

## 곡류 내 비타민 E 분석을 위한 추출방법의 비교

- 연구노트 -

이선미 · 이희봉 · 이준수<sup>†</sup>

충북대학교 식품공학과

### Comparison of Extraction Methods for the Determination of Vitamin E in Some Grains

Seon-Mi Lee, Hee-Bong Lee and Junsoo Lee<sup>†</sup>

Dept. of Food and Science Technology, Chungbuk National University, Cheongju 361-763, Korea

#### Abstract

For the determination of vitamin E using high performance liquid chromatography (HPLC), the most critical and time consuming step is the quantitative extraction of all vitamin E homologs from sample matrix. Three different extraction methods were compared to determine vitamin E in grains. Saponification used alkaline hydrolysis followed by solvent extraction. Direct solvent extraction included dispersing the samples in hot water, addition of isopropanol and  $MgSO_4$ , and extraction of the analytes with extracting solvent with Polytron homogenization. Using Soxhlet extraction, the samples were extracted in a Soxhlet apparatus with hexane containing butylated hydroxytoluene (BHT). Vitamin E content in 14 grains were analyzed and compared by three different extraction methods. Generally, the highest values were observed from direct solvent extraction and Soxhlet extraction followed by saponification.  $\alpha$ -Tocopherol equivalent ( $\alpha$ -TE) levels in grains ranged from 0.32  $\alpha$ -TE/100 g in prosomillet to 5.12  $\alpha$ -TE/100 g in black rice.

**Key words:** grains, vitamin E, saponification, direct solvent extraction, Soxhlet extraction

#### 서 론

전 세계적으로 주요작물인 곡류에는 탄수화물, 단백질, 미네랄과 비타민 등의 다양한 영양소를 비롯하여 phenolic compound, flavonoid, lignan, phytic acid 등의 기능성 성분을 함유하고 있다. 이 중 비타민 E는 tocopherol과 tocotrienol을 총칭하는 것으로, 세포막내 불포화 지방산의 산화를 방지하고 혈중 콜레스테롤을 저하시키는 등 심혈관계 질환과 같은 만성적인 질환을 예방하는데 효과적이다. 반면, 곡류는 비타민 E의 좋은 급원이 되나, 주로겨층에 영양성분들이 많이 존재하고 있어 도정도가 증가함에 따라 비타민 E의 손실율은 서로 비례관계를 보인다(1-4).

식품내의 비타민 E를 분석하는 방법은 여러 가지 방법이 있으나 최근에는 비타민 E의 8가지 동족체를 모두 분석할 수 있는 HPLC 방법이 가장 많이 이용되고 있으며(5,6), 검출기로는 검출한계(limit of detection)가 낮은 형광검출기를 많이 이용하고 있다(7,8). 비타민 E의 추출방법으로는 효소적 가수분해(enzymatic hydrolysis), 검화방법(saponification), Soxhlet 추출법, 직접용매추출법(direct solvent extraction) 등이 이용되고 있다. 가장 일반적인 추출방법인 검

화방법은 알칼리 가수분해를 통해 트리글리세라이드(tri-glycerides), 인지질(phospholipids) 그리고 스테롤(sterols)의 ester 결합을 분리하여 비타민 E의 추출을 용이하게 한다. 반면, 지방질이 많은 식품에는 Soxhlet 추출법을 이용하여 비타민 E를 추출하거나 색소의 간섭이 없는 경우에는 직접용매추출법을 이용하기도 한다(8,9). 최근의 연구에 의하면 견과류에 함유되어 있는 비타민 E의 분석 시 추출방법에 따라 그 함량이 다르다고 보고되었으며(8), 또한 같은 방법이라도 추출조건에 따라 그 분석치도 다르다고 보고되었다(9). 따라서 본 연구에서는 14종의 곡류에 함유된 비타민 E의 정확한 함량측정을 위해 검화방법, Soxhlet 추출법 및 직접용매 추출법을 비교하였으며 그 결과를 보고하고자 한다.

