# 증류 및 여과 방법을 달리한 증류식소주의 품질 특성

이윤희<sup>1</sup>·엄태길<sup>2</sup>·정 철<sup>3</sup>·조호철<sup>3</sup>·김인용<sup>2</sup>·이영승<sup>2</sup>·김미숙<sup>2</sup>·유성률<sup>4</sup>·정윤화<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>한국양조연구소, <sup>2</sup>단국대학교 식품영양학과

<sup>3</sup>서울벤처대학원대학교 융합산업학과, <sup>4</sup>세명대학교 임상병리학과

# Quality Characteristics of Spirits by Different Distillation and Filtrations

Younhee Lee<sup>1</sup>, Taekil Eom<sup>2</sup>, Chul Cheong<sup>3</sup>, Hocheol Cho<sup>3</sup>, Inyong Kim<sup>2</sup>, Youngseung Lee<sup>2</sup>, Misook Kim<sup>2</sup>, Sungryul Yu<sup>4</sup>, and Yoonhwa Jeong<sup>2†</sup>

<sup>1</sup>Korea Brewing Institute, Seoul 153-023, Korea <sup>2</sup>Dept. of Food Science and Nutrition, Dankook University, Gyeonggi 448-160, Korea <sup>3</sup>Dept. of Convergence Industry, Seoul Venture University, Seoul 135-090, Korea <sup>4</sup>Dept. of Clinical Laboratory Science, Semyung University, Chungbuk 390-711, Korea

**ABSTRACT** The objective of this research was to investigate the quality characteristics of the spirits by different distillation and filtrations. The contents of alcohol, total acids, and amino acids in rice mash were 15%, 0.25 g/100 mL, and 0.15 g/100 mL, respectively. The soluble content was 10°Brix, and pH was 4.6 in the rice mash. Lactic acid was the most prominent organic acid found in rice mash. The rice spirit distilled by a multi stage distiller showed the highest amounts of aroma compounds, such as fusel oil and esters. However, the filtration did not affect the amounts of total aroma compounds. It is suggested that a multi stage distiller may influence taste and flavor positively by enhancing the aroma and removing the impurities in rice spirits.

Key words: rice spirits, distillation, filtrations, fusel oil, ester

# 서 론

국내 증류주 시장은 크게 주정을 원료로 하는 희석식소주 시장과 위스키, 브랜디 등으로 대표되는 수입 증류주 시장으 로 양분되어 있다. 희석식소주의 경우 주정제조 기술의 발달 과 품질향상에 힘입어 오늘날 국민주로서 자리매김하고 있 으며 기술과 연구측면보다는 마케팅 역량강화 및 기업혁신 측면이 더 강조되고 있는 실정이다(1,2). 13세기 이후 우리 나라에 소줏고리가 전파되면서 만들어지기 시작한 증류식 소주는 독특한 향기와 풍부한 맛으로 탁주, 약주와 더불어 3대 술로 자리 잡아 700여 년 간 즐겨 마시는 전통주로 자리 잡아왔다(3). 그러나 1970년대 이후 알코올 함량이 낮은 희 석식소주의 급격한 소비량 증가와 더불어 상대적으로 알코 올 함량이 높으며 곡류취, 곡자취, 누룩곰팡이가 생성한 부 산물 등 향미성분이 강한 증류식소주의 생산량 및 소비량은 점차 감소하고, 또한 해외 유명 수입 증류주에 비해 기술과 품질 면에서 경쟁력이 없는 실정이다(4). 최근 국내에서도 독특한 맛과 향을 가지는 전통 증류주에 대한 관심이 증가하 면서 다양한 연구가 이루어지고 있다. 쌀을 이용한 증류식소 주에 관한 연구로 Min 등(5)은 쌀을 원료로 하여 전통주인 삼일주를 제조하여 상압증류 및 감압증류에 따른 증류주의 특성을 비교하였으며, In 등(6)은 전통방법으로 담근 안동소주, 문배주, 이강주 및 진도 홍주의 저장 및 숙성 기간에 따른 퓨젤유 함량 및 향기성분 변화를 보고하였다. 쌀 이외의 연구로 Park 등(7)은 고구마 품종 및 입국을 달리하여 상압단식으로 증류하여 제조한 고구마 소주의 특성 및 향기 성분에 대하여 보고하였다(7). 또한 Jeong과 Seo(8)는 감자를 이용하여 제조한 술덧을 사용하여 전통방식으로 증류한 증류주와 감압방식을 이용하여 증류한 증류주의 휘발성 향기성분에 대하여 보고하였다.

스테인리스 재질의 농축기를 사용하여 직접 열을 가하지 않으면서 압력을 낮추어 증류하는 방식인 감압증류방식은 증류주의 가열취 및 탄내가 적고 휘발성이 큰 향기 성분이 유지된다는 장점을 가진다(9). 특히 상압증류방식으로 제조한 전통소주는 감압증류주에 비해 중고비점 성분이 많이 유출되고 탄취, 유취, 고미, 곡자취, 곡류취 등이 강해 점차 감압증류주로 대체되어 직화증류에 의한 상압증류기로 증류한 소주가 사라지고 있다(10). 일본, 한국을 제외한 나라에서 제조하는 증류주는 대부분 상압방식의 증류주가 차지하고 있지만, 우리나라 전통방식의 상압증류주의 심층적인연구가 부족한 실정이다(11). 상압증류로 제조한 증류주의

Received 11 October 2013; Accepted 30 November 2013 \*Corresponding author.

