



Research Article

Analysis of vitamin D content of frequently-consumed foods

다소비 식품에 대한 비타민 D 함량 분석

Jong-Soon Lim¹, Hyun-Jeong Kim¹, Sang-Hoon Lee², Young-Min Choi², Sam-Pin Lee^{1,3*}

임종순¹ · 김현정¹ · 이상훈² · 최용민² · 이삼빈^{1,3*}

¹The Center for Traditional Microorganism Resources, Keimyung University, Daegu 42601, Korea

²Food & Nutrition Division, Department Agrofood Resources, National Institute of Agricultural Science, Rural Development Administration (RDA), Wanju 54875, Korea

³Department of Food Science and Technology, Keimyung University, Daegu 42601, Korea

¹계명대학교 전통미생물자원개발 및 산업화연구센터, ²농촌진흥청 국립농업과학원 농식품자원과 식생활영양과, ³계명대학교 식품가공학과

Abstract In the present study, the vitamin D content of frequently-consumed Korean foods were evaluated to update the National Standard Food Composition Table (NSFCT) that is published by the Korean Rural Development Administration. Total 181 types of frequently-consumed foods including cereals, beans, vegetables, meat and, fish products, drinks, condiments, and mushrooms were analyzed by liquid chromatography-mass spectrometry. The standard materials, BCR-122 and SRM 3235, exhibited recovery rates of 98.40% and 104.17%, respectively. All the analyses were performed under the control line based on the quality control chart for vitamin D₂ and D₃. Among the analysis of 181 species, vitamin D was detected only in 16 species including mushrooms (Vit D₂), eggs and fish products (Vit D₃). The vitamin D₂ content of mushroom ranged from 0 to 147.96 µg/100 g, with naturally dried *Sparassis crispa* exhibiting the highest vitamin D₂ content. In mushroom of *Sparassis crispa*, *Lentinula edoles*, *Pleurotus eryngii*, and *Agaricus bisporus* the natural drying showed the superior to vitamin D content compared to those of device drying. However, raw mushrooms except for *Auricularia auricula-judae* did not contain vitamin D₂. The vitamin D₃ content of eggs and fish products ranged from 0 to 8.90 µg/100 g (solids part in canned salmon). However, vitamin D was not detected in a majority of the frequently-consumed foods under analysis, such as cereals, beans, vegetables, nut and seeds, ginseng, fruits and seaweed, most fish products and animal foods.

Keywords vitamin D, frequently consumed foods, certified reference material, LC-MS/MS



OPEN ACCESS

Citation: Lim JS, Kim HJ, Lee SH, Choi YM, Lee SP. Analysis of vitamin D content of frequently-consumed foods. Korean J Food Preserv, 29(1), 70-83 (2022)

Received: October 12, 2021
Revised: November 24, 2021
Accepted: December 09, 2021

***Corresponding author**
 Sam-Pin Lee
 Tel: +82-53-580-5554
 E-mail: splee@kmu.ac.kr

Copyright © 2022 The Korean Society of Food Preservation. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

1. 서론

비타민은 신진대사 및 성장에 관여하는 중요 물질 중 하나로 체내에서 충분히 합성되지 않아 외부(식품 등)로부터 공급받아야 한다. 일반적으로 비타민은 생체 내 생리작용을 조절하는 영양소이며, 항암 및 노화방지와 같은 대사활동에 도움을 준다(Kim 등, 2018).

비타민 D는 지용성 비타민의 한 종류로 체내에서 비타민 D₂(ergocalciferol)와 비타민 D₃(cholecalciferol)로 존재하는 것으로 알려져 있으며, 비타민 D₂는 주로 식물에서 합성되고, 비타민 D₃는 주로 자외선 B에 노출되었을 때 피부에서 합성된다(Holick, 2004). 비타민 D는 칼슘 대사를 조절하여 칼슘과 인의 흡수에 관여하고, 근육과 뼈의 정상적인 발달을 위해 반드시 필요한 영양소이다. 결핍 시 영유아에게는 구루병을, 성인에게는 골연화증을 야기하는 것으로만 알려져 있다. 하지만 최근 비타민 D가 심혈관질환, 각종 감염성 질환, 당뇨병, 대사증후군, 종양, 자가면역 질환 등 여러 만성질환과의 관련성이 보고되면서(Jung 등, 2018), 비타민 D의 면역조절기능에 대한 관심이 증가하고 있다. 최근에는 혈중 비타민 D 농도가 낮을수록 COVID-19 감염 발생 가능성이 높으며, 특히 치명률이 높은 것으로 보고되어(Ilie 등, 2020) 비타민 D의 기능성에 더욱 이목이 집중되고 있다.

