

High Speed Stickiness Detector(H2SD) 시험을 통해 채취한

곤충 허니듀 점착물의 HPLC(High Performance Liquid

Chromatography) 분석(2)

7. H2SD 시험에서 열판의 온도와 클리닝 롤러의 압력이 미치는 영향

여러 가지 조건에서 지역 1, 2, 3 시료의 H2SD 시험 결과 열판의 온도가 27°C에서 53°C로 증가하면 점착점의 수가 증가하였다. 열판온도를 증가시켰을 때 두 종류의 클리닝 롤러 압력에서의 결과값은 평균적으로 지역 1은 49.3%, 지역 2는 52.5% 지역 3은 157.0% 증가하였다. 그러나 저압 클리닝 롤러를 사용했을 때와 비교하면 고압 클리닝 롤러의 경우 3개 지역 시료 모두 점착점의 수가 감소하였다. 점착점의 수는 열판온도 27°C와 53°C일 경우 모두 평균적으로 지역 1은 42.6%, 지역 2는 48.3%, 지역 3은 30.8% 감소하였다. 한편, 분산분석에서는 실험한 인자들 모두가 주목할만한 이원 상호작용(two-way interactions)을 보였다<표 3>. 실제로 지역 3 시료의 경우 열판의 온도에 훨씬 더 민감하였으나, 클리닝 롤러의 압력에 대해서는 지역 1과 2의 시료보다 덜 민감하였다.

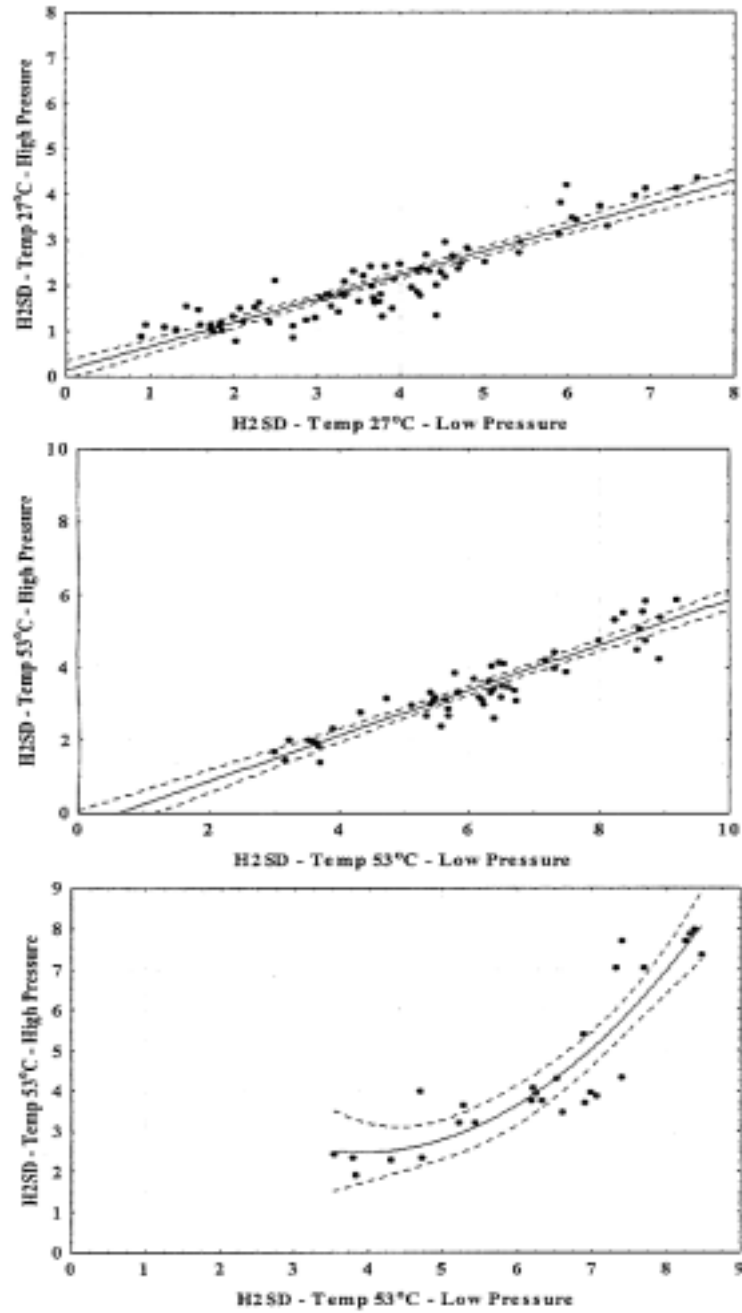
열판온도 27°C 조건: 27°C의 열판온도에서 저압 및 고압 클리닝 롤러 사용시의 H2SD 결과값 사이에는 선형관계가 성립한다. 3개 지역 시료들 간에는 기울기 값의 차이가 없어서 포괄적인 선형회귀분석이 가능하였다. <그림 3a>에서 보는 바와 같이 절편은 [저압 = -0.052, 고압 = 0.348]로 0과 큰 차이가 없고 기울기는 0.520(95% 신뢰구간[0.469, 0.570])이다. 평균적으로 고압 클리닝 롤러 사용시 결과값은 저압 롤러의 경우보다 43.9%가 적은 것으로 나타났다. 또한 고압 클리닝 롤러 사용시 결과값이 감소하는 것으로 나타난 것은