E-mail: yjeong@dankook.ac.kr, Phone: 82-31-8005-3176

초류와 본류, 후류의 적정 수득양, 숙성방법, 숙성기간, 여과 방법, 적정 알코올도수, 자극취 개선 등에 대한 심층 연구를 통해 상압증류주의 결점을 개선하여 우수한 품질의 전통소 주를 상품화할 필요성이 제기되고 있다.

본 연구에서는 전통방식으로 쌀을 원료로 하여 발효시킨 술덧을 이용하여 전통의 증류방식인 직화증류방식 및 감압 증류방식으로 증류주의 품질 특성을 평가하고, 여과방법에 따른 증류주의 품질을 조사하였다.

## 재료 및 방법

#### 재료

본 실험에 사용된 쌀은 충북 진천에서 재배된 추청품종을 구입하여 사용하였고, 입국을 제조하는데 사용된 백국균 (Aspergillus kawachii)은 수원종국(Hwaseong, Korea)에서 구입하였으며, 발효에 사용된 효모는 송천효모개발연구소(Seoul, Korea)에서 생산 판매하는 배양효모를 사용하였다.

### 발효

쌀 입국 0.5 kg, 물 0.75 L, 젖산 2.2 mL, 효모 2 g을 첨가하여 5일간 25~28°C에서 발효시켜 밑술을 제조한 후, 쌀 입국 4 kg, 물 6 L를 첨가하여 5일간 25~28°C에서 1단 담금 하였다. 2단 담금은 쌀 15 kg을 7~10회 세척한 후, 2시간 동안 물에 불리고 1시간 동안 물빼기를 한 다음 60분간 증자하고 28°C로 냉각시켜 1단 담금에 물 22.5 L와 함께 첨가하여 10일간 발효시켜 술덧을 완성하였다.

### 증류

술덧을 상압다단식증류기, 상압단식증류기와 감압단식 증류기를 이용하여 증류하였다. 상압다단식증류기는 모든 종탑을 개방하여 단식으로 조작하는 방식으로 증류하였다. 감압단식증류기의 재질은 국내 대부분 양조장에서 사용하는 스테인리스 재질의 증류기를 사용하였고, 상압단식증류기와 상압다단식증류기의 재질은 구리로 제작된 것을 사용하였다.

상압다단식증류기의 가열방식은 간접가열방식으로 가열 관에서 타는 것을 방지하기 위해 설치된 교반기로 교반을 실시하면서 110°C에서 증류하였다. 1회 증류시간은 초류 유출시간까지 30~40분, 본류는 회수비율별 30~160분으로 조절하고, 후류는 20~40분으로 총 80~240분이 소요되었다. 상압단식증류기의 가열방식은 직화방식으로 가열온도는 100~105°C에서 증류를 실시하였다. 1회 증류시간은 초류 유출시간까지 30~40분, 본류는 회수비율별 30~160분으로 조절하고, 후류를 수득하는 실험군은 20~40분으로 총 80~240분이 소요되었다. 또한 감압단식증류기의 가열 방식은 간접가열방식으로 가열온도 55°C, 증류관내 압력은 -690 mmHg(70 torr)에서 증류를 실시하였다. 1회 증류시

간은 초류 유출시간까지 30~40분, 본류는 150~180분, 후 류는 30~40분으로 총 210~250분 소요되었다. 상기 증류기 형태별로 제조한 증류주의 본류를 알코올도수 40%(v/v)로 제성한 다음 20°C에서 3개월간 숙성시켰다.

### 알코올 함량 측정

술덧을 잘 교반한 후, 100 mL 용량 메스실린더에 표시선 까지 취하고 이것을 500 mL 삼각 플라스크에 옮긴 다음 메스실린더를 약 15 mL의 증류수로 두 번 세척하여 플라스크에 합하고 냉각기에 연결한 다음 100 mL 메스실린더를 수기로 하여 증류하였다. 증류액이 약 70 mL가 되면 증류를 중지하고 물을 가하여 100 mL로 정용한 다음 잘 흔들어 실온에서 주정계를 사용하여 그 표시도를 읽어 Gay-Lussac 표로서 15°C로 보정하여 알코올 함량을 측정하였다.

### 가용성 고형분 측정

가용성 고형분 함량은 발효 상등액을 굴절당도계(ABBE, Atago Co., Tokyo, Japan)를 이용하여 측정하였으며 °Brix 로 표시하였다.

### pH 및 총산 함량 측정

pH는 25°C에서 술덧을 골고루 석어준 후 pH meter (Orion 3 star, Thermo Electron Co., Waltham, MA, USA)를 이용하여 측정하였다. 총산은 국세청주류면허지원센터 주류분석 규정(12)에 따라 시료액 10 mL를 0.1 N NaOH로 pH 7.0까지 적정한 후 초산으로 환산하여 아래와 같이 백분율로 나타내었다.

총산(초산으로) g/100 mL=적정 mL 수×0.006×10

#### 아미노산 측정

아미노산은 국세청주류면허지원센터 주류분석 규정(12)에 따라 시료액 10 mL에 페놀프탈렌지시약 몇 방울을 떨어뜨리고 0.1 N NaOH로 담홍색이 될 때까지 중화한 후 여기에 중성포르말린 용액 5 mL를 가하여 0.1 N NaOH로 담홍색이 될 때까지 적정한 후 글리신으로 환산하여 아래와 같이백분율로 나타내었다.

아미노산(글리신) g/100 mL=적정 mL 수×0.0075×10

## 유기산 함량 측정

유기산은 술덧을 원심분리 후 0.45 µm membrane filter(Sartorius AG, Göttingen, Germany)로 여과한 다음 이 온크로마토그래피(Metrohm, Herisau Switzerland)를 이 용하여 시트르산(citric acid), 타르타르산(tartaric acid), 말산(malic acid), 숙신산(succinic acid), 젖산(lactic acid) 및 아세트산(acetic acid)의 함량을 측정하였다(12).

