	0.31±0.00	0.31±0.01	0.31±0.01	

¹⁾Mean±standard deviation (*n*=3).
p*<0.05, *p*<0.01, ****p*<0.001.

Table 4. Comparison of color properties of *yakju* with different degrees of milling before and after aging according to paired *t*-test

	Degrees of milling (%)									
	0	<i>t</i> -value	10	<i>t</i> -value	30	<i>t</i> -value	50	<i>t</i> -value	70	<i>t</i> -value
Browness (A ₄₃₀)	Before	0.19±0.01 ¹⁾	0.14±0.00	0.13±0.00	0.13±0.00	0.13±0.00	0.13±0.00	0.12±0.00	0.12±0.00	-122.000***
	After	0.46±0.03	0.64±0.00	0.46±0.00	0.68±0.00	0.68±0.00	0.68±0.00	0.53±0.00	0.53±0.00	
L	Before	97.34±0.00	97.96±0.01	98.34±0.01	98.33±0.01	98.33±0.01	98.33±0.01	98.55±0.01	98.55±0.01	404.434***
	After	93.02±0.00	91.58±0.01	94.20±0.01	91.20±0.01	91.20±0.01	91.20±0.01	93.88±0.02	93.88±0.02	
a	Before	-1.31±0.02	-1.14±0.00	-1.08±0.01	-1.17±0.01	-1.17±0.01	-1.17±0.01	-1.17±0.01	-1.17±0.01	71.880***
	After	-1.54±0.01	-0.97±0.01	-1.85±0.02	-0.74±0.01	-0.74±0.01	-0.74±0.01	-2.00±0.01	-2.00±0.01	
b	Before	12.55±0.01	9.72±0.01	8.33±0.03	8.69±0.01	8.69±0.01	8.69±0.01	7.97±0.01	7.97±0.01	-852.500***
	After	26.12±0.01	34.21±0.01	24.53±0.01	35.12±0.02	35.12±0.02	35.12±0.02	25.02±0.03	25.02±0.03	
ΔE	Before	12.90±0.00	10.01±0.00	8.57±0.00	8.93±0.00	8.93±0.00	8.93±0.00	8.19±0.00	8.19±0.00	-701.737***
	After	27.16±0.01	35.25±0.01	25.29±0.01	36.22±0.01	36.22±0.01	36.22±0.01	25.85±0.01	25.85±0.01	

¹⁾Mean±standard deviation (*n*=3).
p*<0.05, *p*<0.01, ****p*<0.001.

