

근적외분광법을 이용한 권련 중 일반각초, 팽화주맥 및 팽화각초 배합비 분석

김용옥* · 정한주 · 김기환
한국인삼연초연구원
(2000년 5월 13일 접수)

The Prediction of Blending Ratio of Cut Tobacco, Expanded Stem, and Expanded Cut Tobacco in Cigarettes using Near Infrared Spectroscopy

Y. O. Kim*, H. J. Chung and K. H. Kim
Korea Ginseng and Tobacco Research Institute
(Received May 13, 2000)

ABSTRACT : This study was carried out to predict blending ratio of cut tobacco(CT), expanded stem(ES), and expanded cut tobacco(ECT) in cigarettes. CT, ES, and ECT samples from A brand were, ground and blended with reference to A blending ratio, and scanned by near infrared spectroscopy(NIRSystem Co., Model 6500). Calibration equations were developed and then determined blending ratio by NIRS.

The standard error of calibration(SEC) and performance(SEP) of C factory samples between NIRS and known blending ratio were 0.97%, 1.93% for CT, 0.50%, 1.12 % for ES and 0.68%, 1.10% for ECT, respectively. The SEP of CT, ES and ECT of B and D factory samples determined by C factory calibration equation were more inaccurate than those of C factory samples determined by C factory calibration equations. These results were caused by the difference of CT, ES and ECT spectra followed by each factory. The SEP of CT, ES and ECT of B and D factories determined by calibration equations derived from each factory samples were more accurate than those of determined by calibration equation derived from C factory samples. Each factory SEP of CT, ES and ECT determined by calibration equation derived from all calibration samples(B+C+D factory) was similar to that determined by calibration equation derived from each factory samples. To improve the analytical inaccuracy caused by spectra difference, we need to apply a specific calibration equation for each factory sample. Data in development of specific calibrations between sample and NIRS spectra might supply a method for rapid determination of blending ratio of CT, ES, and ECT.

Key Words : blending ratio, near infrared spectroscopy, calibration equation

*연락처 : 305-345 대전광역시 유성구 신성동 302 번지, 한국인삼연초연구원

*Corresponding author : Korea Ginseng and Tobacco Research Institute, 302 Shinseong -Dong, Yusong-Ku, Taejeon 305-345, Korea

권련 제조에 사용되는 황색종, 버어리종, 오리엔트종 등의 잎담배를 각 제품담배 배합비로 균일하게 배합하는 것은 품질균일화(물리, 화학성 및 키크미)를 위해 매우 중요하다. 그러나 권련 중 잎담배 종류별 배합비를 균일화하기 위해 해결하여야 할 선결 조건인 권련 중 잎담배 종류별 배합비 조사 방법은 육안이나 용매분리법(팽화각초)에 의존하여 많은 시간과 노력 소요되며, 배합비 분석결과도 개인 편차발생 등의 영향으로 객관성이 낮은 것이 현실이다. 따라서 권련중 잎담배 종류별 배합비 균일화를 위해서는 신속하고 객관적으로 권련중 담배종류별 배합비를 분석하는 방법 개발이 필요한 실정이다. 최근 외국의 경우 근적외분광법으로 사료작물에서 생물학적 조성비를 신속하고 객관적으로 분석하는 방법이 개발되어 사용되고 있다. 근적외분광법을 이용하여 사료작물에서 생물학적 조성비를 연구한 사례는 hay와 pasture 조성비(Colman 등, 1985), 토올페스큐와 화이트클로우버 조성비(Petersen 등, 1987), 알팔파와 라이그래스 조성비(Shaffer 등, 1990), 코카시안 블루우스텨프와 cheat grass 조성비(Coleman 등, 1990), 알팔파와 스무스 브로움그래스 조성비(Moore 등, 1990), 목초와 콩과작물 조성비(Garcia-Criado 등, 1991), 남방형목초와 콩과작물(Pitman 등, 1991) 조성비 분석이 보고되어 있다. 또한 일본에서는 권련중 팽화각초, 판상엽 및 주맥의 배합비를 분석한(Yamazaki 등, 1997) 결과가 보고되었다. 따라서 본 시험은 제품담배 중 일반각초, 팽화주맥 및 팽화각초 배합비를 근적외분광법으로 신속하고 객관적으로 분석하기 위해 원료 담배종류 별로 검량식을 작성하고, 작성한 검량식으로 배합비를 분석하여 분석의 정확도가 높은 검량식을 선별하여 권련 담배 중 배합비를 분석하고자 수행하였다.