# 향기성분 분석

향기성분은 상압증류주의 회수비율별로 수득한 증류액을

**Table 1.** Physicochemical characteristics of Korean traditional rice wines

Alcohol (%)	15.0
pH	4.6
Total acids (g/100 mL) <sup>1)</sup>	0.25
Amino acids (g/100 mL) <sup>2)</sup>	0.15
Density	0.997
°Brix	10.0

<sup>1)</sup> Total acids content described as succinic acid.

발효 및 증류과정에서 생성된 저비점 주요성분인 메탄올, 에틸아세테이트, 퓨젤유 등은 국세청주류면허지원센터 주 류분석규정에 따라 증류주를 gas chromatography(HP Agilent 7890 GC, Agilent Technologies, Fort Worth, TX, USA)를 이용하여 분석하였다(12).

### 통계처리

실험결과는 통계분석용 프로그램인 Minitab® 16.1.0 program(Minitab Inc., State College, PA, USA)을 사용하여 통계처리 하였으며, 유의차는 Fisher's least significant difference(LSD) 방법으로 P<0.05 수준에서 검증하였다.

# 결과 및 고찰

### 술덧의 이화학적 특성

술덧의 이화학적 특성(알코올 함량, pH, 총산 함량, 아미 노산 함량, 비중, 형분 함량)은 Table 1과 같다. 술덧의 알코 올 함량은 15%(v/v)에 비중(0.997)이 1 이하로 나타난 것으 로 보아 당 함량이 낮은 거의 완전 발효된 술덧이 제조된 것으로, 증류주 제조에 적합한 술덧임을 확인할 수 있었다. 술덧을 이용하여 증류한 증류주의 경우 술덧에 잔당 함량이 높을 경우 증류주 품질에 나쁜 영향을 미치는 프루프랄 생성 을 촉진시키거나 제조수율을 나쁘게 하는 원인으로 작용한 다(13). 가용성 고형분 함량은 10°Brix이지만 이는 알코올, 발효부산물 등에 영향을 받아 나타난 값으로 당 함량을 의미 하는 것이 아니다(14). 술덧의 총산 함량은 담금 직후 원료 에 함유되어 있는 유기산이 주로 관여하나 발효과정에서 유 산균 또는 효모에 의해서 생성되는 유기산에 의해서 총산 함량은 증가하는 경향을 나타낸다(4). 또한 증류주 제조에 있어서 술덧에 함유된 유기산은 알코올과 반응하여 증류주 특유의 풍미를 나타내는데 중요한 역할을 한다(7,8). 발효주 의 아미노산은 유리당 및 유기산과 함께 발효주의 맛을 결정 하는 중요한 요소로 작용하나, 술덧에 아미노산의 함량이 높으면 퓨젤유 함량을 증가시키는 원인으로 작용할 수 있다 (9,15). 술덧의 총산 및 아미노산 함량은 각각 0.25, 0.15 g/100 mL로 Lee 등(16)이 보고한 쌀 품종별 술덧의 총산 및 아미노산 함량과 유사하며, 술 품질 인증 기준인 0.5% 이하에 적합한 술덧임을 알 수 있다.

Table 2. Organic acids contents of Korean traditional rice wines

Organic acid	(mg/100 mL)
Acetic acid	467±12.0
Citric acid	284±9.3
Lactic acid	1,000±20.3
Malic acid	41±1.3
Succinic acid	623±5.9
Tartaric acid	$\mathrm{ND}^{1)}$

Not detected.

## 유기산 함량

술덧의 유기산 함량은 lactic acid, succinic acid 및 acetic acid로 높은 순이었으며, malic acid의 함량이 가장 낮았고 tartaric acid는 검출되지 않았다(Table 2).

발효주에 있어서 유기산 함량은 발효주의 pH와 함께 발효 경과를 유추하는 척도 및 술맛을 결정하는 중요한 요소이지만 증류주에 있어서는 유기산의 높은 비점으로 인하여 발효주의 증류과정에서 증류주에 포함되지 않는다(9,15,16). 다만 술덧에 함유되어 있는 다양한 유기산은 증류과정 중발효과정에서 생성되는 다양한 알코올과 결합하여 ester 성분으로 전환되어 증류주의 다양한 향기성분으로 작용한다(17).

이는 담금 후 술덧의 발효과정에서 젖산균의 발효작용으로 젖산 함량이 증가되는 것으로 추측되며, 모든 쌀을 이용하여 발효한 막걸리에서 lactic acid와 succinic acid는 유기산 중 가장 많은 함량을 차지하여 쌀 막걸리의 주요 유기산이라는 보고와 유사하였다(18,19). 발효에서 malo-lactic fermentation은 알코올 발효 후 젖산균에 의해 일어나는 발효로서 이로 인하여 malic acid가 lactic acid로 전환되는데다양한 쌀 품종을 이용한 막걸리 발효과정에서 lactic acid의 증가와 더불어 malic acid는 감소한다(20).

### 증류기 종류별, 증류 단계별 향기성분

술덧의 증류방식별 퓨젤오일 성분 함량은 Table 3과 같다. 퓨젤오일은 증류 방식에 관계없이 모든 초류에서 4,500 mg/L 이상 검출되었고, 본류에서는 1,537~1,752 mg/L의수준으로 검출되었다. 이는 Lee 등(13)이 보고한 증류 소주의 퓨젤오일 함량과 유사하였다. 또한 초류와 본류에서의 i-butanol, i-amyl alcohol이 주요 퓨젤오일 성분으로 확인되었다. 그중 본류에서의 퓨젤오일 성분 함량은 상압다단식증류기가 상압단식증류기와 감압단식증류기보다 유의적으로 높게 나타났다. 이는 Yi 등(21)이 보고한 상압 또는 감압에서 제조한 증류식소주의 퓨젤오일 함량과 유사하였다. 후류에서는 상압다단식증류기의 경우 전혀 검출되지 않았지만, 상압단식증류기의 경우 소량 검출되었고 감압단식증류기는 이보다 좀 더 많은 양이 검출되었다.