#### 재료 및 방법

##### 재료 및 시약

국내에서 소비되고 있는 14종의 곡류(백미, 밀기루, 보리, 늘보리, 현미, 발아현미, 흑미, 차조, 차수수, 율무, 기장, 옥곡, 찹쌀, 옥수수)를 2004년에 청주 대형할인마트에서 구입하여 시료를 균질화한 후 이를  $-20^{\circ}C$ 에서 저장하면서 분석시료로

<sup>†</sup>Corresponding author. E-mail: junsoo@chungbuk.ac.kr  
Phone: 82-43-261-2566. Fax: 82-43-271-4412

사용하였다. 토코페롤과 토코트리에놀 kit는 Merck(Darmstadt, Germany)로부터 구입하였으며 0.01% butylated hydroxytoluene(BHT)이 함유된 *n*-hexane에 녹여 -20°C 이하의 냉동에서 보관하여 사용하였다. 유기용매로는 *n*-hexane, isopropanol, ethyl acetate를 J. T. Baker(Phillipsburg, NJ, USA)로부터 HPLC 등급을 구입하여 이용하였다. 일반 시약은 무수 MgSO<sub>4</sub>을 Sigma(Louis, MO, USA)로부터 구입하였으며 KOH와 NaCl은 Shinyo Pure Chem(Minoo Osaka, Japan)에서 구입하였다. 항산화제로는 BHT, pyrogallol(PG)을 Sigma로부터 구입하였다.

#### 기기 및 분석조건

HPLC 장치로는 Solvent Delivery Pump M930(Young-Lin Inc, Korea)와 Model LC305 형광 검출기(Thermo Separation Products Inc, CA, USA)를 이용하였으며, 분석 컬럼은 Merck(Darmstadt, Germany)로부터 LiChrosphere® Diol 100 column(250×4 mm, i.d. 5 mm)을 구입하여 사용하였으며, 기록계는 JASCO 807-IT(Jasco International Co., Tokyo, Japan)를 이용하였다. 형광검출기의 파장은 excitation wavelength는 290 nm, emission wavelegnth는 330 nm를 이용하였으며 이동상은 1.3%의 isopropanol을 함유한 *n*-hexane으로 유속은 1.0 mL/min였으며 시료 주입량은 20 µL로 하였다.

#### 검화방법(Saponification)

시료를 균질화한 후 7.5~8.0 g의 시료를 취하여 6% PG를 함유한 에탄올 20 mL를 첨가하고 질소가스로 충전한 후, 60% KOH용액 8 mL를 첨가한 후에 다시 질소가스로 재충진하여 냉각기를 연결하였다. 이를 70°C 수욕상에서 50 min 검화시킨 후 냉각하고 2% NaCl 용액을 이용하여 에탄올 농도를 30%로 조절하였다. 0.01% BHT를 함유하고 있는 추출용매(*n*-hexane:ethyl acetate, 90:10, v/v) 15 mL를 첨가하여 3회 반복 추출하였으며 추출액은 무수 MgSO<sub>4</sub>을 통하여 수분을 제거하고 최종 50 mL로 정용하였다. 이 추출액 2 mL를 취하여 질소가스를 이용하여 증발시킨 후 다시 동량의 이동상에 재용해시킨 후 0.45 µm nylon membrane filter(Sartorius, Goettingen, Germany)를 이용하여 여과한 후에 HPLC에 주입하였다(10).

#### 직접용매추출법(Direct solvent extraction)

시료를 균질화한 후 약 5 g 정도의 무게를 취하여 80°C 정도의 증류수 4 mL와 isopropanol 10 mL를 가한 후, 시료 내 수분 제거를 위하여 약 5 g 정도의 무수 MgSO<sub>4</sub>를 첨가한다. 여기에 25 mL의 0.01% BHT를 함유하고 있는 추출용매(*n*-hexane:ethyl acetate, 90:10, v/v)를 가한 후, Polytron homogenizer®를 이용하여 1분간 추출한다. 추출물은 Bell jar filtration 장치(Pyrex®, USA)를 이용하여 균질화된 시료를 여과시킨 후, 남은 잔여물에 isopropanol 5 mL와 추출용매 30 mL를 가하여 재추출하고 여과한다. 이러한 여과액

은 100 mL 메스 플라스크로 옮긴 후 추출용매로 정용하고 추출물 2 mL을 취하여 질소가스로 농축시켜 이동상 1 mL에 재용해시킨다. 이 용액을 0.45 µm nylon membrane filter로 여과한 후에 HPLC에 주입하였다(8).