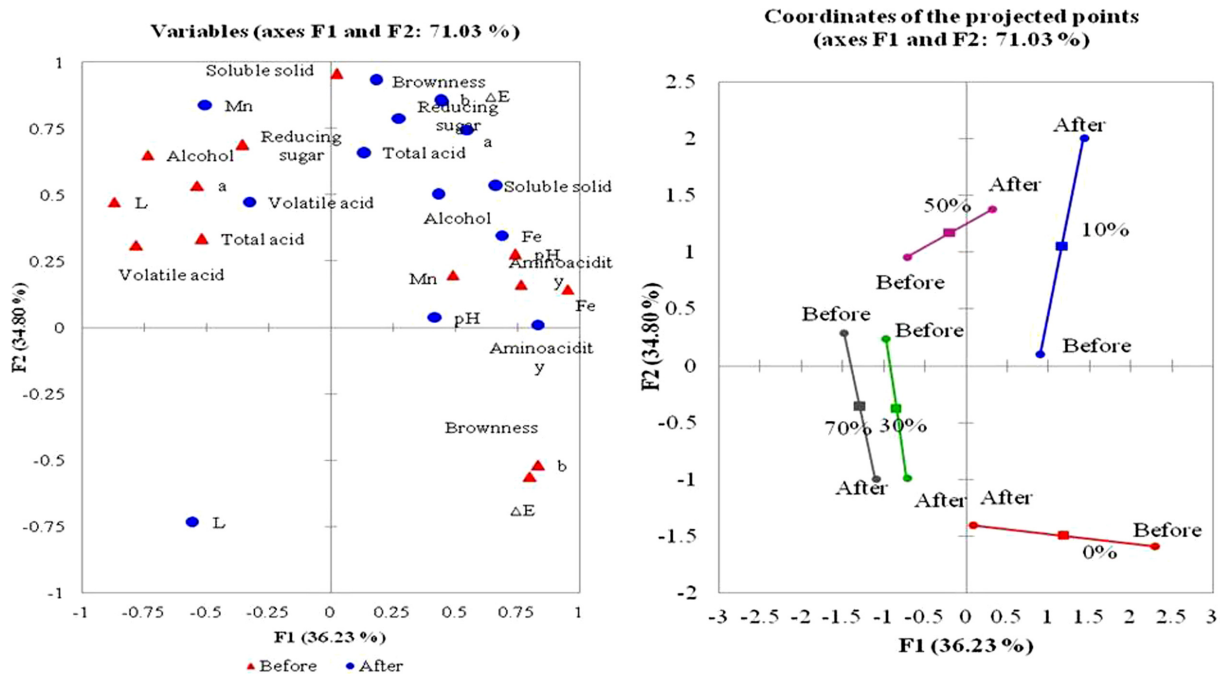


Fig. 1. Quality changes of yakju between before and after aging by multiple factor analysis.

-값은 숙성 후에 평균값이 증가한 것을 나타내고 +값은 숙성 후에 평균값이 감소한 것을 나타낸다. Table 3에 나타난 바와 같이, pH, 환원당, 철, 망간을 제외한 모든 특성에서 숙성 전후에 유의적인 차이를 보였다. 특히, 갈색도, 황색도, 색차는 도정도에 상관없이 모든 처리구에서 숙성 후에 평균값이 유의적으로 증가한 것으로 나타났고 명도(Lightness)를 나타내는 L 값은 모든 처리구에서 숙성 후에 평균값이 유의적으로 감소하는 것으로 나타났다 (Table 4). 즉, 숙성 약주의 색은 숙성 후 더 짙은 색으로 변화됨을 알 수 있었다. 적색도 값은 0, 30, 70% 도정 쌀누룩 약주에서 숙성 전과 비교했을 때 숙성 후에 유의적으로 감소하는 반면, 10, 50%는 유의적으로 증가하는 것으로 볼 수 있다. 술의 저장 중 연황색에서 시간이 길어질수록 더 진행해 황갈색을 띠는 것은 당-아미노 반응인(Maillard reaction) 비효소적 갈변에 의한 결과로 추정된다. 그러나, Kang 등의 연구에 따르면(20), 이것은 당류와 아미노 화합물의 축합반응이 자연 발생적으로 진행되면서 환원당이나 유리당의 감소로 알 수 있다고 하는데 이 연구에서는 환원당의 경우 숙성 전후에 유의적인 차이를 나타내지 않았고 가용성 고형분 함량의 경우, 30% 도정 쌀누룩 약주를 제외하고 나머지 처리구에서 숙성 후 오히려 증가하는 경향을 나타냈다. 이것은 Oka 등(8)의 연구에서 보여주는 것과 같이, 당만이 당-아미노 반응에 관여하는 것이 아니라 아미노산의 종류, pH, 온도 등과 관련이 있어 당만으로는 얘기할 수 없음을 나타낸다. 아미노산도는 50% 도정 쌀누룩 약주를 제외하고 모든 처리구에서 숙성 후에 유의적으로 증가함을 나타내었다. 숙성 약주의 철, 망간의 함량은 숙성 전후에 유의적인 차이가 없는 것으로 나타났다. 철은 당-아미노 반응을 촉진해 풍미를 떨어뜨리는 것으로 알려져 있고, 망간의 경우에는 빛 조사에 의한 착색의 촉매 역할을 하는 것으로 알려져 있으며 빛에 의한 착색과 이취 발생은 유사한 산화 과정을 거치므로 착색은 이취 발생과 관계가 있는 것으로 보고되었다(21).

숙성 전후 도정도 별 약주의 품질 특성에 대한 다중 요인 분석

숙성 전후 약주의 품질 특성과 시료와의 관계 분석을 위하여 다중 요인 분석(Multiple Factor Analysis: MFA)을 실시한 결과, 제 1요인(F1)과 제 2요인(F2)이 각각 36.23%와 34.80%의 설명력을 보였으며, 전체 설명력은 71.03%로 60% 이상의 유의적인 설명력을 나타냈다(Fig. 1). Factor loading 값이 절대값 0.75 이상인 일반 성분들을 살펴보면, 숙성 전 약주의 경우, 제 1주성분 양의 방향으로 pH, 아미노산도, 철, 갈색도, 황색도 및 색차가 서로 높은 연관성을 보였으며, 이와 관련된 시료는 대조구(0%), 10%로 나타났다. 음의 방향으로는 휘발산 함량, 명도 및 알코올이 서로 높은 연관성을 보였고, 이와 관련된 시료로는 도정 30%와 도정 70%로 나타났다. 제 2주성분으로는 가용성 고형분 함량이 양의 방향으로 factor loading값 1에 근접하게 위치하였으며, 이와 관련된 시료로는 50% 시료로 나타났다.