최근 현대인에게 있어 비타민 D의 부족이 세계적으로 광범위하게 증가하고 있는 것으로 보고되고 있으며(Abrahamsen 등, 2010; Holick, 2008), 국제적으로 비타민 D 부족 상태에 대한 진단기준의 세분화 및 진단기준에 따른 비타민 D 상태 분포, 질병과의 관련성에 대한 연구와 더불어 섭취 권장량이 새롭게 설정되고 있다(Chowdhury 등, 2012; Misra 등, 2008). 비타민 D 상태에 대한 국내 연구의 경우 국민건강영양조사 자료를 바탕으로 분석한 보고에서 한국인의 경우 비타민 상태가 매우 취약하며, 남성보다는 여성이, 연령대별로는 20대가 가장 취약한 것으로 보고하고 있다(Choi 등, 2011; Jung, 2013). 비타민 D의 급원식품으로 연어, 참치, 고등어, 정어리 같은 고지방 생선, 간유, 달걀노른자, 우유, 그리고 비타민 강화 마가린과 시리얼, 태양에 말린 목이버섯, 느타리버섯, 표고버섯 등으로 일부 식품에만 함유되어 있어 매우 제한적이다(Kim과 Jo, 2012; Kim과 Kang, 2012).

최근, 국내 식품 영양성분 데이터의 활용도가 증가하고 있으나, 영양소의 종류별, 분석된 식품 종류별 정보 및 식품 성분 분석과정과 결과에 대한 상세 정보가 많이 부족한 실정이다. 미국 농무성(USDA)에서는 미국 내에서 소비되고 있는 식품의 영양성분 함량에 관한 데이터베이스를 제시하고 있고, 일본에서는 식품 관련 학계 혹은 과학기술청 보고

서 자료 등을 이용하여 실수요자 중심의 자료를 발간하고 있다. 우리나라의 식품의 영양성분 정보 구축의 경우에 농촌진흥청에서 1970년 초판의 발간 후 5년 주기로 개정판이 발간되고 있으며, 현재 제9개정 국가표준식품성분표까지 발간되었다(Ji 등, 2015).

비타민 D는 인체 내 중요한 역할과 기능을 수행하는 필수 영양소로 질환과 관련된 연구가 대부분으로, 다양한 식품 원료에 대한 비타민 D 함량 연구는 매우 제한적이다. 따라서 본 연구에서는 국내에서 소비되는 식품 중 다소비 식품을 선별하여 식품에 함유되어 있는 비타민 D 함량 분석을 실시하여 제10개정 국가표준식품성분표 개정을 위한 DB 구축 및 국민영양평가의 기초자료로 제공하고자 하였다.

2. 재료 및 방법

2.1. 재료

본 연구에서 비타민 D 추출을 위해 사용된 pyrogallol 시약은 TCI사(Tokyo, Japan)로부터 구입하였고, 에탄올, 메탄올 및 n-헥산은 Honeywell(Morris plains, NJ, USA)로부터 구입하여 사용하였다. 표준품인 비타민 D₂와 비타민 D₃는 TCI사의 순도 98% 이상의 HPLC급을 구입하여 사용하였으며, 그 외 실험에 사용된 시약은 특급 이상을 사용하였다.

2.2. 시료의 전처리

본 연구에서 사용된 시료는 국민건강영양조사를 통해 생산되는 국민건강통계를 참고로 하여 국내 다소비, 다빈도 이용식품과 통계청의 농림어업 총 조사 등을 활용하여 선정한 다소비 작목 중 주요 작목의 품종별로 샘플링되었고, 샘플링된 작목은 다시 단순 가공 단계별로 나누어 선정하였다. 이렇게 선정된 시료들은 2019년 농촌진흥청이 국가표준 식품성분표 제10개정판을 발간하기 위한 연구사업의 일환으로 선정되었다.