알루미늄 호일에 대해 낮은 응집력을 가진 점착점들이 제거되어 나타난 것이다.

<표 3> 제공근 변환한 데이터의 분산 분석: H2SD 결과에서 클리닝 롤러의 압력과 열판온도의 복합효과

	<i>Df</i>	<i>F</i>	Probability	H2SD ^a
Intercept	1	2686.07	0.000001	
area	2	2.77	0.064152	
1				4.18
2				3.85
3				3.76
Temperature	1	208.43	0.000001	
27°C				2.84 b
53°C				5.03 a
Pressure	1	171.65	0.000001	
L				4.92 a
H				2.94 b
Area × temperature	2	13.85	0.000002	
Area 1 - 27°C				3.35 c
Area 1 - 53°C				5.00 ab
Area 2 - 27°C				3.05 c
Area 2 - 53°C				4.65 b
Area 3 - 27°C				2.11 d
Area 3 - 53°C				5.42 a
Pressure × temperature	1	6.61	0.010624	
L - 27°C				3.63 b
L - 53°C				6.21 a
H - 27°C				2.04 c
H - 53°C				3.84 b
Area × pressure	2	4.14	0.016756	
Area 1 - L				5.31 b
Area 1 - H				3.05 c
Area 2 - L				5.01 a
Area 2 - H				2.68 c
Area 3 - L				4.45 b
Area 3 - H				3.08 c
Area × pressure × temperature	2	0.01	0.988620	
Area 1 - L - 27°C				4.29
Area 1 - L - 53°C				6.32
Area 1 - H - 27°C				2.41
Area 1 - H - 53°C				3.68
Area 2 - L - 27°C				4.00
Area 2 - L - 53°C				6.02
Area 2 - H - 27°C				2.09
Area 2 - H - 53°C				3.27
Area 3 - L - 27°C				2.61
Area 3 - L - 53°C				6.29
Area 3 - H - 27°C				1.60
Area 3 - H - 53°C				4.55
Error	312			

^aH2SD readings not followed by the same letter are significantly different with $\alpha = 5\%$ (Newman-Keuls test).



<그림 3> (a) 열판온도 27°C, 저압롤러 조건에서의 H2SD 결과와 열판온도 27°C, 고압롤러 조건에서의 H2SD 결과 간의 관계 $H2SD_{27H} = 0.520 (H2SD_{27L}) + 0.148$, $R^2 = 0.839$, $F(1,79) = 418.8$, $p < 0.001$, 표준 추정오차 = 0.358.

(b) 지역 1과 2 시료: 열판온도 53°C, 저압롤러 조건에서의 H2SD 결과와

열판온도 53°C, 고압롤러 조건에서의 H2SD 결과 간의 관계 $H2SD53H = 0.622(H2SD53L) - 0.365$, $R^2 = 0.859$, $F(1,52) = 324.78$, $p < 0.001$, 표준 추정오차=0.425.

(c) 지역 3 시료: 열판온도 53°C, 저압롤러 조건에서의 H2SD 결과와 열판온도 53°C, 고압롤러 조건에서의 H2SD 결과 간의 관계 $H2SD53H = 0.269(H2SD53L)^2 - 2.106(H2SD53L) + 6.597$, $R^2 = 0.811$, $F(2,24) = 56.73$, $p < 0.001$, 표준 추정오차=0.850.