주류의 독특한 풍미를 나타나게 하는 향기성분으로는 알 코올성 성분, 유기산과 다양한 알코올과의 반응 생성물인 에스테르류, 자극취를 가지는 알코올 산화물인 알데하이드

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup>Total amino acids content described as glycine.

Table 3. Fusel oil contents of the spirits prepared by different distillation

(Unit: mg/L)

	Distillation	Acetone	Methyl alcohol	n-Propanol	i-Butanol	n-Butanol	i-Amyl alcohol	n-Amyl alcohol	Fusel oil <sup>2)</sup>
Head	Multistage distiller	4.0±0.82 <sup>a</sup>	ND <sup>1)</sup>	636±1.70 <sup>a</sup>	1,343±3.18 <sup>a</sup>	120±0.94 <sup>a</sup>	2,825±3.77 <sup>a</sup>	ND	4,924±5.25 <sup>a</sup>
	Pot distiller	5.0±0.92 <sup>a</sup>	15.0±0.37	630±1.84 <sup>a</sup>	1,329±2.96 <sup>a</sup>	119±0.83 <sup>a</sup>	2,806±4.02 <sup>a</sup>	ND	4,884±6.01 <sup>a</sup>
	Vacuum distiller	3.0±0.00 <sup>a</sup>	ND	636±2.00 <sup>a</sup>	1,338±2.05 <sup>a</sup>	120±1.01 <sup>a</sup>	2,837±3.97 <sup>a</sup>	ND	4,931±5.21 <sup>a</sup>
Body	Multistage distiller	ND	21.0±0.94 <sup>a</sup>	329±1.88 <sup>a</sup>	418±1.10 <sup>a</sup>	55±0.96 <sup>a</sup>	950±2.20 <sup>a</sup>	ND	1,752±1.30 <sup>a</sup>
	Pot distiller	ND	20.0±0.98 <sup>a</sup>	305±0.99 <sup>b</sup>	373±1.47 <sup>b</sup>	50±0.79 <sup>a</sup>	852±1.70 <sup>b</sup>	ND	1,580±1.22 <sup>b</sup>
	Vacuum distiller	ND	ND	292±1.78 <sup>c</sup>	366±2.00 <sup>c</sup>	49±0.66 <sup>a</sup>	830±1.74 <sup>b</sup>	ND	1,537±1.40 <sup>b</sup>
Tail	Multistage distiller	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	Pot distiller	ND	ND	13.0±0.87 <sup>a</sup>	9.0±0.02 <sup>a</sup>	ND	23±1.07 <sup>a</sup>	ND	45±1.24 <sup>a</sup>
	Vacuum distiller	ND	ND	35.0±0.79 <sup>b</sup>	12.0±0.35 <sup>a</sup>	4.0±0.45	27±1.66 <sup>a</sup>	ND	78±1.87 <sup>b</sup>

Each value is expressed as mean±SD (n=3).

Values with different letters within the same column differ significantly (P<0.05).

화합물들로써 발효 중에 효모에 의해서 생성되거나 증류과 정 및 숙성과정 중에 생성되어 증류주 특유의 향기를 나타낸 다(22,23). 특히 증류주의 주요 향기성분은 증류과정 중에 서 효모에 의해서 생성된 알코올성 화합물과 유기산 및 지방 산들과의 에스테르화 반응을 거쳐서 생성된 에스테르 화합 물이며, 에스테르 화합물의 생성은 유기산 및 지방산의 종 류, pH 및 증류 온도 등에 의해서 영향을 받는다(24). 술 퓨젤오일은 탄소수가 많은 알코올을 총칭하는 혼합물로 원 료 중 단백질 분해 생성물인 아미노산으로부터 알코올발효 시의 효모에 의한 탈아미노기 반응(deamination)과 동시에 탈카르복실 반응(decarboxylation)에 의해서 생성된 npropyl alcohol, butyl alcohol, iso-amyl alcohol 등 각급 혼합물로서 약 50% 이상이 amyl alcohol류이다(9). 증류주 에 있어서 퓨젤유의 함량이 높은 경우 효소적 산화 경로에 의하여 aldehyde를 생성하거나 숙취의 원인으로 작용하기 도 하지만, 적당한 양의 퓨젤오일을 함유할 경우 특유의 풍 미 형성에 기여하기도 한다(6,25).

증류방식별로 증류한 증류주의 초류와 본류 속에 함유된

에스테르류 함량은 Table 4와 같다. 상압다단식증류기 또는 상압단식증류기를 이용하여 상압증류 할 경우에는 에스테르 함량은 유사한 형태로 검출되었다. 에스테르류 중에서 대부분을 차지하는 ethyl acetate는 초류에서 1,727~2,203 μL/L, 본류에서 68~97 μL/L가 검출되었다. 상압단식증류기로 증류한 증류주가 상압다단식증류기보다 함량이 더 높았다. Acetic acid isobutyl ester와 같이 저비점 성분은 상압단식증류기와 상압다단식증류기에서는 초류에만 검출되고 본류, 후류에는 검출되지 않았으며, 감압단식증류기에서는 초류, 본류에서 각각 628.0, 100.0 μL/L로 상당량 검출되었다. Lactic acid ethyl ester, ethyl n-caproate, succinic acid diethyl ester와 같은 고비점 성분은 증류 후반부에 많이 검출되었다.