재료 및 방법

본 시험에 사용된 일반각초(황색종+버어리종+오리엔트종+판상엽), 팽화주맥 및 팽화각초 시료는 A 제품담배에 사용되는 것을 B, C, D 제조장에서 각각 2차 가향전에 채취하였다. 채취한 시료를 2차 가향후 건조, 분쇄하여(Cyclotec, model 1093),

A 제품담배 배합비(일반각초 80%, 팽화주맥 6%, 팽화각초 14%)를 고려하여 일반각초 63~91%, 팽화주맥 2~20%, 팽화각초 7~28% 범위로 3 종류 담배를 시험설계에 따라 배합하여(기지의 배합비), 각 시료무게 5g 내외의 검량식 작성시료와 확인시료(검량식 작성에 사용되지 않는 시료)를 조제하였다. 조제한 시료를 근적외분광기(NIRSystem 사, Model 6500) 표준시료컵에 채우고 파장 400~2500nm에서 확산반사 스펙트럼을 얻었다. 각 제조장별 검량식 작성시료 근적외 스펙트럼을 1차 미분하고 8nm 간격으로 4개 점을 평균한 후, 4개 상호 확인그룹으로 나누어 각 시료 주성분 점수를 계산하여, 주성분 점수와 기지의 배합비로 수정부 분자승(modified partial least square) 방법(Infrasoft international, 1992)으로 검량식을 작성하여 검량식 작성시료와 확인시료를 분석하였다. 아울러 제조장 별 검량식 작성시료 스펙트럼을 모두 합하여 동일한 방법으로 검량식을 작성하여 각 제조장별 검량식 작성시료와 확인시료를 분석하였다. A 제품담배중 배합비 분석시료는 2차 가향후, 각초 사이로전과 후, 권상기호퍼(hopper) 및 권련을 각각 3분 간격으로 10점 채취하여, 건조 분쇄 후 근적외분광법으로 분석하였다. 근적외분광 분석법의 정확도는 검량식 작성시료와 확인시료를 근적외분광법으로 분석한 결과와 기지의 배합비와의 표준오차, bias, 기울기, 결정계수(R^2)로 나타내었다.

결과 및 고찰

C 제조장 검량식 작성시료의 근적외 스펙트럼과 기지의 배합비로 검량식을 작성하고, 작성된 검량식으로 검량식 작성시료를 분석하여 기지의 배합비와 비교한 결과는 Table 1과 같다.

근적외분광법으로 분석한 결과를 기지의 배합비와 비교한 결과 표준오차(SEC)는 일반각초 0.97%, 팽화주맥 0.50%, 팽화각초는 0.68%로, 결정계수(R^2)는 0.97~0.98로 나타나 근적외분광 분석결과와 기지의 배합비 간에는 고도의 상관성이 인정되었다. A 제품담배 배합비를 고려한 분석정확도는 일반각초가 가장 높았고 팽화주맥, 팽화각초 순

Table 1. The calibration statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco derived from C factory samples

Tobacco type	N ¹⁾	Mean	SEC ²⁾ (%)	R ²
Cut tobacco	243	78.43	0.97	0.97
Expanded stem	235	6.26	0.50	0.98
Expanded leaf	240	15.36	0.68	0.98

1) Sample number

2) Standard error of calibration

으로 나타났다.

C 제조장 시료로 작성한 검량식으로 C, B 및 D 제조장의 검량식 확인 시료를 분석하여 기지의 배합비와 비교한 결과는 Table 2와 같다.