숙성 후 약주의 경우, 제 1주성분 양의 방향으로 아미노산도가 factor loading 값이 0.75 이상으로 나타났으며, 이와 관련된 시료로는 도정 10% 누룩 사용 약주로 나타났다. 제 2주성분의 경우에는 양의 방향으로 망간, 환원당, 갈색도, 색차, 적색도 및 황색도가 서로 높은 연관성을 보였으며, 이와 관련된 시료로는 도정 10% 누룩 사용 약주와 도정 50% 누룩 사용 약주로 나타났다. 음의 방향으로는 명도 값이 factor loading값 0.75 이상으로 나타났으며, 관련된 시료로는 0, 30 및 70% 시료로 나타났다. 황색도 및 색차는 모두 숙성 여부와 관계 없이 10% 시료와 연관성이 높았다. 또한, 명도 값의 경우에는 숙성 여부와 관계 없이 30%, 70% 시료와 관련성이 높았으며, 숙성 후에는 휘발산 함량, 명도 값의 연관성이 낮아지는 경향을 보였다.

유리질소화합물 함량 측정

주류에 있어서 아미노산은 쌀이나 누룩에 함유되어 있는 단백질이 누룩의 효소 등에 의해 생성되며(22) 맛, 색, 향 등에 관여

Table 5. Comparison of free nitrogenous compounds of *yakju* with different degrees of milling before and after aging according to paired *t*-test

	Degrees of milling (%)									
	0	10	30	50	70	<i>t</i> -value	50	70	<i>t</i> -value	
Alanine	Before	347.79±2.62 ¹⁾	344.80±32.68	336.08±11.96	327.86±17.09	345.53±24.25		345.53±24.25		4.395
	After	353.19±4.37	352.01±4.59	305.14±0.67	3.464	290.83±1.78	2.774	290.83±1.78	253.74±5.28	
Ammonia	Before	32.34±0.24	26.25±0.41	24.43±3.54	-14.312*	21.82±9.52	-5.498	21.82±9.52	22.28±5.06	-11.087
	After	66.60±0.48	68.50±0.38	60.00±0.03		62.11±0.84		62.11±0.84	52.82±1.16	
Arginine	Before	119.26±0.12	13.26±6.18	17.04±8.68	1.117	25.12±1.05	-5.298	25.12±1.05	106.72±2.02	0.955
	After	130.51±3.96	16.69±0.03	9.98±0.26		40.95±3.18		40.95±3.18	103.98±2.04	
Aspartic acid	Before	212.15±2.56	217.52±19.01	214.62±7.99	2.500	202.85±13.09	1.650	202.85±13.09	182.88±11.69	4.287
	After	231.44±3.96	230.93±0.01	198.50±1.12		186.92±0.56		186.92±0.56	138.35±3.00	
Cysteine	Before	107.88±9.19	109.38±17.67	422.42±16.52	28.123*	101.19±6.89	4.836	101.19±6.89	335.59±16.57	22.711*
	After	102.91±5.01	85.39±5.48	83.54±0.53		64.58±3.81		64.58±3.81	56.13±0.84	
Glutamic acid	Before	287.86±28.29	318.57±29.24	301.85±11.90	0.790	290.84±20.34	1.188	290.84±20.34	276.58±22.51	4.126
	After	353.01±66.56	354.03±2.00	294.92±0.50		269.75±4.76		269.75±4.76	216.89±2.06	
Glycine	Before	193.84±1.42	199.31±18.04	196.14±6.04	4.593	188.45±8.55	3.619	188.45±8.55	187.99±13.36	4.515
	After	195.04±1.97	199.63±2.55	174.03±0.77		164.25±0.91		164.25±0.91	135.69±3.02	
Histidine	Before	99.37±0.15	103.40±9.78	106.91±4.93	3.444	97.83±7.87	2.620	97.83±7.87	93.92±2.07	9.503
	After	100.46±0.58	96.55±0.18	94.98±0.02		83.65±0.22		83.65±0.22	72.21±1.16	
Isoleucine	Before	164.15±9.39	161.44±24.98	168.77±6.66	4.033	153.85±9.61	2.437	153.85±9.61	145.05±5.98	7.357
	After	167.40±0.37	155.99±9.78	150.30±0.18		125.57±6.81		125.57±6.81	105.25±1.67	
Leucine	Before	330.22±10.20	339.55±42.66	352.34±14.84	4.075	317.69±20.70	2.710	317.69±20.70	292.80±15.52	5.857
	After	328.53±1.79	329.43±10.66	308.17±0.49		264.96±6.82		264.96±6.82	211.45±4.12	
Lysine	Before	222.11±0.21	229.97±21.93	232.92±12.82	3.479	221.19±15.04	3.415	221.19±15.04	248.59±6.64	9.000
	After	223.28±0.74	217.49±0.42	201.98±0.25		187.13±0.94		187.13±0.94	182.30±3.78	
Methionine	Before	72.93±5.15	9.77±2.39	12.20±0.09	-282.211**	80.36±5.03	7.433	80.36±5.03	11.69±0.49	-130.207**
	After	66.94±0.74	55.06±4.63	66.01±0.35		36.95±3.23		36.95±3.23	49.45±0.91	
Ornithine	Before	31.26±0.56	39.15±2.85	33.79±9.80	2.359	35.17±5.79	4.135	35.17±5.79	39.64±8.55	3.244
	After	27.40±3.39	25.17±0.11	17.70±0.16		16.99±0.42		16.99±0.42	17.33±1.18	
Phenyl alanine	Before	250.28±26.45	254.13±46.80	278.61±12.54	3.785	261.97±19.07	1.926	261.97±19.07	241.30±0.42	29.223*
	After	262.93±0.64	244.91±27.18	242.78±0.86		209.04±19.79		209.04±19.79	181.10±2.48	