최종 선정된 시료로는 곡류(45종), 두류(12종), 견과 및 종실류(1종), 채소류(9종), 과일류(10종), 홍삼(3종), 해조류(1종), 버섯류(36종), 육류(9종), 난류(1종), 유제품(3종), 어패류 및 기타수산물(20종), 차류 및 음료류(8종), 당류(1종), 유지류(7종), 조미료류(16종)의 총 181종이었다. 이들 시료는

국립농업과학원 기능성식품과에서 수세 및 수분제거를 한 다음, 가로세로 약 1 cm 정도 크기로 절단하고 액체질소로 급속냉동하여 균질화 과정을 거쳐 동결 후 배송되었으며, 배송된 시료는 -70°C 냉동고에서 보관하면서 분석에 사용하였다.

2.3. 비타민 D 추출

비타민 D 함량 분석은 균질화된 시료를 수산화칼륨과 피로가롤·에탄올 용액을 이용하여 검화시킨 후 동시 추출하였다(MFDS, 2014). 갈색 검화 플라스크에 균질화된 시료 1-3 g을 정밀히 취한 후, 10% 피로가롤·에탄올 용액 40 mL를 가하여 약하게 진탕 혼합하였다. 여기에 90% 수산화칼륨용액 10 mL를 가하고 진탕 혼합하였다. 검화 플라스크를 환류냉각관을 부착하여 비등수욕 중에서 60분간 가열하여 검화하였다. 검화 완료한 시료는 즉시 실온으로 냉각하고 갈색 분액깔때기로 옮긴 후 헥산 50 mL를 가하여 10 분간 강하게 진탕 혼합하였다. 일정시간 방치하여 층 분리가 되면 상등액은 수집하고 남은 하층에 헥산 50 mL를 가하여 2회 더 반복 추출하여 상등액을 수집하였다. 수집된 전체 상등액에 1 N 수산화칼륨용액 100 mL를 가하여 진탕 혼합한 후 방치하여 층 분리를 진행 후 혼탁한 물층을 제거하였다. 헥산층에 0.5 N 수산화칼륨용액 40 mL를 가하여 진탕한 후 방치하여 층 분리가 되면 물층은 다시 버리고 헥산층은 세척액이 페놀프타레인 시약에 알칼리반응이 나타나지 않을 때까지 충분히 세척하였다. 수세가 끝난 헥산층은 무수황산나트륨으로 탈수하여 갈색 감압농축플라스크에 옮겨 40°C 이하에서 감압농축하였다. 농축하여 얻어진 잔류물에 메탄올 4 mL를 가하여 재용해시켜 0.45 μ m membrane filter로 여과한 후, 비타민 D 분석용 시험용액으로 사용하였다.

2.4. 비타민 D 분석방법

비타민 D 분석은 시험용액을 LC-MS/MS(high performance liquid chromatography mass spectrometry, Triple Quad 4500 AB Sciex Instruments, Framingham, Massachusetts, USA)로 분석하여 비타민 D₂ 및 D₃ 함량을 정량하였다. 분석조건으로는 C₁₈ column(CAPCELL CORE C₁₈, SHISEIDO, Tokyo, Japan)을 이용하여 이동상(5

mM ammonium acetate: methanol = 5:95)을 60°C에서 0.45 mL/min으로 흘려주었으며, 질량분석기는 ESI positive 조건에서 capillary 온도 750°C, collision 가스는 N₂를 사용하였다. 이때 모든 시료는 2회 반복 분석하였으며, 비타민 D₂ 및 D₃ 함량의 평균값으로 나타내었다(Table 1).

2.5. 비타민 D 분석법 검증

비타민 D 분석방법에 대한 정확성 평가를 위하여 정기적으로 표준인증물질로 CRM(Certified reference material)인 BCR-122[Margarine, IRMM(Institute for Reference Materials and Measurements), EU] 및 SRM3235 [Soy milk, NIST(National Institute of Standards and Technology), USA]를 이용하여 분석방법의 정확성 및 회수율을 검증하였다. CRM은 분석방법, 측정방법의 정확성을 평가할 수 있게 정확한 특성 값이 정해진 균일하고 안정적인 표준물질로 많은 연구기관에서 이용하고 있다.