근적외분광법으로 분석한 결과와 기지의 배합비 간의 표준오차(SEP), bias, 기울기(slope), 결정계수를 비교한 결과 일부시료에서는 다소의 변이가 있으나 대체적으로 C 제조장 검량식 확인시료가 B와 D 제조장 검량식 확인시료에 비해 분석의 정확도가 높게 나타나, 검량식 작성시료와 확인시료가 동일한 제조장이 분석의 정확도가 높았다.

검량식 작성시료와 확인시료가 동일한 제조장이 상이한 제조장에 비해 분석의 정확도가 높은 원인 (Table 2의 결과)을 조사하기 위해 B, C, D 제조장의 검량식 작성 및 확인시료 조제에 사용된 담배 종류별 스펙트럼을 비교한 결과는 Fig. 1과 같다

제조장별로 일반각초, 팽화주맥 및 팽화각초는 1800~2100nm 부근과 여러 파장범위에서 스펙트럼이 차이를 보였다(스펙트럼 유효수치 : 소숫점 4 자리). 따라서 이러한 스펙트럼차이(시료 변이)가 검량식 작성시료와 확인시료가 동일한 것에 비해 상이한 경우, 분석의 정확도가 낮아지는 원인으로 작용한 것으로 고찰된다. 근적외분광 분석방법은 시료변이에 따라 분석의 정확도가 달라지는 약점을 가지고 있으며, 이를 해결하기 위해서는 다양한 시료변이를 포함하는 다수의 시료가 검량식 작성에 사용되어야한다고 보고(Birth 등, 1987) 되어 있다.

제조장 별로 스펙트럼 차이에 의해(Fig. 1) 분석 정확도가 낮아지는 것을 해결하기 위해, 각 제조장 담배 종류별로 검량식 작성시료 근적외 스펙트럼과 기지의 배합비로 검량식을 작성하고, 작성된 검량식으로 검량식 작성시료를 분석한 결과를 기

Table 2. The prediction statistics of C, B and D factory samples using calibration equation derived from C factory samples

Factory	N ¹⁾	Mean (%)	SEP ²⁾ (%)	Bias (%)	Slope	R ²
Cut Tobacco						
C	31	78.85	1.93	1.41	1.03	0.96
B	31	78.85	1.82	-1.06	0.89	0.96
D	31	78.85	11.66	11.48	1.28	0.95
Expanded Stem						
C	30	6.83	1.12	-0.93	0.96	0.98
B	30	6.83	3.30	-3.23	0.96	0.97
D	30	6.83	2.41	-2.27	0.94	0.96
Expanded Cut tobacco						
C	30	15.02	1.10	-0.58	1.05	0.97
B	30	15.02	5.16	4.86	0.80	0.95
D	30	15.02	10.09	-9.93	1.00	0.88