#### Soxhlet extraction

시료를 균질화한 후 원통여과지에 시료 5 g 정도를 취하고, 수기에 0.01% BHT를 함유하고 있는 추출용매(hexane) 100 mL를 넣어 추출관에 원통여과지를 넣는다. 70~80°C의 항온수조에서 가온하여 4, 8, 12시간 간격으로 추출한 후, 100 mL로 정용한다. 추출물 2 mL를 취하여 질소가스를 이용하여 증발시킨 후 다시 동량의 이동상으로 재용해시킨 후 0.45 µm nylon membrane filter로 여과한 후 HPLC에 주입하였다.

#### α-TE(α-Tocopherol equivalent) 계산식

α-TE를 구하는 식은 다음과 같으며 γ-T3와 δ-T3는 생리활성이 아직 밝혀지지 않아 포함하지 않았다(11). 여기서 T는 토코페롤, T3는 토코트리에놀을 뜻한다.

$$\alpha\text{-TE} = (\alpha\text{-T 함량 mg/100 g} \times 1.0) + (\beta\text{-T 함량 mg/100 g} \times 0.5) + (\gamma\text{-T 함량 mg/100 g} \times 0.1) + (\delta\text{-T 함량 mg/100 g} \times 0.01) + (\alpha\text{-T3 함량 mg/100 g} \times 0.3) + (\beta\text{-T3 함량 mg/100 g} \times 0.05)$$

#### 통계분석

본 연구에서는 비타민 E 추출방법간의 유의적 차이는 SAS 통계 프로그램(SAS Institute, Cary, NC, USA)을 이용하였으며 추출방법간의 차이를 알아보기 위해 two way ANOVA로 분산분석하였다. 평균간의 유의성은 Duncan's multiple range test에 의해 비교하였으며, p<0.05 유의 수준으로 검증하였다.

## 결과 및 고찰

곡류 14종을 직접용매추출법, 검화방법, Soxhlet 추출법을 이용하여 비타민 E를 추출하고 순상 HPLC를 이용하여 분석하였다. 일반적으로 비타민 E의 추출법으로 검화방법이 통용되고 있으나(12), 본 실험에서는 곡류에 함유되어 있는 비타민 E의 추출을 위해 검화방법과 함께 직접용매추출법과 Soxhlet 추출법을 비교하였다. Table 1은 검화방법, 직접용매추출법, Soxhlet 추출법을 이용하여 분석된 값을 나타낸 것이다. 총 14종의 곡류 시료를 3가지 추출방법을 이용하여 추출하고 분석한 결과 백미, 밀가루, 압착보리, 발아현미, 흑미, 차조, 차수수 등 7개의 시료에서는 직접용매추출법에서 가장 높은 분석결과를 나타내었다. 반면, 보리, 현미, 울무, 기장, 오곡쌀, 찹쌀, 옥수수 등 나머지 시료에서는 Soxhlet 추출법을 이용하였을 때 가장 높은 분석치를 나타내었다. 일반적으로 많이 사용되고 있는 검화방법보다는 통

Table 1. Tocopherols and tocotrienols contents using three extraction methods in grains (mg/100 g)<sup>1)</sup>