2.6. 검출한계(LOD)와 정량한계(LOQ)

본 실험에서 얻어진 LC-MS/MS chromatogram으로부터 각 분석물질 주변 peak의 신호/잡음(signal/noise, S/N)의 비율이 3에 해당하는 각각의 농도를 검출한계(limit of detection, LOD)로 하였으며, S/N 비 10에 해당하는 각각의 농도를 정량한계(limit of quantitation, LOQ)로

Table 1. LC-MS/MS conditions for the analysis of vitamin D

HPLC (Eksport ultraLC 110-XL) conditions		
Column	CAPCELL CORE C ₁₈ (90 Å×2.7 μ m×2.1 mm×150 mm)	
Mobile phase	5 mM ammonium acetate:methanol (5:95)	
Oven temperature	60°C	
Inject volume	10 μ L	
MS/MS (Triple Quad 4500) conditions		
Ionization	ESI positive	
Source temperature	700°C	
Collision gas	N ₂	
	Vitamin D ₂	Vitamin D ₃
Precursor ion (m/z)	397	385
Fragment ion (m/z)	107, 105, 91	107, 105, 79

계산하였다.

2.7. 비타민 D 분석 품질관리

분석방법의 정밀성(precision)을 평가하기 위하여 품질 관리시료로 건조표고버섯과 브로콜리 혼합물 및 조제분유를 매회 분석하여 분석결과에 대한 품질을 관리하였다. 95% 수준의 경고한계(2SD: standard deviation)를 넘을 경우 재분석으로 판정하였으며, 99% 수준의 조절한계(3SD)를 넘을 경우 실험방법, 실험환경 등을 시정하여 허용범위에 들도록 관리하였다.

2.8. 통계처리

각 비타민 D의 분석 정량 값은 IBM SPSS Statistics 25

(Statistical Analysis System, SAS Institute Inc., Cary, NC, USA)를 이용하여 시료 간의 차이 유무를 분산분석(ANOVA)을 시행한 후, Duncan's multiple range test ($p < 0.05$)를 실시하여 각 시료 간의 유의성을 검증하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 곡류, 두류, 견과 및 종실류, 채소류, 과일류, 홍삼, 해조류의 비타민 D 함량

다소비 곡류 45종으로 분류된 옥수수(건조) 11품종, 수수(생) 3품종, 기장(생) 3품종, 조(생) 8품종, 백미(생) 10품종, 현미 10품종을 대상으로 비타민 D₂ 및 D₃ 함량을 분석한 결과는 Table 2와 같이, 옥수수, 백미, 흑미 등을 포함한 45종의 곡류에서 비타민 D₂와 D₃는 모두 검출되지 않았다.

Table 2. Vitamin D content in cereals

Sample		Water content (%)	Vitamin D ₂ (μg/100 g)	Vitamin D ₃ (μg/100 g)	
Cereals (45)	Corn (drying)	Dapyeongok	10.70±0.09	ND ¹⁾	ND
		Shinkwangok	10.95±0.07	ND	ND
		Shinhwangok	10.63±0.10	ND	ND
		Andaok	10.60±0.03	ND	ND
		Yanganok	10.53±0.04	ND	ND
		Jangdaok	10.49±0.04	ND	ND
		Changdaok	10.41±0.02	ND	ND
		Chunganok	10.31±0.05	ND	ND
		Pyeonggangok	10.33±0.08	ND	ND
		Pyeonganok	10.83±0.01	ND	ND
		Hwangdaok	10.37±0.08	ND	ND
Sorghum (raw)	Donganme	10.18±0.09	ND	ND	
	Nampungchal	9.62±0.02	ND	ND	
	Sodamchal	9.42±0.04	ND	ND	
Proso millet (raw)	Leebaekchal	11.18±0.02	ND	ND	
	Hanlachal	11.26±0.05	ND	ND	
	Hwangshilchal	11.51±0.08	ND	ND	
Foxtail millet (raw)	Gyeongwan 1st	10.39±0.00	ND	ND	
	Gyeongwan 2nd	10.86±0.06	ND	ND	
	Dahwangme	10.87±0.01	ND	ND	
	Dan-ame	11.30±0.04	ND	ND	
	Samdame	11.19±0.01	ND	ND	
	Samdachal	11.79±0.11	ND	ND	

(continued)