1) Sample number 2) Standard error of performance

근적외분광법을 이용한 권련 중 일반각초, 팽화주막 및 팽화 각초 배합비 분석

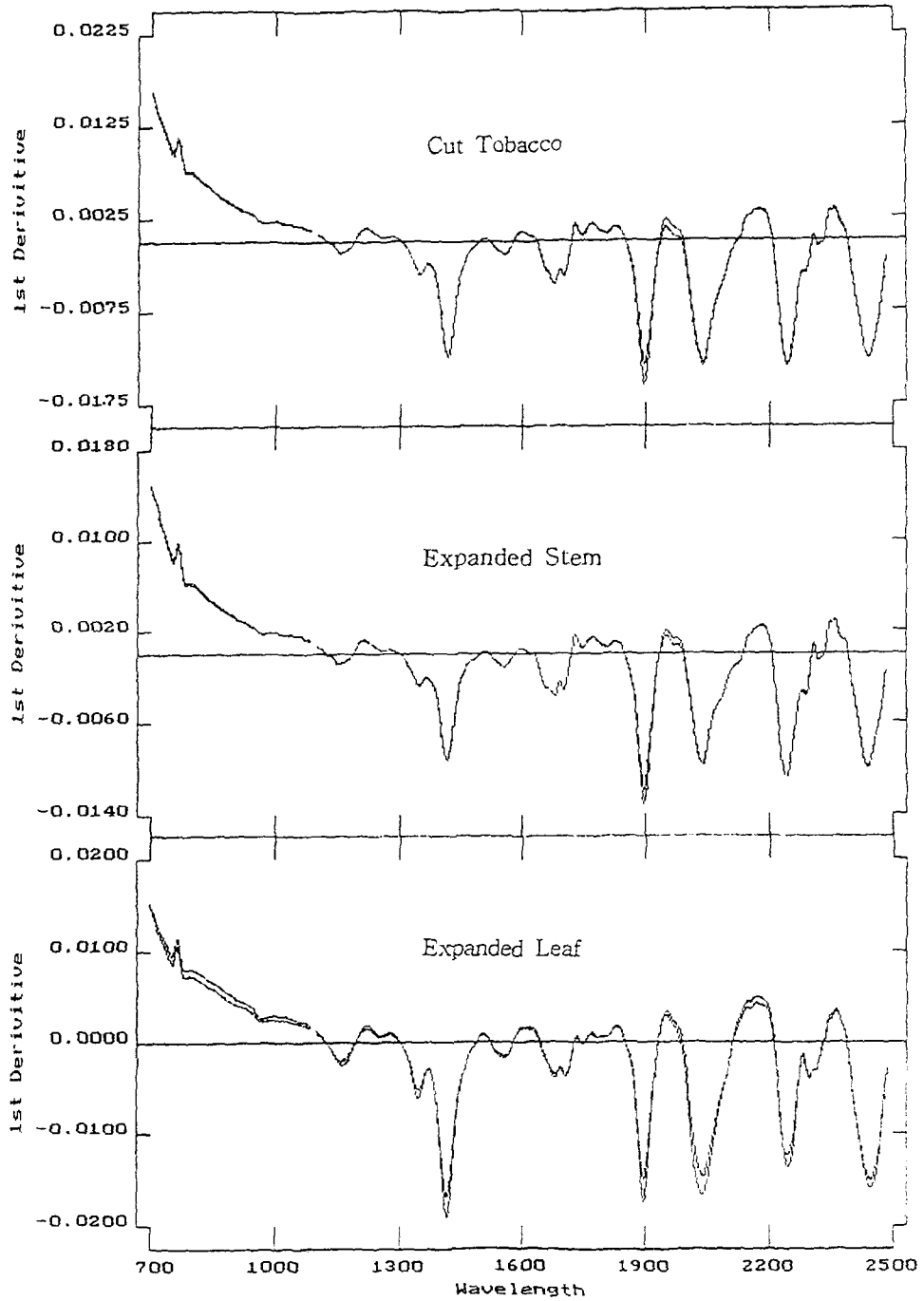


Fig. 1. The 1st derivative spectra difference of cut tobacco expanded leaf and wxpanded stem followed by each factory

Table 3. The calibration statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco followed by each factory samples

Factory	N ¹⁾	Mean (%)	SEC ²⁾ (%)	R ²
Cut Tobacco				
B	102	77.55	0.70	0.99
C	243	78.43	0.97	0.97
D	106	77.78	0.72	0.99
Expanded Stem				
B	99	6.79	0.48	0.99
C	235	6.26	0.50	0.98
D	105	6.79	0.31	0.99
Expanded Cut tobacco				
B	96	16.07	0.68	0.99
C	240	15.36	0.68	0.98
D	105	15.46	0.63	0.99

1) Sample number

2) Standard error of calibration

지의 배합비와 비교한 결과는 table 3와 같다.

근적외분광 분석방법으로 검량식 작성시료를 분석하여 기지의 배합비와 비교한 결과 표준오차 (SEC)와 결정계수는 각 제조창별로 다소 편차를 보이나 전체적으로는 일반각초, 팽화주매 및 팽화각초 모두에서 제조창간 큰 차이가 없는 것으로 나타났다.