에스테르류 중에서 대부분을 차지하는 ethyl acetate는 전체적으로 상압다단식증류기가 상압단식증류기보다 유의 적으로 높게 나타났다. 이에 비해 감압단식증류기는 초류에 서는 검출되지 않았지만 본류와 후류에서 미량 검출되었다. Acetic acid, isobutyl ester와 같이 저비점 성분은 상압다

Table 4. Ester contents of the spirits prepared by different distillation

	Distillation	Ethyl acetate (mg/L)	$\begin{array}{c} \text{Acetic acid} \\ \text{isobutyl ester} \\ (\mu L/L) \end{array}$	$\begin{array}{c} Ethyl \\ n\text{-valerate} \\ (\mu L/L) \end{array}$	$\begin{array}{c} Ethyl \\ \text{n-caproate} \\ (\mu L/L) \end{array}$	Lactic acid ethyl ester (µL/L)	n-Otanoic acid ethyl ester (μL/L)	Ethyl n-caprate (μL/L)	Succinic acid diethyl ester $(\mu L/L)$
	Multistage distiller	1,727±2.31 <sup>a</sup>	8.2±0.00	$ND^{1)}$	7.0±1.11	4.4±0.19 <sup>a</sup>	6.2±1.01	ND	ND
Head	Pot distiller	$68.0\pm2.07^{b}$	ND	ND	ND	$10.0\pm1.17^{b}$	ND	ND	$9.0\pm1.75^{a}$
	Vacuum distiller	ND	ND	ND	ND	$8.0\pm0.77^{b}$	ND	$7.0\pm 2.01$	5.7±1.14 <sup>b</sup>
	Multistage distiller	2,002±7.88 <sup>a</sup>	$6.0\pm1.48$	ND	6.3±1.07	4.8±0.97 <sup>a</sup>	5.5±1.01	ND	ND
Body	Pot distiller	$83.0\pm4.10^{b}$	ND	ND	ND	$8.9\pm0.71^{b}$	ND	ND	$6.4\pm1.17^{a}$
	Vacuum distiller	$7.0\pm0.27^{c}$	ND	ND	ND	$10.6 \pm 0.95^{b}$	ND	$7.9 \pm 1.95$	$6.0\pm3.10^{a}$
	Multistage distiller	2,203±4.78 <sup>a</sup>	628.0±4.56 <sup>a</sup>	ND	6.0±0.78	5.0±0.14 <sup>a</sup>	6.0±1.10	ND	ND
Tail	Pot distiller	$97.0\pm2.23^{b}$	$100.0\pm1.36^{b}$	ND	ND	$6.0\pm0.72^{a}$	ND	ND	$5.0\pm1.11$
	Vacuum distiller	$25.2\pm0.99^{c}$	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Each value is expressed as mean±SD (n=3).

Values with different letters within the same column differ significantly (P < 0.05).

1)Not detected.

<sup>1)</sup>Not detected.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup>Sum of i-butanol, n-butanol, i-amyl alcohol, n-amyl alcohol.

단식증류기에서 초류와 본류에서 각각 8.2, 6.0 µL/L로 미 량 검출되었지만, 후류에서는 628.0 μL/L로 상압단식증류 기에서의 100.0 μL/L보다 유의적으로 높게 검출되었다. Ethyl n-caproate는 상압다단식증류기에서만 초류, 본류, 후류에서 각각 7.0, 6.3, 6.0 μL/L가 검출되었으며 lactic acid ethyl ester는 상압다단식증류기가 상압단식증류기와 감압단식증류기에 비해 유의적으로 낮게 검출되었고, ethyl n-caproate는 감압단식증류기에서 초류와 본류에서 7.0 μL/ L, 7.9 µL/L가 검출되었다. 이는 Cho 등(26)이 보고한 증류 기별 과실증류주를 증류한 결과에서 과실발효주의 종류에 관계없이 상압단식으로 증류한 본류에 ethyl acetate의 함 량이 높게 검출된다는 결과와 유사하며, 상압단식증류 방법 이 감압증류방식보다 증류주의 풍미에 영향을 미치는 향기 성분을 높이는데 효과가 있다고 볼 수 있다. 전통적인 방식 인 직화 증류방식으로 증류한 증류주는 증류 시 강한 자극취 가 생성된다는 단점으로 작용하며, 이러한 증류주에 함유되 어 있는 자극취의 성분으로는 acetone, methanol, furfural 등의 화합물들이라고 보고되고 있다(13). 증류주 특유의 후 류취인 furfural은 고온으로 증류를 하는 전통 민속주에 많 이 함유되어 있으며(27,28), 개량 누룩을 이용한 막걸리의 발효과정 중에서 발효 후반기에 많이 생성되어진다고 알려 져 있다(29). Acetaldehyde, acetone 및 methanol은 발효 과정 중에 생성되는 부산물로서 숙취의 원인이 되는 물질로 알려져 있다(29). 국세청 기술연구소의 분석 기준에는 acetaldehyde 및 acetone의 조건범위는 규정되어 있지 않지만, methanol의 경우에는 0.5% 이하로 함유되어야 한다고 규 정되어 있다(12). 증류방식을 달리하여 증류한 증류주의 acetone 함량은 상압다단식증류기, 상압단식증류기, 감압 단식증류기로 단식증류 한 초류에서 각각 4, 5, 3 mg/L로 증류과정의 초류에 다량 함유되었다(Table 3). 이는 acetone의 끓는점이 낮기 때문에 증류 시 빠르게 휘발하여 초류 에 포함되어 나오는 것으로 판단된다. Methanol 함량은 감 압증류기의 경우 모든 분획에서 검출되지 않았다. 상압다단 식증류기로 증류한 증류주의 초류에서는 검출되지 않았으

나 상압단식증류기로 증류한 증류주의 초류에서는 15 mg/L 가 검출되었으며, 본류에서는 상압다단식증류기 및 상압단 식증류기 각각 21, 20 mg/L가 검출되었다(Table 3).