열판온도 53°C 조건: 53°C의 열판온도에서 저압 및 고압 클리닝 롤러 사용시의 H2SD 결과값 사이에는 훨씬 복잡한 관계를 가지고 있다. 그래서 근본적으로 다른 거동을 보이는 두 그룹을 분리하였다. 지역 1과 2의 경우는 선형관계가 성립하였고 두 지역의 값들에서는 기울기의 차이도 없었다. 포괄적인 선형회귀분석도 가능하였다. <그림 3b>에서 보는 바와 같이 절편은 [저압=-0.808, 고압=0.079]로 0과 크게 차이가 없었고, 기울기는 0.622(95% 신뢰구간[0.552, 0.692])이다. 지역 1, 2 시료의 결과값은 평균적으로 고압 클리닝 롤러 사용시 저압 클리닝 롤러의 경우보다 43.7% 적은 것으로 나타났다. 그러나 지역 3의 경우는 <그림 3c>에서 보는 바와 같이 다른 결과값을 나타내었다. 지역 3의 시료들은 53°C의 열판온도에서 저압 및 고압 클리닝 롤러를 사용시 명확한 선형관계를 나타내지는 않았다. 매우 점착성이 높은 지역 3의 시료들은 53°C의 열판온도에서 저압 및 고압 클리닝 롤러를 사용한 경우 모두 알루미늄 호일에 붙은 점착점의 수가 대략 비슷한 결과를 나타냈다. 이러한 현상은 열판의 온도가 27°C일때는 나타나지 않았다. 지역 3(아피드에 의해 오염)에서 몇개의 베일에는 열판의 온도가 높을때 알루미늄 호일에 대한 점착력이 매우 강한 점착성 오염을 제공하는 화합물이 있다. 이 화합물은 53°C에서는 알루미늄 호일에 강한 점착성을 나타내나, 27°C에서는 그렇지 않

았다.