Table 5. Comparison of free nitrogenous compounds of *yakju* with different degrees of milling before and after aging according to paired *t*-test

	Degrees of milling (%)									
	0	10	30	50	70	<i>t</i> -value	50	<i>t</i> -value	70	<i>t</i> -value
Phospho ethanol amine	Before	1.61±0.00 ¹⁾	2.07±0.10	2.05±0.94	6.53±0.38	13.42±2.22	-1.277	20.63±16.00	13.42±2.22	-8.861
	After	12.41±0.51	19.57±0.27	11.47±0.03	-13.745*	29.32±0.32			29.32±0.32	
Phospho serine	Before	68.71±1.40	69.40±6.45	73.87±6.55	-2.638	71.83±1.83	-1.648	78.27±6.19	71.83±1.83	-15.838*
	After	90.08±2.59	130.11±1.04	85.80±0.15	-560.769**	109.44±1.52			109.44±1.52	
Proline	Before	216.42±0.05	213.77±17.09	210.64±7.78	-15.595	241.90±16.58	3.055	202.22±10.66	241.90±16.58	0.984
	After	218.08±4.96	320.68±7.40	283.54±7.59	7.162	219.47±15.65	18.701*	179.04±0.07	219.47±15.65	5.479
Sarcosine	Before	30.29±0.47	30.09±2.95	31.15±1.59	0.000	14.53±1.27	0.226	29.48±1.33	14.53±1.27	0.191
	After	15.31±0.15	14.15±0.20	12.35±0.01	-1.756	8.69±0.23	-0.283	11.99±0.01	8.69±0.23	0.812
Serine	Before	176.68±0.41	174.02±14.75	156.96±5.61	-6.130	156.74±13.86	-0.033	165.31±9.07	156.74±13.86	3.019
	After	184.93±2.31	180.40±1.13	149.98±0.70	-42.818*	117.97±3.07	3.250	148.53±0.26	117.97±3.07	-11.143
Taurine	Before	1.67±0.14	1.32±0.10	1.66±0.34	-90.300**	3.15±0.53	9.491	2.10±0.03	3.15±0.53	2.959
	After	4.02±0.21	4.47±0.09	3.38±0.05	-1.330	2.81±0.06	-76.381**	2.53±2.18	2.81±0.06	-6.972
Threonine	Before	112.5±0.82	108.43±9.30	100.72±3.80	165.909**	99.65±7.56	3.250	100.27±6.00	99.65±7.56	5.263
	After	121.54±0.96	120.58±0.48	101.82±0.19	-1.342	78.89±2.17	-0.617	100.41±0.25	78.89±2.17	8.117
Valine	Before	250.43±3.18	7.85±1.86	9.36±0.77	-1.444	18.64±13.49	1.779	227.82±12.40	18.64±13.49	4.537
	After	252.72±0.73	240.25±3.07	230.58±0.33	-2.327	148.57±3.01	-76.381**	193.91±2.35	148.57±3.01	
α-amino adipic acid	Before	35.24±0.06	36.19±3.31	38.69±1.71	165.909**	33.91±6.86	9.491	36.78±2.32	33.91±6.86	
	After	26.12±0.01	25.96±0.29	24.22±0.29	1.342	18.64±0.44	-76.381**	23.25±0.30	18.64±0.44	
α-amino butyric acid	Before	1140.30±90.40	187.14±40.13	216.97±10.24	1.342	191.37±8.51	-76.381**	191.00±8.15	191.37±8.51	
	After	707.32±365.92	874.52±63.16	866.08±2.20	-2.327	601.16±91.64	-76.381**	711.53±1.49	601.16±91.64	
β-alanine	Before	9.65±11.99	16.33±6.68	23.48±1.44	-2.327	27.26±0.26	-0.617	22.69±2.21	27.26±0.26	
	After	35.76±3.88	38.64±18.88	43.03±0.22	-0.174	34.65±1.73	-0.617	30.75±16.24	34.65±1.73	
β-amino iso butyric acid	Before	43.33±17.80	56.71±13.69	72.88±3.31	-0.174	72.75±1.86	1.541	64.35±5.04	72.75±1.86	
	After	45.37±1.16	44.19±17.69	50.27±0.04	-1.444	50.51±2.01	1.779	41.01±16.39	50.51±2.01	
γ-amino butyric acid	Before	91.84±4.00	84.44±12.41	90.02±3.53	-1.444	100.05±6.19	1.779	93.89±5.82	100.05±6.19	
	After	97.40±9.45	82.06±6.88	73.11±0.32	-1.444	75.96±1.32	1.779	77.67±7.08	75.96±1.32	