Sample		Water content (%)	Vitamin D ₂ (μg/100 g)	Vitamin D ₃ (μg/100 g)	
Cereals (45)	Foxtail millet (raw)	Johwangme	11.35±0.05	ND	ND
		Hwangmichal	11.07±0.04	ND	ND
White rice (raw)	White rice (raw)	Geumgang 1st	12.39±0.06	ND	ND
		Namchan	13.33±0.00	ND	ND
		Boramchan	12.69±0.08	ND	ND
		Alchanmi	11.74±0.03	ND	ND
		Younghojinmi	12.63±0.03	ND	ND
		Yeochan	13.35±0.04	ND	ND
		Chindeul	13.43±0.01	ND	ND
		Hangaru	11.40±0.00	ND	ND
		Hanahreum 4th	12.38±0.05	ND	ND
		Haedamssal	11.67±0.07	ND	ND
		Brown rice (raw)	Brown rice (raw)	Geumgang 1st	11.97±0.03
Namchan	14.09±0.03			ND	ND
Boramchan	13.57±0.02			ND	ND
Alchanmi	11.50±0.01			ND	ND
Younghojinmi	12.39±0.05			ND	ND
Yeochan	13.75±0.08			ND	ND
Chindeul	13.93±0.01			ND	ND
Hangaru	12.48±0.05			ND	ND
Hanahreum 4th	11.93±0.06			ND	ND
Haedamssal	11.33±0.07			ND	ND

¹⁾ND, not detected.

또한, 두류 12종, 견과 및 종실류 1종, 채소류 9종, 과일류 10종, 홍삼류 3종 및 해조류 1종을 대상으로 비타민 D₂ 및 D₃ 함량을 분석한 결과에서도 이들 36종의 식품에서 비타민 D가 검출되지 않았다(Table 3). 즉 두류 12종, 견과 및 종실류 1종, 채소류 9종 및 홍삼류 3종의 대상 식품들을 생으로 또는 가열하거나, 찌고, 건조하여도 비타민 D 함량 차이 없이 비타민 D₂ 및 D₃가 검출되지 않았으며, 굴(생) 8품종, 오렌지, 자두 및 해조류에서도 비타민 D가 검출되지 않았다. 따라서 국내에서 다소비 되고 있는 이들 곡류, 두류, 견과 및 종실류, 채소류, 과일류, 홍삼, 해조류에서는 비타민 D가 존재하지 않았다.

3.2. 버섯류의 비타민 D 함량

버섯류를 대상으로 비타민 D₂와 D₃ 함량을 분석한 결과는 Table 4와 같이, 36종의 모든 버섯류에서 비타민 D₃는 검출되지 않았으나, 꽃송이버섯, 표고버섯, 양송이버섯, 큰느타리버섯, 목이버섯 및 갈색팽이버섯에서는 비타민 D₂가 검출되었다. 그 중 꽃송이버섯은 자연건조에서 147.96±8.24 μg/100 g의 가장 높은 비타민 D₂ 함량을 보였으며, 기기건조에서도 2.13±0.46 μg/100 g의 비타민 D₂ 함량을 나타내었다. 그리고 자연건조한 표고버섯에서 77.59±12.82 μg/100 g, 양송이버섯에서 68.81±1.18 μg/100 g, 큰느타리버섯에서 62.33±14.51 μg/100 g, 목이버섯

Table 3. Vitamin D content in beans, nut and seeds, vegetables, ginsengs, fruits and seaweed