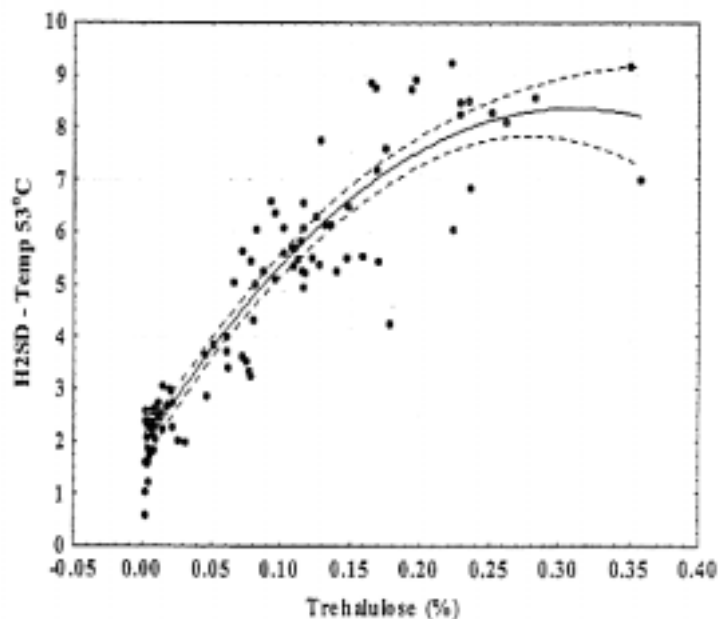
8. 당분의 점착성 평가

허니듀에 오염된 린트에서 확인된 당분 중에서 trehalulose와 fructose는 높은 흡습성을 나타내는 당분들이다. 더욱이 trehalulose는 매우 낮은 용융점을 가졌다. 그러므로 trehalulose 또는 fructose 두 당분 모두는 높은 점착력을 가지며 알루미늄 호일에 달라붙는 경향이 높을 것이라는 예상을 할 수 있다. 점착력 시험에서 가습된 fructose의 평균 최대하중값(peak load)은 2.4gf인 반면 trehalulose는 11.6배 높은 27.9gf을 나타내었다. 그래서 trehalulose의 함량이 다른 여러개의 혼합당분에 대해서도 측정한 결과를 <표 1>에 정리하였다. 그 결과 trehalulose 농도와 최대하중값 사이에 선형관계가 성립한다는 것을 알 수 있었다($\text{peak load} = 0.216\text{trehalulose}(\%) + 5.273$, $R^2 = 0.978$, $F(1,3) = 181.71$, $p < 0.001$, 추정 표준오차=1.206). 위의 식에서 높은 상관계수는 혼합당분의 평가에 있어서 trehalulose만이 점착성에 영향을 미친다는 것을 의미한다. 다른 당분들은 점착력에 어떠한 영향도 미치지 않는 것으로 나타났다. 위의 내용들로 볼 때 오염된 섬유에 있어서 trehalulose의 함량과 H2SD의 결과값의 관계를 예상할 수 있다. 이 가정을 입증하기 위해 trehalulose의 함량이 다른 150베일의 시료들을 시험한 결과 H2SD 결과값과 면 린트에서의 trehalulose 함량간의 포괄적 관계를 다음 식으로 나타내었다.

$\text{trehalulose}(\%) = 0.0187\sqrt{\text{H2SD}} - 0.0314$, $R^2 = 0.286$, $F(1, 148) = 60.63$, $p < 0.001$, 추정 표준오차=0.068)

위에서 상관성이 떨어지는 것은 린트에 있는 모든 당분(inositol, trehalose, fructose, glucose, sucrose, melezitose, maltose)들 때문인 것으로 생각되었다. 이러한 결과는 점착성을 일으키는 몇몇 다른 미확인 물질들이 린트에 존재할 것

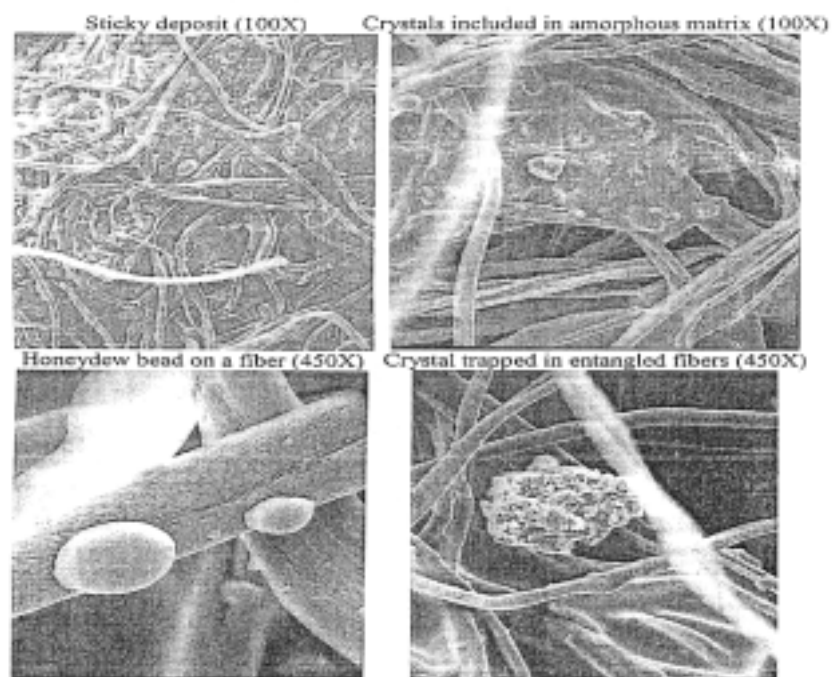
이라는 다른 가설을 유도한다. 이러한 가설은 <그림 3c>에 나타난 결과를 보면 알 수 있다. 지역 3의 시료들은 매우 높은 점착 거동을 보이는 화합물 또는 화합물들을 함유하고 있는데, 이러한 화합물들은 한번 알루미늄 호일에 고착하게 되면 고압의 클리닝 롤러를 거치더라도 제거되지 않았다. 이러한 화합물들을 분석하여보면 trehalulose가 아닌 것으로 나타났으며, 그 양도 매우 적은 것으로 나타났다. 만약 지역 3의 시료를 분석에서 배제한다면 <그림 4>에서 보듯이 trehalulose 함유량(지역 1과 2의 시료에 대해서)과 H2SD값 사이에 비선형 관계가 성립한다는 것을 알 수 있다. 이러한 비선형관계는 H2SD 점착점이 이미지 분석 시스템의 포화현상을 유도하고 합병하는 경향을 나타내는 높은 수준의 오염에 의해 기인된다.