## 여과방식에 따른 증류식소주의 향기성분 비교 분석

각각의 증류기로 증류한 증류액 중 본류를 20°C에서 넣 고 3개월간 숙성시킨 후 정제수를 첨가하여 각각 알코올 함 량을 40%로 조정한 다음 여과방식에 따른 향기성분 및 자극 취 개선 효과를 분석하기 위해 각각 활성탄여과, 냉동여과, 여과하지 않은 증류주의 향기성분을 비교·분석하였다. 냉동 여과는 숙성원주를 -15°C에서 2일간 보관한 후 0.45 μm의 멤브레인 필터(membrane filter, Sartorius AG)로 4°C에 서 여과하여 증류식소주 제품을 완성하였다. 활성탄 여과방 법은 활성탄(Draco G-60, 100 mesh powder, Cabot, Marshall, TX, USA)을 상기 40%로 제성하여 숙성한 원주 에 0.4 g/L를 가하여 20°C에서 24시간 동안 방치한 다음 6호 여과지로 여과하여 증류식소주 제품을 완성하였다. 증 류식소주의 여과방식에 따른 퓨젤오일 함량은 Table 5와 같다. 증류방식별로 증류한 증류주의 본류를 3개월 숙성시 킨 후 40%(v/v)로 제성한 증류식소주의 퓨젤오일 분석 결 과, 숙성 및 제성하기 전 각각의 증류액 본류에 함유되어 있는 퓨젤오일 성분들과 큰 차이가 없었으며 여과방식을 달 리하여 여과한 여과증류주의 성분 함량에도 큰 차이가 없었 다. 또한 증류주 특유의 풍미 및 향기 성분을 나타내는 에스 테르 화합물의 여과 방법에 따른 함량은 Table 6과 같다. 증류방식별 증류한 증류주를 3개월 숙성시킨 후 40%(v/v) 로 제성한 증류식소주의 에스테르 분석 결과, 숙성 및 제성 하기 전 에스테르 성분함량은 큰 변화가 없었다. 즉 증류주 에 함유되어 있는 퓨젤오일 성분 및 에스테르 성분은 여과 방식으로 인한 성분 변화는 미미하였다.

여과방식에 따른 자극취 성분인 acetone은 검출되지 않았으며, 이는 숙성과정에서 휘발성이 높은 acetone이 휘발하였기에 검출이 되지 않은 것으로 판단된다. Methanol의 함량은 여과방식에 따른 차이는 없었으나 18~20 mg/L의

Table 5. Fusel oil contents of spirits (40% alcohol) prepared by different distillation and filtrations (Unit: mg/L)

Distillation	Filtration	Acetone	Methyl alcohol	n-Propanol	i-Butanol	n-Butanol	i-Amyl alcohol	n-Amyl alcohol	Fusel oil <sup>2)</sup>
Madeintona	Non filtration	ND <sup>1)</sup>	20±1.13 <sup>a</sup>	284±2.44 <sup>a</sup>	361±2.01 <sup>a</sup>	48±0.99 <sup>a</sup>	824±3.21 <sup>a</sup>	ND	1,517±3.54 <sup>a</sup>
Multistage	Charcoal filtration	ND	$22\pm1.24^{a}$	283±3.12 <sup>a</sup>	$359\pm1.79^{a}$	$47\pm0.79^{a}$	815±3.11 <sup>a</sup>	ND	$1,504\pm2.66^{a}$
distiller	Cold filtration	ND	$23\pm1.17^{a}$	$286\pm2.72^{a}$	$363\pm2.74^{a}$	$49\pm1.00^{a}$	$820\pm2.97^{a}$	ND	1,517±3.04 <sup>a</sup>
	Non filtration	ND	18±2.13 <sup>a</sup>	276±1.99 <sup>a</sup>	336±2.11 <sup>a</sup>	46±1.03 <sup>a</sup>	767±2.81 <sup>a</sup>	ND	1,425±4.10 <sup>a</sup>
Pot distiller	Charcoal filtration	ND	19±1.16 <sup>a</sup>	$274\pm1.87^{a}$	335±2.43 <sup>a</sup>	$44\pm0.97^{a}$	761±3.17 <sup>a</sup>	ND	$1,403\pm3.47^{a}$
	Cold filtration	ND	$21\pm1.35^{a}$	278±3.01 <sup>a</sup>	$339\pm2.09^{a}$	$47\pm1.10^{a}$	$773\pm2.49^{a}$	ND	1,417±2.79 <sup>a</sup>
Vacuum distiller	Non filtration	ND	19±1.14 <sup>a</sup>	257±2.24 <sup>a</sup>	321±1.97 <sup>a</sup>	45±2.01 <sup>a</sup>	924±4.01 <sup>a</sup>	ND	1,677±3.04 <sup>a</sup>
	Charcoal filtration	ND	$17\pm1.98^{a}$	$259\pm1.77^{a}$	$319\pm1.49^{a}$	$46\pm1.91^{a}$	931±3.99 <sup>a</sup>	ND	$1,697\pm5.25^{a}$
	Cold filtration	ND	$19\pm1.17^{a}$	$254\pm1.72^{a}$	$323\pm2.00^{a}$	$47\pm1.93^{a}$	$927\pm2.29^{a}$	ND	$1,680\pm5.14^{a}$

Each value is expressed as mean±SD (n=3).