Sample	Extraction method	$\alpha$ -T <sup>2)</sup>	$\beta$ -T	$\gamma$ -T	$\delta$ -T	$\alpha$ -T <sup>3</sup>	$\beta$ -T <sup>3</sup>	$\gamma$ -T <sup>3</sup>	$\delta$ -T <sup>3</sup>	Total	$\alpha$ -TE <sup>3)</sup>
White rice	Saponification	0.15	Tr <sup>4)</sup>	0.01	0.03	0.14	0.02	0.33	Tr	0.67	0.19
	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>0.46</b>	<b>0.02</b>	<b>0.07</b>	- <sup>5)</sup>	<b>0.40</b>	<b>0.04</b>	<b>0.70</b>	<b>0.03</b>	<b>1.72</b>	<b>0.60</b>
	Soxhlet extraction	0.36	-	0.04	-	0.17	1.11	-	-	1.68	0.47
Wheat flour	4 h	0.27	-	0.04	-	0.14	1.19	-	-	1.64	0.38
	8 h	0.27	-	-	-	0.14	1.14	-	-	1.55	0.37
	12 h	0.17	0.12	0.01	-	0.10	0.84	-	Tr	1.24	0.30
Barley	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>0.24</b>	<b>0.08</b>	<b>0.28</b>	<b>0.01</b>	<b>1.00</b>	<b>0.58</b>	<b>0.38</b>	<b>0.02</b>	<b>2.93</b>	<b>0.98</b>
	Soxhlet extraction	0.22	0.15	0.38	-	0.11	1.13	0.42	-	2.61	0.96
	4 h	0.23	0.16	0.59	-	0.13	1.16	0.54	<b>0.01</b>	<b>4.10</b>	<b>1.69</b>
Rolled barley	8 h	0.19	0.16	0.22	-	1.11	0.22	0.44	-	2.45	0.83
	12 h	0.18	0.01	0.04	Tr	0.50	0.15	0.19	0.02	1.09	0.35
	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>0.49</b>	<b>0.08</b>	<b>0.26</b>	<b>0.01</b>	<b>1.47</b>	<b>0.57</b>	<b>0.59</b>	<b>0.05</b>	<b>3.52</b>	<b>1.03</b>
Brown rice	Soxhlet extraction	0.50	0.03	0.06	-	1.16	0.29	0.31	-	2.35	0.88
	4 h	0.33	Tr	0.15	-	1.13	0.30	0.33	-	2.24	0.70
	8 h	0.39	-	0.28	-	1.33	0.60	-	-	2.60	0.85
Germinated brown rice	Saponification	1.54	0.08	0.20	0.01	1.70	-	2.23	0.06	5.80	2.10
	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>2.51</b>	<b>0.10</b>	<b>0.42</b>	<b>0.01</b>	<b>2.91</b>	<b>-</b>	<b>4.89</b>	<b>1.89</b>	<b>12.72</b>	<b>3.47</b>
	Soxhlet extraction	2.79	0.11	0.33	-	2.84	-	4.53	1.70	12.30	3.73
Black rice	4 h	2.81	0.12	0.40	-	3.00	-	4.28	1.70	12.31	3.81
	8 h	3.28	0.14	0.42	-	3.54	-	5.35	-	12.73	4.45
	12 h	0.70	0.04	0.09	0.01	1.09	-	1.50	0.15	3.57	1.05
Black rice	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>0.93</b>	<b>0.05</b>	<b>0.67</b>	<b>0.05</b>	<b>1.99</b>	<b>-</b>	<b>3.69</b>	<b>1.36</b>	<b>8.74</b>	<b>1.62</b>
	Soxhlet extraction	1.29	0.05	-	0.36	0.22	-	3.64	1.51	7.07	1.39
	4 h	1.39	0.06	-	0.46	0.22	-	3.57	1.41	7.11	1.50
Black rice	8 h	1.28	0.05	-	0.37	0.26	-	3.52	1.39	6.87	1.39
	12 h	1.47	0.09	0.30	0.02	1.46	-	3.13	0.26	6.72	1.98
	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>3.55</b>	<b>0.20</b>	<b>1.02</b>	<b>0.04</b>	<b>4.56</b>	<b>-</b>	<b>10.66</b>	<b>3.69</b>	<b>23.71</b>	<b>5.12</b>
Black rice	Soxhlet extraction	3.44	0.15	0.61	-	3.37	-	6.57	2.48	16.62	4.59
	4 h	2.56	0.15	0.54	-	3.23	-	6.53	0.25	13.26	3.66
	8 h	2.93	0.15	0.67	-	3.29	-	6.61	0.27	13.77	3.98