¹⁾Mean±standard deviation (*n*=3). **p*<0.05, ***p*<0.01, ****p*<0.001.

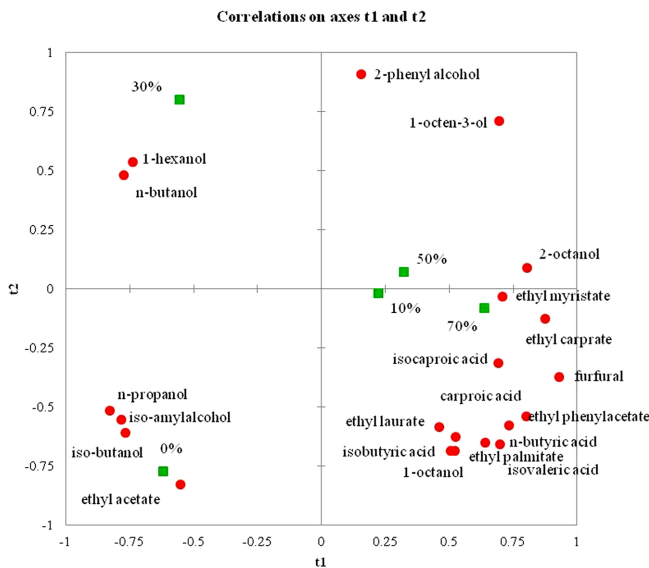


Fig. 2. PLSR loading illustrating the relationship between volatile compounds and intensity of off flavor of aged yakju with different degrees of milling.

하는 것으로 나타났다. 특히, 아미노산은 저장 중에 향기 물질로 변화하게 된다. 청주가 숙성을 하게 되면 상큼한 술 고유의 향이 사라지고 노(老)향이러 하는 이취가 생성되는데 이 향은 몇 가지의 향기 성분이 합쳐진 향으로 대표적인 향은 3-히드록시-4,5-디메틸-2(5H)-플라본(3-hydroxy-4,5-dimethyl-2(5H)-flavon; HDMF)으로 보고되었다. 이것의 생성은 아미노산 중 하나인 트레오닌에서 비롯된 것으로 보고되었다(18). Table 5는 숙성 전후의 유리질소 화합물 함량 차이를 나타내주고 대응 표본 t-검정을 실시한 결과이다. 위에서 언급한 대로 아미노산이 향기 물질로 변환되기 위해 사용되었다면 숙성 후 유의적인 차이로 감소할 것이라는 예상과는 달리 분석된 유리질소화합물 거의 대부분이 차이를 나타내지 않았다. 이것은 생주에 잔존하고 있는 효소에 의해(18) 사용과 동시에 생성되는 것으로 생각된다. 한편, 알라닌, 시스테인, 히스티딘, 페닐알라닌, 트레오닌, 발린 등 주요 아미노산은 도정을 많이 한 누룩을 사용할수록 약주에서 숙성 후 더 낮은 함량을 나타내었다.