Values with different letters within the same column differ significantly (P<0.05).

Not detected.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup>Sum of i-butanol, n-butanol, i-amyl alcohol, n-amyl alcohol.

**Table 6.** Ester contents of spirits (40% alcohol) prepared by different distillation and filtrations

		`	/ I I	-					
Distillation		Ethyl	Acetic acid	Ethyl	Ethyl	Lactic acid	n-Octanoic	Ethyl	Succinic
	Filtration	acetate	isobutyl	n-valerate	n-caproate	ethyl ester	acid ethyl	n-caprate	acid diethyl
		(mg/L)	ester (μL/L)	(µL/L)	(µL/L)	(µL/L)	ester (µL/L)	(µL/L)	ester (μL/L)
Multistage	Non filtration	$60\pm1.10^{a}$	$ND^{1)}$	ND	ND	$8.9 \pm 1.10^{a}$	ND	ND	$6.5\pm1.11^{a}$
•	Charcoal filtration	$59\pm2.00^{a}$	ND	ND	ND	$8.7\pm1.12^{a}$	ND	ND	$6.1\pm2.01^{a}$
distiller	Cold filtration	61±1.77 <sup>a</sup>	ND	ND	ND	8.9±1.12 <sup>a</sup>	ND	ND	$6.0\pm0.93^{a}$
	Non filtration	$70\pm1.79^{a}$	ND	ND	ND	$8.4\pm1.15^{a}$	ND	ND	$6.1\pm0.85^{a}$
Pot distiller	Charcoal filtration	$69\pm0.98^{a}$	ND	ND	ND	8.3±1.25 <sup>a</sup>	ND	ND	$5.6\pm1.78^{a}$
	Cold filtration	$75\pm1.17^{a}$	ND	ND	ND	$8.2\pm1.11^{a}$	ND	ND	$5.9\pm0.98^{a}$
Vacuum distiller	Non filtration	75±1.14 <sup>a</sup>	ND	ND	ND	4.9±0.68 <sup>a</sup>	ND	ND	4.9±0.61 <sup>a</sup>
	Charcoal filtration	$71\pm2.10^{a}$	ND	ND	ND	$4.7\pm1.01^{a}$	ND	ND	$4.5\pm1.10^{a}$
	Cold filtration	$72\pm1.78^{a}$	ND	ND	ND	$4.5\pm0.97^{a}$	ND	ND	$4.6 \pm 1.17^{a}$

Each value is expressed as mean±SD (n=3).

Values with different letters within the same column differ significantly (P<0.05).

Table 7. Furfural contents of spirits (40% alcohol) prepared by different distillation and filtrations

	1 1 2										
	Multistage distiller				Pot distiller		Vacuum distiller				
	Non Charcoal Cold		Non	Charcoal	Cold	Non	Charcoal	Cold			
	filtration	filtration	filtration	filtration	filtration	filtration	filtration	filtration	filtration		
Furfural (mg/L)	5.9±0.082	5.7±0.047	5.9±0.049	7.9±0.047	7.6±0.077	7.8±0.052	0.9±0.002	ND <sup>1)</sup>	ND		

Each value is expressed as mean±SD (n=3).

범위로 주류분석 규정의 0.5% 이하의 기준을 충족시켰다. 증류방식별 증류한 증류주를 3개월 숙성시킨 후 40%(v/v)로 제성한 증류식소주의 furfural 함량은 상압단식 증류하여 제조한 증류주에서 가장 높게 검출되었고 다음으로 상압다단식 및 감압단식 증류한 증류주의 순으로 검출되었으며, 여과방식에 의한 furfural 함량의 차이는 크지 않았다(Table 7).

## 요 약

쌀을 이용하여 제조한 술덧을 이용하여 상압다단식증류기, 상압단식증류기와 감압단식증류기를 이용하여 증류한 증류식소주의 주요 향기성분 및 증류 수율에 미치는 영향과 숙성된 증류주의 여과방법에 따른 주요 향기성분 변화를 조사하였다. 증류에 사용된 술덧의 알코올 함량, 비중 및 가용성고형분 함량은 각각 15%, 0.997, 10°Brix이었으며, 총산함량 및 아미노산 함량은 각각 0.25 및 0.15 g/100 mL로증류주 제조에 적합하였다. 증류주의 향기성분 중 퓨젤오일은 i-amyl alcohol〉i-butanol〉n-propanol〉n-butanol 순으로 검출되었다. 또한 전체 퓨젤오일 함량은 상압다단식증류기를 이용하여 증류하였을 때 가장 많았으며(6,676 mg/L), 증류기 종류에 관계없이 증류과정 중의 초류(4,884~4,931 mg/L)에 가장 많이 함유되어 있었다. 에스테르 화합물은 ethyl acetate가 주된 에스테르 화합물이었으며 초류에서 1,727~2,203 μL/L, 본류에서 68~97 μL/L가 검출

되었다. 전체 에스테르 화합물 함량은 상압다단식증류기를 이용하여 증류하였을 때 가장 많이 검출되었으며, 증류기의 종류에 관계없이 초류에 가장 많이 함유되어 있었다. 각 증류기 별로 증류한 증류주를 숙성시킨 후 활성탄 여과 및 냉동 여과를 시킨 다음 향기성분은 여과방법에 따른 변화가미비하였다.

# 감사의 글

본 연구는 농림축산식품부 고부가식품전문인력양성사업 지 원에 의해 이루어진 연구결과입니다.