각 제조창 담배종류 별로 작성한 검량식으로 각 제조창 검량식 확인시료를 분석한 하여 기지의 배합비와 비교한 결과는 Table 4와 같다

각 제조창별 표준오차(SEP)는 일반각초 1.29~1.93% 팽화주매는 0.44~1.22%, 팽화주매는 1.04~1.26%로 나타났다. Table 4의 B와 D 제조창의 분석결과를 C 제조창 시료로 작성한 검량식으로 B과 D 제조창 시료를 분석한 결과(table 2)와 비교하면 표준오차와 bias가 작아져 분석의 정확도가 향상되는 것을 확인할 수 있었다. 이는 각 제조창 담배 종류별로 검량식이 작성되어 Fig. 1과 같은 동일종류 담배내 스펙트럼의 변이가 검량식에 포함되어 검량식 작성시료(Table 3)와 확인시료 (Table 4) 분석정확도가 높아진 것으로 고찰된다.

Table 4. The prediction statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco using calibration equation derived from each factory samples

Factory	N ¹⁾	Mean (%)	SEP ²⁾ (%)	Bias (%)	Slope	R ²
Cut tobacco						
C	31	78.85	1.67	-0.10	1.11	0.95
B	31	78.85	1.93	1.41	1.03	0.96
D	31	78.85	1.29	-0.27	1.10	0.97
Expanded Stem						
C	30	6.83	0.72	-0.14	1.06	0.97
B	30	6.83	1.12	-0.93	0.96	0.98
D	30	6.83	0.44	-0.06	0.95	0.99
Expanded Cut tobacco						
C	30	15.02	1.04	-0.09	1.11	0.97
B	30	15.02	1.10	-0.58	1.05	0.97
D	30	15.02	1.26	0.13	1.11	0.95

1) Sample number 2) Standard error of performance

각 제조창 담배 종류별로 검량식을 작성하고 시료를 분석하면 분석의 정확도를 높일 수 있으나, 작성된 검량식이 다른 제조창에서 사용이 불가능한 문제점이 있다. 각 제조창 검량식 작성시료 스펙트럼을 합하여 검량식을 재작성하면 모든 제조창에서 사용할 수 있는 범용적인 검량식 작성이 가능할 것으로 예견되어(Birth 등, 1987), 각 제조창의 검량식 작성시료를 합하여 근적외 스펙트럼과 기지의 배합비로 검량식을 작성하고, 작성된

검량식으로 검량식 작성시료를 분석하고 기지의 배합비와 비교한 결과는 table 5와 같다.

각 제조창 검량식 작성시료를 합하여 검량식을 작성하고 작성된 검량식으로 검량식 작성시료를 분석한 결과는 각 제조창 별 검량식 작성시료로 검량식을 작성하여 검량식 작성시료를 분석한 결과에 비해(Table 3) 일반각초, 팽화주맥 및 팽화각초 모두 표준오차가 커지거나 비슷하여 검량식 작성시료 분석정확도가 다소 낮았다.

각 제조창의 검량식 작성시료를 합하여 작성한 검량식으로 각 제조창별 검량식 확인시료를 분석하여 기지의 배합비와 비교한 결과는 Table 6과 같다

각 제조창의 검량식 작성시료를 합하여 작성한 검량식으로 각 제조창의 검량식 확인시료를 분석한 결과는, 각 제조창별 검량식으로 검량식 확인시료를 분석한 결과 비해(Table 4) 다소 변이를 보이나 표준오차, bias 및 기울기(slope)는 전체적으로 비슷하거나 낮아, 분석정확도가 비슷하였다. 이는 각 제조창의 검량식 작성시료를 합하여 검량식을 작성하였기 때문에 각 제조창 동일 담배종류내

Table 5. The calibration statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco derived from all calibration samples

Tobacco type	N ¹⁾	Mean (%)	SEC ²⁾ (%)	R ²
Cut tobacco	486	78.19	1.06	0.97
Expanded Stem	477	6.61	0.50	0.98
Expanded Cut tobacco	481	15.37	0.90	0.98