휘발성 향기 성분

헥사놀(1-hexanol)을 비롯한 분석된 21가지의 숙성 약주에서의 휘발성 향기 성분이 관능적 특성에 미치는 영향을 살펴보기 위해 부분최소제곱회귀(PLSR: Partial Least Square Regression)분석을 실시하였다(Fig. 2). Chun 등에 따르면(23), 향기 성분은 아미노산과 퓨셀유와의 반응에서, 메일라드 반응의 중간 생성물이 잉여의 아미노산들과 반응하는 스트레커(strecker) 반응으로부터 생성되는 알데하이드(aldehydes) 등에 의해 생성되기도 하며, 당이

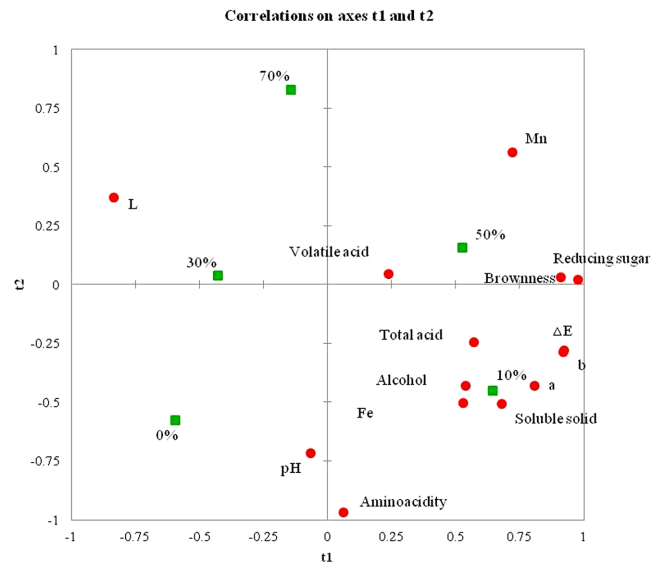


Fig. 3. PLSR loading illustrating the relationship between the quality properties and intensity of off flavor of aged yakju with different degrees of milling.

나 지방 성분과의 상호 반응이나 이들로부터 유래된 중간 유도체 등에 의해 생성되는 것으로 보고되었다. 이취의 강도 검사(Table 6)의 분산 분석 결과에서와 같이 이취 강도의 세기가 가장 컸던 50% 도정 쌀누룩 약주를 비롯하여 그 다음 순인 10% 도정 쌀누룩 약주, 그리고 70% 도정 쌀누룩 약주에서 많은 종류의 향기 성분과 양의 상관 관계를 나타냈다. 특히 오래된 술에서 검출된 주요 성분 중 하나인 아이소발레르산(isovaleric acid)(21), 푸르푸랄(furfural) 등이 50, 10, 70% 도정 쌀누룩 약주와 강한 관계가 있다는 것을 볼 수 있었다.

이취 강도 검사

숙성 후 이취 강도 검사 결과는 Table 6에서 나타내었다. 처리구 간에 유의적인 차이는 보였지만 도정을 많이 한 쌀누룩은 생산해 내는 효소의 함량도 적고 쌀 자체에 포함된 전분이나 단백질 성분도 적어지므로(18) 도정을 많이 한 쌀누룩 사용 약주에서 이취가 덜 날 것이라는 예상과는 달리 도정을 하지 않은 쌀누룩을 사용한 약주에서 가장 적은 이취가 생성되었고(1.88±1.36) 반면 도정을 많이 한 누룩을 사용한 약주가 많은 이취를 생성하였다(50, 70% 쌀누룩 약주, 50%>10%>70%>30%>0%). 숙성 약주의 일반 특성과 이취 강도 검사와의 상관 분석 결과는 유의적으로 상관인 것으로 나타났지만(data not shown) Table 2에서 보는 바와 같이, 갈색도의 정도를 나타내면 50%>10%>70%>30%>0% 이므로 당-아미노 반응에 의해 생성된 갈색과 이취는 동시에 일어나는 것으로써 갈색의 정도가 심할수록 이취도 심해질 것이라는 것(18)에 어느 정도는 일치하는 것으로 판단된다.