Table 1. Continued

Sample	Extraction method	$\alpha$ -T <sup>2)</sup>	$\beta$ -T	$\gamma$ -T	$\delta$ -T	$\alpha$ -T3	$\beta$ -T3	$\gamma$ -T3	$\delta$ -T3	Total	$\alpha$ -TE <sup>3)</sup>
Glutinous millet	Saponification	1.44	-	5.52	0.03	0.12	-	0.40	-	7.50	2.03
	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>3.29</b>	<b>Tr</b>	<b>12.50</b>	<b>0.05</b>	<b>1.01</b>	<b>Tr</b>	<b>2.79</b>	<b>1.21</b>	<b>20.84</b>	<b>4.84</b>
	Soxhlet extraction	2.38	-	9.29	0.04	0.18	-	0.73	-	12.62	3.36
Glutinous sorghum	4 h	2.47	-	9.60	0.02	0.17	-	0.55	-	12.81	3.48
	8 h	2.31	-	9.40	0.05	0.12	-	0.58	-	12.46	3.29
	12 h	0.22	-	2.14	0.02	0.09	-	0.02	Tr	2.49	0.46
Job's tears	<b>Direct solvent extraction</b>	<b>0.65</b>	-	<b>5.11</b>	<b>0.05</b>	<b>0.45</b>	-	<b>0.05</b>	<b>0.01</b>	<b>6.32</b>	<b>1.30</b>
	Soxhlet extraction	0.45	-	5.19	0.04	0.16	-	-	-	5.84	1.02
	8 h	0.52	-	5.36	0.05	0.18	-	-	-	6.11	1.11
Prosomillet	12 h	0.58	-	5.30	0.05	0.20	-	-	-	6.13	1.17
	Saponification	0.01	-	1.44	0.15	0.12	-	-	0.10	1.82	0.19
	Direct solvent extraction	0.08	Tr	4.09	0.39	0.24	-	1.88	0.25	6.93	0.57
Five grains <sup>6)</sup>	<b>Soxhlet extraction</b>	<b>0.18</b>	-	<b>4.17</b>	<b>0.37</b>	<b>0.23</b>	-	<b>1.55</b>	<b>0.17</b>	<b>6.67</b>	<b>0.68</b>
	4 h	0.26	-	4.39	0.45	0.22	-	1.64	0.18	7.14	0.78
	12 h	<b>0.28</b>	-	<b>4.25</b>	<b>0.38</b>	<b>0.26</b>	-	<b>1.67</b>	<b>0.17</b>	<b>7.01</b>	<b>0.79</b>
Glutinous rice	Saponification	0.04	0.04	0.69	0.60	0.07	0.02	0.04	-	1.49	0.16
	Direct solvent extraction	0.05	0.07	1.23	0.93	0.04	-	0.04	-	2.35	0.24
	<b>Soxhlet extraction</b>	<b>0.11</b>	<b>Tr</b>	<b>1.27</b>	<b>0.90</b>	-	-	-	-	<b>2.28</b>	<b>0.26</b>
Corn	4 h	0.10	0.08	1.16	0.95	-	-	-	-	2.29	0.28
	8 h	<b>0.14</b>	<b>0.07</b>	<b>1.15</b>	<b>0.92</b>	-	-	-	-	<b>2.28</b>	<b>0.32</b>
	12 h	0.77	0.04	1.43	0.54	0.46	Tr	0.94	0.04	4.22	1.08
Glutinous rice	Direct solvent extraction	0.78	Tr	1.75	0.68	0.48	0.25	1.10	0.38	5.41	1.13
	<b>Soxhlet extraction</b>	<b>1.01</b>	<b>0.06</b>	<b>2.03</b>	<b>0.77</b>	<b>0.61</b>	-	<b>1.02</b>	-	<b>5.50</b>	<b>1.45</b>
	4 h	<b>1.05</b>	<b>0.07</b>	<b>2.06</b>	<b>0.76</b>	<b>0.65</b>	-	<b>0.99</b>	-	<b>5.59</b>	<b>1.51</b>
Glutinous rice	8 h	1.03	0.06	2.03	0.77	0.60	-	1.00	-	5.48	1.47
	12 h	0.43	0.02	0.06	0.01	0.19	-	0.42	0.03	1.16	0.50
	Saponification	0.66	0.06	0.12	-	0.34	0.05	0.84	0.08	2.14	0.80
Corn	Direct solvent extraction	0.82	Tr	0.12	-	0.32	-	0.60	-	1.86	0.93
	<b>Soxhlet extraction</b>	<b>0.78</b>	<b>Tr</b>	<b>0.14</b>	-	<b>0.26</b>	-	<b>0.57</b>	-	<b>1.75</b>	<b>0.87</b>
	4 h	<b>0.85</b>	<b>Tr</b>	<b>0.15</b>	-	<b>0.36</b>	-	<b>0.64</b>	-	<b>2.00</b>	<b>0.97</b>
Corn	8 h	0.19	Tr	1.13	0.04	0.44	0.14	0.90	0.02	2.85	0.44
	12 h	0.19	Tr	1.13	0.04	0.39	0.15	0.81	0.03	2.36	0.69
	Saponification	0.08	Tr	0.16	0.05	0.14	0.09	0.19	-	0.71	0.14
Corn	<b>Soxhlet extraction</b>	<b>0.66</b>	<b>Tr</b>	<b>0.52</b>	<b>0.16</b>	<b>0.58</b>	<b>0.43</b>	<b>1.06</b>	-	<b>3.41</b>	<b>0.89</b>
	4 h	0.12	Tr	0.08	0.08	0.07	Tr	0.12	-	0.47	0.15
	12 h	0.12	Tr	0.08	0.08	0.07	Tr	0.12	-	0.47	0.15