<그림 4> 지역 1과 2: 53°C의 열판과 저압 클리닝 롤러 사용시의 H2SD값과 trehalulose 함유량(섬유무게에 대한%)의 관계. $H2SD = 1.819 + 42.263 \text{ trehalulose } (\%) - 68.196 [\text{trehalulose } (\%)]^2$, $R^2 = 0.874$, $F(2,97) = 343.68$, $p < 0.001$, 추정 표준오차 = 0.822

지역 3의 시료에 대한 결과값을 설명하기 위해서 점착성을 야기하는 미확인 화합물이 현재 HPLC 분석을 통해 확인된 당분 중의 하나가 아니라고 가정해보았다. 그러면 HPLC 크로마토그램에는 비교표준데이터의 부족으로 인해 아직 밝혀지지 않는 미확인 당분이 존재한다고 할 수 있다. 그러므로 H2SD의 알루미늄 호일에 붙은 점착점의 HPLC분석은 지역 1, 2와 3의 시료들을 구별하는데 도움이 될 수 있다.

9. H2SD시험을 통해 수집된 곤충 허니듀 점착물의 HPLC 분석



<그림 5> H2SD의 알루미늄 호일에서 채취한 점착점의 전자현미경 사진
(화이트 플라이에 오염된 원면)

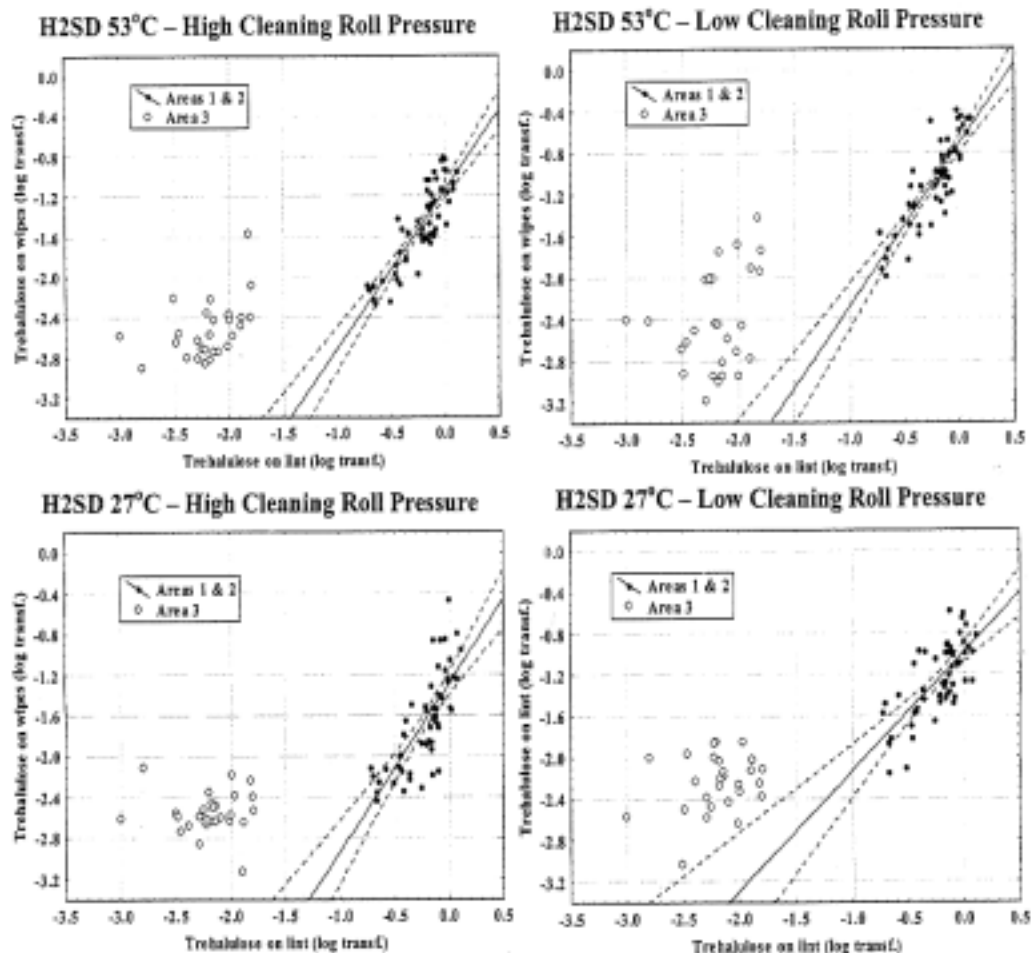
<그림 5>는 H2SD의 알루미늄 호일에 붙은 점착점들의 전자현미경 사진들이다. <그림 5>에서 위쪽 사진은 무정형 물질에 당분이 박힌 것으로 추정되