1) Sample number

2) Standard error of calibration

Table 6. The prediction statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco using calibration equation derived from all calibration samples

Factory	N ¹⁾	Mean (%)	SEP ²⁾ (%)	Bias (%)	Slope	R ²
Cut tobacco						
C	31	78.85	0.96	-0.05	0.99	0.98
B	31	78.85	1.32	-0.37	1.04	0.96
D	31	78.85	1.32	0.43	1.02	0.96
Expanded Stem						
C	30	6.83	0.50	0.08	1.01	0.98
B	30	6.83	0.57	-0.12	1.02	0.98
D	30	6.83	0.76	0.31	0.89	0.99
Expanded Cut tobacco						
C	30	15.02	0.88	0.12	1.01	0.97
B	30	15.02	1.05	0.26	1.04	0.96
D	30	15.02	1.42	-0.51	1.03	0.94

1) Sample number 2) Standard error of performance

Table 7. The prediction statistics of cut tobacco, expanded stem and expanded cut tobacco in manufacturing process using calibration equation derived from B factory samples

Process	C.T ¹⁾	E.S ²⁾	E.C.T ³⁾	C.T ¹⁾	E.S ²⁾	E.C.T ³⁾
	----- Mean(%) -----			----- CV(%) -----		
After top dressing	80.82	6.97	12.03	0.20	18.93	10.34
Before silo	80.09	6.93	12.49	0.25	18.60	11.24
After silo	78.61	6.91	13.83	0.29	12.77	12.42
In hopper	78.25	6.97	13.97	2.88	14.32	14.23
After cigarette making machine	78.91	7.35	12.97	3.65	13.39	15.97

1) Cut tobacco 2) Expanded stem 3) Expanded cut tobacco

스펙트럼 변이(Fig. 1)가 검량식에 포함되었기 때문으로 사료되며, 이와 같은 방법으로 스펙트럼의 변이를 보이는 시료를 검량식에 더하여 검량식을 재작성하면 모든 제조장에서 사용할 수 있는 범용적인 검량식 작성이 가능할 것으로 고찰된다. 각 제조장 별로 권련담배 제조시기에 따라 팽화주맥의 등급이 달라지고, 일반각초와 팽화각초도 생산 지역, 기상조건 등에 따라 변이를 보일 것으로 예상되어 범용적인 검량식작성에는 많은 시간과 노력이 소요될 것으로 예상된다. 그러나 근적외분광법으로 권련 중 담배 종류별 배합비가 신속하고 객관적인 분석이 가능하여지면 범용적인 검량식작성에 소요된 시간과 노력은 충분히 보상이 가능할 것으로 판단된다.

B 제조장에서 채취한 시료로 검량식을 작성하고 B 제조장 A 제품담배의 담배 종류별 배합비를 근적외분광법으로 분석한 결과는 Table 7과 같다

Table 7의 성적을 A 제품담배 배합비(재료 및 방법 참조)와 비교하면 일반각초는 비슷하나 팽화주맥은 다소 높게 팽화각초는 다소 낮게 나타났다. 각 담배 종류별 공정간 배합비 변동계수(CV)는 일반각초는 5% 미만으로 균일하게 배합되는 것으로 판단되나, 팽화주맥 및 팽화각초는 10% 이상으로 배합이 불균일한 것으로 나타났다. 이러한 담배 종류별로 배합상태에 차이를 보이는 것은 담배 종류별로 비중, 각초크기 등의 물리성 차이에 기인

하는 것으로 고찰된다.

결 론

권련 중 일반각초, 팽화주맥 및 팽화각초 배합비를 근적외분광법으로 분석하기 위해 A 제품담배에 사용되는 각 담배 종류별 시료를 2차 가향전에 채취하여 검량식 작성시료와 확인시료를 만들어 검량식을 작성하고, 작성된 검량식으로 시료를 분석한 결과는 아래와 같다.