<sup>1)</sup>All samples were assayed in duplicate.

<sup>2)</sup>T and T3 mean corresponding tocopherol and tocotrienol.

<sup>3)</sup> $\alpha$ -Tocopherol equivalent.

<sup>4)</sup>Trace amount (less than 0.01 mg/100 g).

<sup>5)</sup>Not detected.

<sup>6)</sup>Five grains: a mixture of rice, millet, beans, wheat and barnyard millet.

계적으로 직접용매추출법 또는 Soxhlet 추출법을 사용하였을 경우 더 높은 분석치를 얻을 수 있었다( $p < 0.05$ ). 그러나 직접용매추출법과 Soxhlet 추출법 사이에는 유의적인 차이가 나타나지 않았으며 따라서 곡류에 함유되어 있는 비타민 E의 분석에는 검화방법보다는 이 두 방법을 이용하여야 보다 정확한 분석을 할 수 있을 것이다. 특히 Soxhlet 추출법의 경우는 70~80°C에서 장시간 비타민을 추출하게 되는데 높은 온도에서 추출함에도 불구하고 높은 분석치를 얻을 수 있는 이유는 곡류 내 inositol hexaphosphate, ferulic acid, vanillic acid, *p*-cumaric acid가 함유되어 있어 열처리 시 이러한 phenolic acid들이 세포벽으로부터 유리되어 비타민 E의 산화를 억제하는 것으로 생각된다(1). 또한, 이러한 항산화 물질들은 곡류의 처리 및 가공에 따라 많은 영향을 받는다고 보고하였다. 이러한 성분들은 도정도가 적은 곡류(보리, 현미, 밀, 귀리 등)일수록 항산화 물질들이 많이 분포하여 생리적 활성 또한 증가시키는 것으로 보고되었다(2).

직접용매 추출법에서 가장 높은 분석치를 나타낸 백미, 밀가루, 압착보리, 발아현미, 흑미, 찰조, 차수수에서는 각각 0.60, 0.44, 1.03, 1.62, 5.12, 4.84, 1.30  $\alpha$ -TE/100 g으로 분석되었다. Soxhlet 추출법에서 가장 높은 분석치를 나타낸 보리, 현미, 율무, 기장, 오곡쌀, 참쌀, 옥수수에서는 1.69, 4.45, 0.79, 0.32, 1.51, 0.97, 0.89  $\alpha$ -TE/100 g으로 분석되었다. 여기서  $\alpha$ -TE는 비타민 E의 체내활성을 나타내는 것으로 rat fetal resorption assay를 통해 결정된다. 이 방법은 쥐가 임신 후 비타민 E를 결핍시키고 다시 비타민 E를 공급하여 fetal survival rate를 구하는 방법이다.  $\alpha$ -토코페롤의 활성을 기준으로 나머지 동족체의 활성을 비교한 것이며 아직 gamma, delta 토코트리에놀의 활성은 밝혀지지 않은 상태이다(13,14). Piironen 등(12)이 검화방법을 이용한 연구에서