는 섬유와 결정들을, 왼쪽 아래는 섬유에 허니듀 방울이 떨어진 것, 오른쪽 아래는 잉킨 섬유에 결정이 걸린 것을 보여준다. 실험에서 H2SD 시스템으로 분석한 후 알루미늄 호일의 점착점들을 제거하기 위해 젖은 티슈를 사용하였다. 젖은 티슈로부터 당분을 채취하여 HPLC 분석을 하였다. 대조 표준용으로 젖은 Kim wipe를 이용하여 깨끗한 알루미늄호일을 닦은 것을 HPLC 분석하여 사용하였다. 작은 inositol(근육당의 일종) 피크를 제외한 대조 표준의 HPLC 크로마토그램에서는 어떠한 피크로 나타나지 않았다. 그러므로 추출한 HPLC 크로마토그램에서 나타난 모든 피크들은 외부 오염(티슈와 알루미늄)에 의해 기인된 것은 아니다.

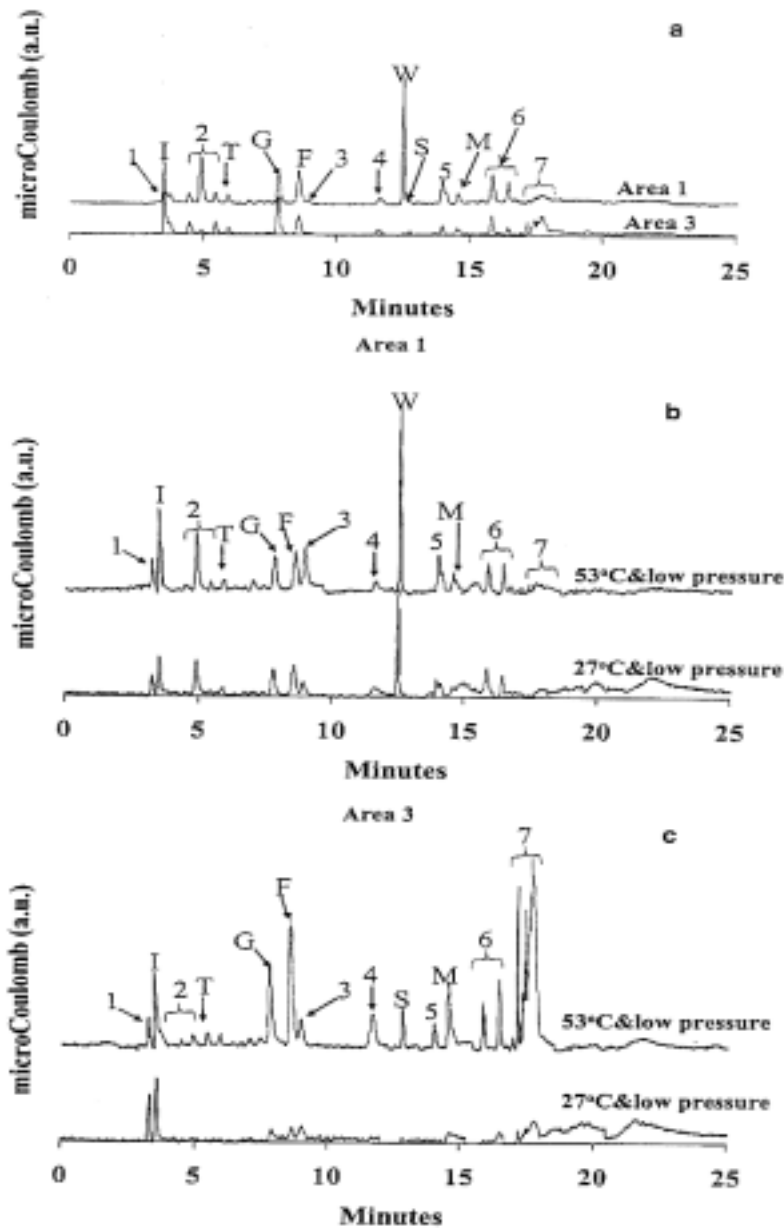
지역 1과 2에서 검출된 당분들 중에서 오직 trehalulose만이 린트에서 발견된 당분 양과 H2SD 알루미늄 호일에서 검출된 당분 양사이에 명확한 상관관계를 보이고 있다(<그림 6>은 상관관계를 잘 예지하기 위해 데이터를 Log 변환하였다). 어떠한 온도에서도 린트가 주로 화이트플라이 허니듀(지역 1과 2)에 오염된 경우에는 trehalulose가 우선적으로 알루미늄 호일에 점착하며 그 결과로 H2SD 값을 설명할 수 있는데 이러한 것으로 이전 가정은 증명된다. 지역 3의 린트에서는 trehalulose의 함량이 매우 적기 때문에 위와 같은 상관관계가 성립하지 않는다. 게다가 지역 3의 린트에서 확인된 다른 당분들로는 H2SD 결과값을 설명할 수 없다. 이러한 결과를 통해 지역 3의 시료에는 아직 밝혀지지 않은 다른 화합물 또는 화합물들이 존재한다는 가정을 할 수 있다. 이러한 화합물들은 초기에 언급했던<표 3> 것과 같이 지역과 온도간의 상호작용에 영향을 미친다.