Table 6. The intensity of off flavor of aged yakju prepared with nuruk having different degrees of milling after aging

	Degrees of milling (%)					F value
	0	10	30	50	70	
Intensity of off flavor	1.88±1.36 ^{1b)}	3.75±1.04 ^{a)}	2.75±1.58 ^{ab)}	3.88±0.99 ^{a)}	3.63±1.77 ^{a)}	3.040 [*]

¹⁾Mean±standard deviation (n=3).

^{a)}Means in a row by different superscripts are significantly different at 5% significance level by Duncan's multiple range test.

^{*}p<0.05

숙성 약주의 품질 특성과 관능평가(이취 강도 검사) 간의 상관 관계

숙성 약주의 품질 특성이 이취의 강도 검사에 유의미한 영향이 있는지 살펴보기 위하여 선행 연구에서 이용된 식품의 이화학적 특성이 관능적인 특성에 미치는 영향이 유의미한지 알아보기 위한 분석인(24) 부분최소제곱회귀(PLSR)분석을 사용하였다(Fig. 3). 이취의 강도(Table 6)에 대한 차이검정 결과에서와 같이 이취의 강도의 세기가 가장 컸던 50% 도정 쌀누룩 약주를 비롯하여 그 다음 순인 10% 도정 쌀누룩 약주는 L 값과 pH를 제외하고 모든 품질 특성과 높은 관련성을 나타냈다. 또한, 50% 도정 쌀누룩 약주는 갈색도, 환원당, 휘발산, 망간과 강한 특성을 나타냈다. 이는 이러한 특성들이 50% 도정 쌀누룩의 이취와 관련 있는 것으로 생각될 수 있다. 또한, 10% 도정 쌀누룩의 이취와 관련 있는 특성으로는 근접해 있는 가용성 고형분, 적색도, 황색도 및 색차 등인 것으로 생각된다.

요 약

도정도를 달리한 쌀누룩이 약주의 가속 숙성에 따른 품질 변화에 미치는 영향을 알아보기 위해 도정도를 (0, 10, 30, 50, 및 70%) 달리한 쌀누룩으로 담긴 약주를 45°C에서 2주간 가속 숙성한 후 약주의 이화학적 변화 및 관능적 특성(이취강도)을 살펴보았다. 그 결과, 처리구 간의 이화학적 특성 분석 중 철, 망간의 함량을 제외하고 유의적인 차이를 나타냈다. 또한, 도정도에 따른 쌀누룩의 영향에 뚜렷한 경향은 보이지 않았지만, 아미노산의 경우, 대체적으로 도정도가 큰 쌀누룩을 사용할수록 작은 수치를 보였다. 숙성 전후의 약주의 특성 차이를 분석한 결과, 모든 처리구에서 숙성 후 갈색도(A₄₃₀), 명도(L), 적색도(a), 황색도(b) 및 색차(ΔE)에서 유의적으로 증가됨을 알 수 있었다. 숙성 후 이취 강도 검사(강함 5점, 약함 1점)에서는 도정을 하지 않은 쌀누룩(도정 0%) 사용 약주가 이취의 강도가 약함을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 농촌진흥청 공동연구사업(과제번호: PJ01144102)의 지원에 의해 이루어진 것이며, 연구비 지원에 감사드립니다.

References

1. Lim SB, Jwa MK, Mok CK, Park YS. Changes in microbial counts, enzyme activity and quality of *Foxtail millet yakju* treated with high hydrostatic pressure during storage. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 33: 576-581 (2004)
2. Lee DH, Kang HY, Lee YS, Cho CH, Kim SJ, Lee JS. Quality of Korean *yakju*. *Korean J. Microbiol. Biotechnol.* 39: 274-280 (2011)
3. Kang HY, Lee SK, Ly SY. Quality characteristics of *Umbilicaria esculenta yakju* added with grapefruit seed extract during storage. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 45: 239-246 (2016)
4. Lee JS, Lee TS, Park SO, Noh BS. Flavor components in mash of *takju* prepared by different raw materials. *Korean J. Food Sci. Technol.* 28: 316-323 (1996)