Sample			Water content (%)	Vitamin D ₂ (μg/100 g)	Vitamin D ₃ (μg/100 g)
Beans (12)	<i>Vigna angularis</i>	Yeonduchae	12.85±0.02	ND ¹⁾	ND
		Huinguseul	11.87±0.05	ND	ND
		Huingnalae	14.04±0.04	ND	ND
		Geomguseul	14.57±0.09	ND	ND
		Seona	12.75±0.05	ND	ND
		Arari	13.84±0.05	ND	ND
	<i>Vigna angularis</i>	Raw	16.69±0.13	ND	ND
		Boiled	71.24±0.03	ND	ND
	<i>Vigna angularis</i> (Willd.) Ohwi	Raw	17.73±0.03	ND	ND
		Boiled	61.16±0.04	ND	ND
	<i>Vigna unguiculata</i>	Raw	16.77±0.15	ND	ND
		Boiled	68.08±0.05	ND	ND
Nut and seeds (1)	Pine nuts	Raw	2.24±0.34	ND	ND
Vegetables (9)	Korean radish	Raw	93.29±0.02	ND	ND
		Boiled	95.76±0.24	ND	ND
	Peeled garlic	Raw	67.78±0.22	ND	ND
		Boiled	66.34±0.18	ND	ND
	Pumpkin	Raw	89.93±0.15	ND	ND
		Boiled	93.69±0.01	ND	ND
		Steamed	89.67±0.14	ND	ND
		Device drying	10.72±0.08	ND	ND
	Sliced ginger	Raw	9.84±0.12	ND	ND
Ginsengs (3)	Ginseng (raw ginseng)	Raw	74.87±0.72	ND	ND
		Boiled	76.34±0.07	ND	ND
	Red ginseng	Raw	13.41±0.11	ND	ND
Fruits (10)	Tangerine (flesh)	Miyagawa wase	89.15±0.13	ND	ND
		Shinyegam	90.86±0.05	ND	ND
		Beni Madonna	88.81±0.01	ND	ND
		Okitsu wase	88.81±0.01	ND	ND
		Harye josaeng	89.72±0.09	ND	ND
		<i>Kanpei</i>	86.71±0.02	ND	ND
		Setoka	89.15±0.00	ND	ND
		<i>Shiranuhi</i>	86.58±0.05	ND	ND
	Orange	86.82±0.11	ND	ND	
	Plum	91.03±0.06	ND	ND	
Seaweed (1)	Seaweed, dried seaweed sheets	2.40±0.07	ND	ND	

¹⁾ND, not detected.

Table 4. Vitamin D content in mushrooms

Sample			Water content (%)	Vitamin D ₂ (µg/100 g)	Vitamin D ₃ (µg/100 g)
Mushrooms (14)	<i>Sparassis crispa</i>	Raw	90.94±0.10	ND ¹⁾	ND
		Boiled	89.55±0.21	ND	ND
		Device drying	8.61±0.06	2.13±0.46 ^{a2)}	ND
		Natural drying	49.53±0.21	147.96±8.24 ^d	ND
	<i>Lentinula edodes</i>	Raw	86.38±0.31	ND	ND
		Boiled	89.87±0.2	ND	ND
		Device drying	10.66±0.11	ND	ND
		Natural drying	9.71±0.37	77.59±12.82 ^c	ND
	<i>Auricularia auricula-judae</i>	Raw	92.77±0.11	0.75±0.92 ^a	ND
		Boiled	93.53±0.23	0.87±0.09 ^a	ND
		Device drying	12.30±0.02	8.08±0.70 ^a	ND
		Natural drying	6.70±0.06	9.26±0.54 ^a	ND
	<i>Pleurotus eryngii</i>	Raw	90.24±0.03	ND	ND
		Boiled	88.80±0.22	ND	ND
		Device drying	6.90±0.02	ND	ND
		Natural drying	9.64±0.00	62.33±14.51 ^b	ND
	<i>Agaricus bisporus</i>	Raw	92.09±0.03	ND	ND
		Boiled	92.14±0.08	ND	ND
		Device drying	37.60±0.40	ND	ND
		Natural drying	9.69±0.09	68.81±1.18 ^b	ND
Brown- <i>Agaricus bisporus</i>		Raw	91.89±0.16	ND	ND
		Boiled	92.42±0.20	ND	ND
<i>Hypsizygus tessellatus</i>		Raw	91.11±0.23	ND	ND
		Boiled	90.96±0.68	ND	ND
<i>Tremella fuciformis</i>		Raw	85.01±0.29	ND	ND
		Boiled	90.67±0.42	ND	ND
<i>Pleurotus ostreatus</i>		Raw	91.77±0.05	ND	ND
		Boiled	90.49±0.32	ND	ND
<i>Grifola frondosa</i>		Raw	93.26±0.12	ND	ND
		Boiled	92.06±0.06	ND	ND
<i>Flammulina velutipes</i>		Raw	89.16±0.03	ND	ND
		Boiled	89.38±0.17	ND	ND
Brown- <i>Flammulina velutipes</i>		Raw	89.15±0.08	2.61±0.33 ^a	ND
		Boiled	89.07±0.01	1.43±0.24 ^a	ND
<i>Phellinus linteus</i>		Drying, Leachate	99.70±0.02	ND	ND
<i>Ganoderma lucidum</i>		Drying, Leachate	99.89±0.01	ND	ND

¹⁾ND, not detected.