81개 원면 시료의 모든 크로마토그램을 분석하였다. 화이트 플라이(지역 1)와 아피드(지역 3) 허니듀에 오염된 지역에서 채취한 시료의 크로마토그램 차이점을 설명하기 위해 두 개의 대표적인 시료를 선택하였다. <그림 7a~c>

는 린트와 H2SD 알루미늄 호일로부터 채취한 점착점의 크로마토그램을 나타낸 것이다. 이 크로마토그램은 허니듀에 오염된 알루미늄 호일을 닦아 얻은 크로마토그램에서 깨끗한 알루미늄 호일을 닦아 얻은 크로마토그램을 제거하여 얻은 것이다. 두 가지 H2SD 조건(열판 온도 53°C와 27°C)에 따른 시험 결과를 나타내었다. 두 가지 조건 모두 클리닝 롤러의 압력을 저압으로 설정하였다. 이 6개의 크로마토그램 분석에서 나타난 7개의 개별 피크 또는 피크 그룹들의 존재는 현재 확인되지 않는다.



<그림 6> 린트에 있는 trehalulose 함량과 여러 조건하에서 H2SD 알루미늄 호일에 붙은 점착점의 trehalulose 함량의 관계



<그림 7> (a) 지역 1과 3의 시료로부터 채취한 면섬유의 HPLC 크로마토그램 비교 (I = inositol, T = trehalose, G = glucose, F = fructose, W = trehalulose, S = sucrose, M = melezitose, 피크 1~7은 미확인 물질) (b) 지역 1의 시료에서 채취한 면 섬유와 H2SD시험에서 알루미늄 호일에 붙은 점착점의 HPLC 크로마토그램 비교 (c) 지역 3의 시료로부터 채취한 면 섬유와 H2SD시험에서 알루미늄 호일에 붙은 점착점의 HPLC 크로마토그램 비교

단일 피크를 가지는 그룹 1은 두개의 린트 시료에서 매우 작게 나타났다. 이 피크들은 두 조건의 온도에서 실험한 알루미늄 호일의 점착점들에서 모두 나타났으며 린트에서 보다 훨씬 컸다. 이 결과 이 물질이 아마도 낮은 용점을 가지나 모든 온도에서 존재하므로 지역과 온도간의 상호작용을 야기하지는 않는다.