5. Kang MY, Park YS, Mok CK, Chang HG. Improvement of shelf-life of *yakju* by membrane filtration. *Korean J. Food Sci. Technol.* 30: 1134-1139 (1998)
6. Noh JM, Kang JE, Choi JH, Jeong ST, Choi HS. Changes in physicochemical properties of *yakju* prepared by accelerated aging without protease. *Korean J. Food Sci. Technol.* 46: 702-709 (2014)
7. Isogai A. Aged flavor of sake and its precursor. Available from: http://www.kitasangyo.com/e-Academy/b_tips/back_number/BFD_28. Accessed Aug. 2, 2014.
8. Oka ST, Tateishi SC, Sato SC. Contributions of amino-carbonyl reaction, caramelization and some other reaction to browning of sake. *Agr. Biol. Chem.* 33: 565-571 (1969)
9. Sato S, Nakamura KI, Tadenuma MT. Photochemical coloring reaction of sake presence of kynurenic acid as photosensitizer in sake. *Agr. Biol. Chem.* 35: 308-313 (1971)
10. Chun AR, Kim DJ, Yoon MR, Oh SK, Choi IS, Hong HC, Kim YG. Effect of milling degree on the physicochemical and sensory quality of *Sogokju*. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 41: 136-142 (2012)
11. Kim SR, Ahn JY, Lee Hy, Ha TY. Various properties and phenolic acid contents of rices and rice brans with different milling fractions. *Korean J. Food Sci. Technol.* 36: 930-936 (2004)
12. Kwon YH, Lee AR, Kim HR, Kim JH, Ahn BH. Quality properties of *makgeolli* brewed with various rice and *koji*. *Korean J. Food Sci. Technol.* 45: 70-76 (2013)
13. Baek SY, Kim JY, Yun HJ, Choi JH, Choi HS, Jeong ST, Yeo SH. Quality characteristics of *makgeolli* and *nuruk* grain inoculated with *Aspergillus oryzae* N041. *J. East Asian Soc. Dietary Life.* 21: 877-881 (2011)
14. National Tax Service Liquors License Aid. Analysis provisions of alcoholic beverages. Available from http://i.nts.go.kr/menu/data_board/data_view.asp?tax_code=700&board_seq=2. Accessed May. 5, 2015.
15. Luchsinger WW, Cornesky RA. Reducing power by the dinitrosalicylic acid method. *Anal. Biochem.* 4: 346-347 (1962)
16. Ministry of Food and Drug Safety. Food code. Available from: <http://www.foodsafetykorea.go.kr/portal/safefoodlife/food/foodRvlv/foodRvlv.do>. Accessed Mar. 6, 2015.
17. Hitachi High-Technologies Corporation. L-8900 Amino Acid Analyzer. Available from: <http://www.hitachi-hitec.com/global/science/lc/18900.htm#ju-mp> 2. Accessed Feb. 3, 2015.
18. Bae SM, edit & translation. Issue of Brewing Society of Japan. Sake manufacture technology. Woo Gok publishing company, Seoul, Korea. pp. 186-453 (2008)
19. Brewing Society of Japan. Components of the alcoholic beverages. Shin Nippon Printing Co. Ltd., Tokyo, Japan. p. 11 (1999)
20. Kang YJ, Oh YJ, Koh JS. Non thermal process and quality change of *Foxtail millet yakju* by micro filtration. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 34: 277-284 (2005)
21. Kim KW, Kim JH, Noh BS, Ahn BH, Yeo SH, Cho HC. *Makgeolli* and *yakju* science and application. Soohak Sa, Seoul, Korea. pp. 49-211 (2012)
22. Kang JE, Choi HS, Kim JW, Kim CW, Yeo SW, Jeong ST. Quality characteristics of *yakju* with *nuruk* extracts. *Korean J. Food Sci. Technol.* 48: 223-230 (2016)
23. Chun MS, Kim SJ, Noh BS. Analysis of free amino acids and flavors in fermented jujube wine by HPLC and GC/MS. *Korean J. Food Sci. Technol.* 44: 779-784 (2012)
24. Choi NS, Chung SJ, Choi JY, Kim HW, Cho JJ. Physico-chemical and sensory properties of commercial Korean traditional soy sauce of mass-produced vs. small scale farm produced in the Gyeonggi area. *Korean J. Food Nutr.* 26: 553-564 (2013)