²⁾All values are expressed as the mean±SD of triplicate determinations.

Means with different superscripts are significantly different by a Duncan's range test at p<0.05.

에서 $9.26 \pm 0.54 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 의 높은 비타민 D₂ 함량을 나타내었으나, 표고버섯, 양송이버섯 및 큰느타리버섯의 생것, 데친 것 및 기기건조한 것에서는 비타민 D₂가 검출되지 않았다. 그러나 목이버섯은 생것에서 $0.75 \pm 0.92 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 데친 것에서 $0.87 \pm 0.09 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 기기건조에서 $8.08 \pm 0.70 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 자연건조에서 $9.26 \pm 0.54 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 순으로 비타민 D₂ 함량을 나타내었다. 즉 목이버섯은 다른 버섯과는 다르게 가공 공정에 따른 차이 없이 비타민 D₂가 존재하였다. 특히 꽃송이버섯, 표고버섯, 양송이버섯, 큰느타리버섯 및 목이버섯은 자연건조시에 비타민 D₂ 함량이 크게 증가함을 알 수 있었다.

한편, 갈색팽이버섯 생것에서 $2.61 \pm 0.33 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 데친것에서 $1.43 \pm 0.24 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 의 비타민 D₂가 검출되었으며, 그 외 흰백목이버섯 등 6종 버섯류의 생것과 데친 것에서는 비타민 D가 검출되지 않았다. 상황버섯 및 영지버섯 침출액의 건조물에서도 비타민 D가 검출되지 않았다.

일반적으로 버섯은 햇빛이나 자외선 조사에 의하면 높은 비타민 D 함량을 생성할 수 있다는 보고(Cardwell 등, 2018)처럼, 본 연구에서도 꽃송이버섯, 표고버섯, 양송이버섯, 큰느타리버섯 및 목이버섯은 자연건조시에 비타민 D₂ 함량이 크게 증가함을 확인하였다.

Pyo 등(2020)의 연구에 따르면 5종의 버섯(새송이, 느타리, 팽이, 양송이, 표고)을 미세분말화하여 UV-B 조사에 따른 비타민 D₂ 전구체인 ergosterol과 비타민 D₂의 함량을 분석하여 UV-B 조사에 따른 전환율을 확인하였다. 자외선 조사 전 표고버섯 분말에서 2.55 mg/g , 양송이버섯 2.42 mg/g , 느타리버섯 1.92 mg/g 순으로 ergosterol의 함량을 확인할 수 있었으며 비타민 D₃는 확인되지 않았다. 30분 동안 자외선 조사를 한 후 버섯 분말의 비타민 D₂ 함량을 비교한 결과 표고버섯($76.12 \mu\text{g/g}$), 양송이버섯($55.41 \mu\text{g/g}$), 느타리버섯($40.13 \mu\text{g/g}$) 순으로 비타민 D₂ 전구체 함량이 높은 순으로 비타민 D₂가 전환된 것을 확인하였다. 즉 표고버섯, 양송이버섯, 느타리버섯을 자연건조 하여 분석한 본 연구보다, 자외선 조사로 제조한 이들 버섯에서 비타민 D₂ 함량이 더 높게 존재하였는데, 이는 직접적인 자외선 조사에 의해 비타민 D₂로의 전환율이 크게 증가하여 비타민 D₂ 함량이 증가된 것으로 생각된다. 또한, 자연건조에 의해서도 비타민 D₂의 함량이 높아지는 것은 건조 후 수분

함량의 감소와 자연건조 중의 자외선 조사도 진행되어 비타민 D₂가 생성이 되는 것으로 사료된다.

Kim 등(2012)의 연구에 따르면 목이버섯 품종과 영양성분 비교 시에 털목이, 흑목이, 갈색목이버섯 3품종의 비타민 D₂ 함량 비교시 흑목이버섯 $5.45 \mu\text{g/g}$, 갈색목이버섯 $2.76 \mu\text{g/g}$, 털목이버섯 $1.66 \mu\text{g/g}$ 순으로 목이버섯 품종 간의 함량차이가 있었다. 이처럼 버섯류의 품종에 따른 비타민 D 함량의 차이가 존재하는 것처럼, 본 연구에서도 버섯 종류별에 따른 비타민 D 함량 차이를 보이는 것으로 사료된다.