3개의 개별 피크로 이루어진 그룹 2는 두개의 린트 시료에서 나타나며 다른 비율을 가진다. 이 피크들은 53°C의 열판을 이용하여 실험한 경우의 알루미늄 호일에서 채취한 추출물에서 나타났으나 지역 1의 시료들을 제외하고는 열판온도가 27°C인 경우에는 보이지 않았다. 이러한 결과는 이 피크들이 적어도 부분적으로는 지역과 온도간의 상호작용에 영향을 미친다고 할 수 있다.

단일 피크를 가지는 그룹 3은 두개의 린트 시료에서 매우 작게 나타난다. 이 피크는 열판온도 27°C와 53°C 두 조건의 알루미늄 호일에서 채취한 추출물에서 모두 나타났고 린트의 경우에서 보다 더 컸다. 이 결과는 이 물질이 아마도 매우 낮은 용점을 가지나 두 온도조건에서 모두 존재하기 때문에 지역과 온도간의 상호작용에 영향을 미치지 않는 것으로 보인다.

그룹 4는 단일피크로 두개의 린트 시료에서 나타나며 크기가 매우 작다. 이 피크는 53°C의 열판온도 조건하에 알루미늄 호일 점착물에서 나타나나 지역 1의 시료를 제외한 27°C의 열판온도 조건에서는 나타나지 않았다. 이 결과로 이 물질이 지역과 온도간의 상호작용에 영향을 미칠 것으로 생각된다.

단일피크인 그룹 5는 지역 1과 3의 시료에서 나타난다. 이 피크는 53°C의 열판온도 조건에서 알루미늄 호일의 점착점에서 나타나나 27°C에서 지역 3의 시료에서는 나타나지 않는다. 이것은 이 물질이 지역과 온도간의 상호작

용에 기여를 한다고 볼 수 있다.

두 개의 피크를 가지는 그룹 6은 두개의 린트 시료에서 나타난다. 지역 1의 시료에 대해서는 두가지 열판 온도에서 모두 나타났으나 지역 3의 시료에서는 27°C의 열판온도에서는 나타나지 않았다. 그러므로 이 물질은 지역과 온도간의 상호작용에 영향이 있다고 할 수 있다.

여러개의 피크로 이뤄진 그룹 7은 피크가 잘 분리되어 있지 않다. 이 피크는 두개의 린트 시료에서 나타나기는 하나 지역 3의 시료에서는 더 잘 나타난다. 지역 3의 시료에서 53°C의 열판조건에서는 이 피크의 크기가 27°C의 열판조건보다 더 크다. 이것은 이 물질 또는 물질들이 지역과 온도간의 상호작용에 기여를 한다고 볼 수 있다.

요약해보면 그룹 2, 5, 6, 7 피크들은 지역과 온도간의 상호작용에 영향이 있다. 그룹 7 피크는 아피드 오염 원면에 대해서 뚜렷하게 나타나기 때문에 화이트플라이와 아피드 오염 원면을 구별할 수 있게 해준다. 이러한 화합물들은 매우 낮은 용점을 가지며 53°C의 열판온도 조건에서 알루미늄 호일에 발견되나 27°C의 조건에서는 나타나지 않았다.

10. 결 론

본 연구를 통해 점착성 시험에 있어서 H2SD시험기의 열판온도와 클리닝 롤러의 압력이 실험결과에 큰 영향을 미친다는 것을 알 수 있었다. 열판온도를 증가시켰을때 두 종류의 클리닝 롤러 압력에서의 H2SD 결과값은 평균 49.3%(지역 1), 52.5%(지역 2), 157.0%(지역 3) 증가하였다. 그러나 고압 클리닝 롤러를 사용했을 경우에는 저압 클리닝 롤러 사용시와 비교했을때 H2SD 시험기에서 점착점의 수가 감소하였다. 그리고 H2SD 결과값은 클리닝 롤러의 압력이 저압에서 고압으로 증가했을 경우 두 가지 열판온도 조건에서 모

두 평균 42.6%(지역 1), 48.3%(지역 2), 30.8%(지역 3) 감소하였다.

H2SD 알루미늄 호일의 점착점의 HPLC 분석결과는 화이트플라이 허니듀에 오염된 원면에서는 trehalulose가 주당분임을 보여준다. 그러나 아피드 허니듀에 오염된 원면에서는 다른 미확인 화합물들이 53°C의 열판온도에서는 알루미늄 호일에 점착하나 27°C의 낮은 열판온도에서는 점착하지 않는다.