## **REFERENCES**

- 1. Lee SR. 1986. Fermented foods of Korea. Ewha Womans University Press, Seoul, Korea. p 222-294.
- Lee KH. 1989. The production and market status of distilled liquor. Korean J Dietary Culture 4: 301-309.
- 3. Jang JH. 1989. History of Korean tradition liquor. *Korean J Dietary Culture* 4: 271-274
- Kim HR, Jo SJ, Lee SJ, Ahn BH. 2008. Physicochemical and sensory characterization of a Korean traditional rice wine prepared from different ingredients. Korean J Food Sci Technol 40: 551-557.
- Min YK, Yun HS, Jeong HS, Jang YS. 1992. Change in compositions of liquor fractions distilled from Samil-ju with various distillation conditions. Korean J Food Sci Technol 24: 440-446.
- 6. In HY, Lee TS, Lee DS, Noh BS. 1995. Volatile compo-

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup>Not detected.

<sup>1)</sup>Not detected.

- nents and fusel oils of sojues and mashes brewed by Korean traditional method. Korean J Food Sci Technol 27: 235-240.
- Park JS, Chung BW, Bae JO, Lee JH, Jung MY, Choi DS. 2010. Effect of sweet potato cultivars and koji types on general properties and volatile flavor compounds in sweet potato soju. Korean J Food Sci Technol 42: 468-474.
- Jeong YJ, Seo JH. 2012. Volatile compounds of potato sojues produced by different distillation condition. *Korean J Food Preserv* 19: 433-437.
- Choi SJ. 2004. The effect of distillers on the flavor components in distilled liquor. MS Thesis. Yonsei University, Seoul, Korea.
- In HY, Lee TS, Lee DS, Noh BS. 1995. Quality characteristics of soju mash brewed by Korean traditional method. *Korean J Food Sci Technol* 27: 234-240.
- 11. Cheong C, Cho SK. 2010. The research trend and technological improvement subject of Korean distilled spirit. KARC, Korea. p 1-123.
- Korea National Tax Service Liquor Analysis Regulation. 2008. National Tax Service Technical Service Institute, Seoul, Korea. p 62-66.
- Lee DS, Park HS, Kim K, Lee TS, Noh BS. 1994. Determination and multivariate analysis of flavor component in the Korean folk sojues using GC-MS. Korean J Food Sci Technol 26: 750-758.
- Park JH, Yeo SH, Choi JH, Jeong ST, Choi HS. 2012.
   Production of *Makgeolli* using rice treated with *Gaeryang-Nuruk* (for non-streaming process) extract. *Korean J Food Preserve* 19: 144-152.
- 15. Ju MN, Hong SW, Kim KT, Yum SK, Kim GW, Chung KS. 2009. Preparation of Korean traditional alcoholic beverage (*Yakju*) by a protoplast fusion yeast strain utilizing starch and its quality characteristics. *Korean J Food Sci Technol* 41: 541-546.
- Lee Y, Yi H, Hwang KT, Kim DH, Kim HJ, Jung CM, Choi YH. 2012. The qualities of Makgeolli (Korean rice wine) made with different rice cultivars, milling degrees of rice, and nuruks. J Korean Soc Food Sci Nutr 41: 1785-1791.
- 17. Lee H, Lee TS, Noh BS. 2007. Volatile flavor components

- in the mashes of *Takju* prepared using different yeast. Korean J Food Sci Technol 39: 593-599.
- Lee SM, Lee TS. 2000. Effect of roasted rice and defatted soybean on the quality characteristics of *Takju* during fermentation. J Nat Sci 12: 71-79.
- Song JY. 1998. Quality characteristics of Takju made of glutinous rice or barley. MS Thesis. Seoul Women's University, Seoul, Korea.
- Kwon YH, Lee AR, Kim HR, Kim JH, Ahn BH. 2013.
   Quality properties of *Makgeolli* brewed with various rice and koji. *Korean J Food Sci Technol* 45: 70-76.
- Yi HC, Moon HS, Park JS, Jung JW, Hwang KT. 2010.
   Volatile compounds in liquor distilled from mash produced using Koji or Nuruk under reduced or atmospheric pressure.
   J Korean Soc Food Sci Nutr 39: 880-886.
- 22. Ito K, Yoshida K, Ishikawa T, Kobayashi S. 1990. Volatile compounds produced by the fungus *Aspergillus oryzae* in rice *Koji* and their changes during cultivation. *J Ferment Bioeng* 70: 169-172.
- Yoshida K, Inahashi M, Nakamura K, Akiyama H, Nojiro K. 1994. Breeding of yeast strains having high malic acid-producing and low succinic acid-producing abilities. *J Brew Soc Jpn* 89: 647-652.
- Nykänen L, Nykänen I. 1991. Distilled beverages. In Volatile compounds in foods and beverages. Maarse H, ed. Marcel Dekker, Inc., New York, NY, USA. p 547-580.
- Ryu LH, Kim YM. 2002. Esterification of alcohols with organic acids during distilled sprit distillation. Korean J Food & Nutr 15: 295-299.
- Cho HC, Kang SA, Choi SI, Cheong C. 2013. Quality characteristics of fruit spirits from a copper distillation apparatus. *J Korean Soc Food Sci Nutr* 42: 743-752.
- Meligard MC. 1982. Prediction of flavor differences between beers from their chemical composition. *J Agric Food Chem* 30: 1009-1017.
- 28. Lee TS, Choi JY. 2005. Volatile flavor components in mash of Takju prepared by using *Aspergillus kawachii Nuruks*. *Korean J Food Sci Technol* 37: 944-950.
- Owaki K. 1967. A view of sake components: Carbonyl. J Soc Brew Jpn 62: 1097-1105.