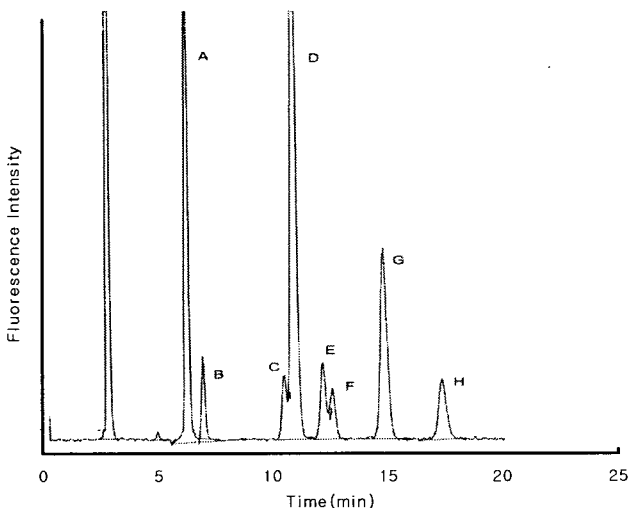


Fig. 1. HPLC chromatogram of standards using fluorescence detector.

A:  $\alpha$ -tocopherol, B:  $\alpha$ -tocotrienol, C:  $\beta$ -tocopherol, D:  $\gamma$ -tocopherol, E:  $\beta$ -tocotrienol, F:  $\gamma$ -tocotrienol, G:  $\delta$ -tocopherol, H:  $\delta$ -tocotrienol.

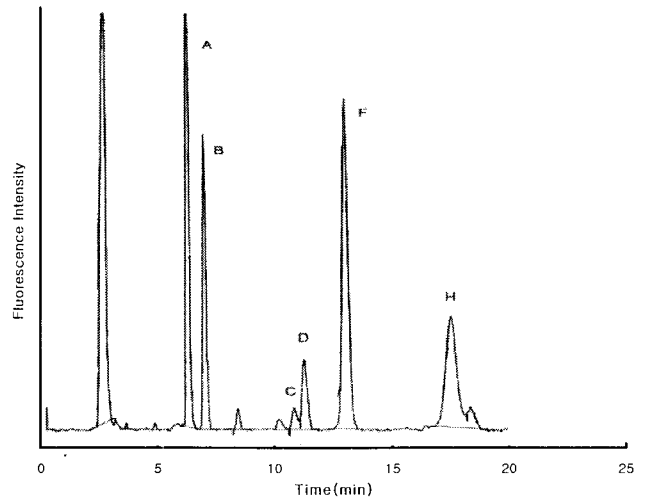


Fig. 2. HPLC chromatogram of a representative sample (black rice) using fluorescence detector.

A:  $\alpha$ -tocopherol, B:  $\alpha$ -tocotrienol, C:  $\beta$ -tocopherol, D:  $\gamma$ -tocopherol, F:  $\gamma$ -tocotrienol, H:  $\delta$ -tocotrienol.

는 보리 0.79~0.88  $\alpha$ -TE/100 g, 현미 0.70~0.84  $\alpha$ -TE/100 g, 백미 0.04~0.10  $\alpha$ -TE/100 g으로 보고하고 있다. 또한 곡류들은 다른 식품군에 비해 토코트리에놀의 함량이 많은 것이 특징이다(Table 1). Qureshi 등(15)의 연구에 의하면 토코트리에놀은 콜레스테롤 합성 과정의 중요한 효소인  $\beta$ -hydroxy- $\beta$ -methylglutaryl coenzyme A reductase의 활성을 억제한다고 보고되어 있다. 본 연구에서는 분석시료 중 흑미에서 비타민 E 유도체 중  $\gamma$ -T3,  $\delta$ -T3가 높은 수준으로 존재하여 콜레스테롤합성 억제와 밀접한 관련이 있을 것으로 사료된다. 비타민 E의 표준물질과 시료내의 비타민 E 크로마토그램은 Fig. 1과 2에 나타내었다.