C 제조장 시료로 작성한 검량식으로, 검량식 작성시료를 분석하여 기지의 배합비와 비교한 결과 표준오차와 결정계수(r²)는 일반각초 0.97%, 0.97, 팽화주맥 0.50%, 0.98, 팽화각초 0.68%, 0.98로 나타났다으며, C 제조장 시료로 작성한 검량식으로 C 제조장 검량식 확인시료를 분석하여 기지 배합비와 비교한 결과 표준오차는 일반각초 1.93%, 팽화주맥 1.12%, 팽화각초 1.10%로 나타났다. C 제조장 시료로 작성한 검량식으로 B와 D제조장 시료를 분석한 결과는 C 제조장 시료 분석결과에 비해 표준오차가 커지고 기울기 값이 1.0 범위를 벗어나는 정도가 심하여 분석의 정확도가 낮았는데, 이는 제조장 간 담배 종류별 스펙트럼 차이에 기인한 것으로 생각된다. 각 제조장 담배종류별로 검량식을 작성하고 시료를 분석한 결과 검량식 작성시료와 확인시료가 동일한 제조장인 경우가 상

이한 경우에 비해 분석의 정확도가 높았다. 각 제조창 검량식 작성시료를 합하여 검량식을 작성하고, 작성된 검량식으로 검량식 확인시료를 분석한 결과는 검량식 작성시료와 확인시료가 동일한 제조창의 분석결과와 분석정확도가 비슷한 것으로 나타났다. 이는 각 제조창 담배종류 별 스펙트럼 변이가 검량식에 포함되었기 때문인 것으로 고찰된다. 따라서 시료 스펙트럼의 변이를 포함하는 범용적인 검량식이 작성되면 근적외분광법으로 권련 중 일반각초, 팽화주맥, 팽화각초 배합비의 정확한 분석이 가능할 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- Birth, G. S., I. Murry, R. H. William, H. Martens et al. (1987) Near-infrared technology in the agricultural and food industries. p.1-246. 1st ed., P. C. Williams and K. H. Norries ED., Amer. Asso. of Cereal Chem., Minnesota, U.S.A.
- Coleman, S. W., F. E. Barton II and R. D. Meyer (1985) The use of near-infrared reflectance spectroscopy to predict species composition of forage mixtures. *Crop Sci.* 25; 834-837.
- Coleman, S. W., S. Christiansen and J. S. Shenk (1990) Prediction of botanical composition using NIRS calibrations developed from botanically pure samples. *Crop Sci.* 30; 202-207.
- Garcia-Criado Balbino, Antonia Garcia-Ciudad and M. Esther Perez-Corona(1991) Prediction of botanical composition in grassland herbage samples by near infrared reflectance spectroscopy. *J. Sci. Food Agric.* 57; 507-515.
- Infrasoft international (1992) ISI 3: Routine operation, calibration and network system management software for near infrared instrument. p. 1-145. 1st ed., *Infrasoft international, MD, USA*
- Moore, K. J., C. A. Roberts and J. O. Fritz(1990) Indirect estimation of botanical composition of alfalfa-smooth bromegrass mixtures. *Agron. J.* 82; 287-290.
- Petersen, J. C., F. E. Barton II, W. R. Windham and C. S. Hoveland (1987) Botanical composition definition of tall fescue-white clover mixtures by near infrared reflectance spectroscopy. *Crop Sci.* 27; 1077-1080.
- Pitman, W. D., C. K. Piacitelli, G.E. Aiken and F. E. Barton II(1991) Botanical composition of tropical grass-legume pastures estimated with near-infrared reflectance spectroscopy. *Agron. J.* 83; 103-107.
- Shaffer, J. A., G. A. Jung, J. S. Shenk and S. M. Abrams(1990) Estimation of botanical composition in alfalfa/ryegrass mixtures by near infrared spectroscopy. *Agron. J.* 82; 669-673.
- Yamazaki Hiromoto, Yuichi fukai and Ken-ichi ISEDA(1997) Application of NIR to determine the contents of expanded tobacco, reconstituted tobacco and stem in tobacco mixtures. Papers presented at the meeting of the smoke and technology groups. P. 214-221. Hamburg, Germany 7-11 September, 1997 CORESTA