## 요 약

식품내의 비타민 E를 분석하는 방법은 여러 가지 방법이 있으나 최근에는 비타민 E의 8가지 동족체를 모두 분석할 수 있는 HPLC 방법이 가장 많이 이용되고 있다. 비타민 E를 분석함에 있어 가장 중요한 과정은 식품으로부터 비타민 E를 추출하는 과정이며 검화방법, 직접용매추출법, Soxhlet 추출법 등이 이용되고 있다. 본 연구에서는 곡류 14종을 대상으로 세 가지 추출방법을 비교하였으며 직접용매추출법과 Soxhlet 추출법을 이용하였을 경우 검화방법보다 높은 분석치를 얻을 수 있었다. 곡류에서의 비타민 E의 함량을 측정된 결과를  $\alpha$ -TE로 나타내었으며 흑미에서 5.12  $\alpha$ -TE/100 g으로 가장 높았고 기장에서 0.32  $\alpha$ -TE/100 g으로 가장 낮은 함량을 나타내었다.

## 감사의 글

이 논문은 2005년도 충북대학교 학술연구지원사업의 연

구비 지원에 의하여 연구되었으며 이에 감사드립니다.

## 문헌

- Zielinski H, Kozłowska H, Lewczuk B. 2001. Bioactive compounds in the cereal grains before and after hydrothermal processing. *Innovat Food Sci Emerg Technol* 2: 159-169.
- Hill MJ, Path FR. 1998. Cereals, dietary fiber and cancer. *Nutr Res* 18: 653-659.
- EU-Air Concerted Action CT 94 2185. 1998. *Nettox Compilation of Consumption Data*. Report No. 4. Published by Danish Veterinary and Food Administration, Denmark. p 20-21.
- Kim KA, Jeon ER. 1996. Physicochemical properties and hydration of rice on various polishing degrees. *Korean J Food Sci Technol* 28: 959-964.
- Piironen V, Varo P, Syväoja EL, Salminen K, Koivistoinen P. 1984. High performance liquid chromatographic determination of tocopherols and tocotrienols and its application to diets and plasma of Finnish men. *Internat J Vit Nutr* 53: 35-40.
- Eitenmiller RR, Landen WO Jr. 1995. Vitamin. In *Analyzing Food for Nutrition Labeling and Hazardous Contaminants*. Jeon I, Ikins W, eds. Marcel Dekker, New York, USA. p 185-281.
- Lang JK, Schillaci M, Irvin B. 1992. Vitamin E. In *Modern Chromatographic Analysis of Vitamins*. 2nd ed. Deleenheer AP, Lambert WE, Nelis HJ, eds. Marcel Dekker, New York, USA. p 153-195.
- Lee J, Landen WO Jr, Phillips RD, Eitenmiller RR. 1998. Application of direct solvent extraction to the LC quantification of vitamin E in peanuts, peanut butter and selected nuts. *Peanut Sci* 25: 213-218.
- Lee J, Ye L, Landen WO Jr, Eitenmiller RR. 2000. Optimization of an extraction procedure for the quantitation of vitamin E in tomato and broccoli using response surface methodology. *J Food Comp Anal* 13: 45-57.
- Lee J, Suknark K, Kluitse Y, Phillips RD, Eitenmiller RR. 1999. Rapid, liquid chromatographic assay of vitamin E and retinyl palmitate in extruded weaning foods. *J Food Sci* 64: 968-972.
- Prior WA. 1995. Vitamin E Abstract. The Vitamin E Research and Information Service. LaGrange, IL, USA. p VII.
- Piironen V, Syväoja EL, Varo P, Salminen K, Koivistoinen P. 1985. Tocopherols and tocotrienols in Finnish food: Meat and meat products. *J Agric Food Chem* 33: 1215-1218.
- Carpenter DL, Slover HT. 1973. Lipid composition of selected margarines. *J Am Oil Chem Soc* 50: 372-376.
- Weiser H, Vecchi M. 1981. Stereoisomers of alpha-tocopheryl acetate: Characterization of the samples by physico-chemical methods and determination of biological activities in the rat resorption-gestation test. *Int J Vitam Nutr Res* 51: 100-113.
- Qureshi AA, Qureshi N, Wright JJK, Shen S, Kramer G, Gabor A, Chong YH, DeWitt G, Ong ASH, Peterson D, Bradlow BA. 1991. Lowering of serum cholesterol in hypercholesterolemic humans by tocotrienols (palmvitee). *Am J Clin Nutr* 53: 1021S-1026S.

(2005년 11월 4일 접수; 2006년 1월 27일 채택)