3.3. 육류, 난류, 유제품 및 기타수산물 식품의 비타민 D 함량

육류(햄, 순대) 9종, 난류(피단) 1종, 유제품(생크림, 동물성 및 식물성 휘핑크림) 3종, 기타수산물(젓갈, 액젓, 통조림 등)을 포함한 20종의 식품에 대한 비타민 D₂와 D₃ 함량을 분석한 결과는 Table 5와 같다. 그 결과 육류(햄, 순대)와 유제품(생크림, 동물성 및 식물성 휘핑크림)에서는 비타민 D가 검출되지 않았으며, 난류(피단)에서 비타민 D₃가 $7.07 \pm 0.87 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 검출되었다. 기타 수산물 중에서는 명란젓에서 비타민 D₃가 $1.84 \pm 0.13 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 검출되었으며, 연어통조림(전체)에서 $8.67 \pm 0.32 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 연어통조림(고형물)에서 $8.90 \pm 1.45 \mu\text{g}/100 \text{ g}$, 훈제연어 생것에서 $5.62 \pm 0.51 \mu\text{g}/100 \text{ g}$ 의 비타민 D₃가 검출되었다. 피단은 중국요리에서 오리알이나 달걀을 삭힌 음식으로, Lim 등(2019)의 연구에서 난류(메추리알, 달걀, 오리알)의 가공 전, 후 비타민 D 함량을 분석한 결과 난백에서는 비타민 D가 모두 검출되지 않았으나, 난황에서는 메추리알($3.59\text{--}4.99 \mu\text{g}/100 \text{ g}$), 오리알($20.85\text{--}22.30 \mu\text{g}/100 \text{ g}$), 달걀($63.96\text{--}95.04 \mu\text{g}/100 \text{ g}$)에서 비타민 D₃가 검출되어 피단의 비타민 D₃의 검출은 난류의 난황에서 검출된 것으로 생각된다.

생선류에는 비타민 D₃의 함량이 높으며, 살코기보다는 지방이 많은 생선인 고등어, 연어, 무지개 송어 등이 지방함량이 적은 생선보다 비타민 D의 함량이 높다는 보고(Malesa-Cieciewicz와 Usydus, 2015)처럼 연어통조림 및 훈제연어에서 비타민 D₃의 함량이 높게 함유되었음을 알 수 있었다. 또한, Lu 등(2007)의 연구에서 자연산 연어와 양식 연어의 비타민 D₃의 함량을 비교한 결과 자연산 연어는 988 ± 524

Table 5. Vitamin D content in meats, eggs, milk products and fish products

Sample			Water content (%)	Vitamin D ₂ (µg/100 g)	Vitamin D ₃ (µg/100 g)
Meats (9)	Sliced ham	Raw	65.41±0.07	ND ¹⁾	ND
		Bake	57.40±0.23	ND	ND
		Blanch	63.69±0.52	ND	ND
	Square ham	Raw	62.99±0.80	ND	ND
		Bake	60.34±1.27	ND	ND
	Lean meat ham	Bake	57.33±0.44	ND	ND
		Blanch	58.13±0.93	ND	ND
	Sundae	High rate of vegetables and seonji	70.35±0.46	ND	ND
		High rate of glass noodle	59.26±0.13	ND	ND
Eggs (1)	Century egg	71.00±0.27	ND	7.07±0.87 ^{c2)}	
Milk products (3)	Fresh milk cream	54.95±0.28	ND	ND	
	Animal whipped cream	55.74±0.02	ND	ND	
	Vegetable whipped cream	60.02±0.00	ND	ND	
Fish products (20)	Dried shredded squid	Domestic	27.29±0.07	ND	ND
		International	36.45±0.03	ND	ND
	Dried pollack	Raw	17.99±0.02	ND	ND
	Salted pollack intestine		59.77±0.13	ND	ND
	Salted pollack roe		63.10±0.13	ND	1.84±0.13 ^a
	Salted clam		69.34±0.45	ND	ND
	Salted squid		54.18±0.05	ND	ND
	Salted shrimp		67.30±0.17	ND	ND
	Canary fish sauce		70.05±0.13	ND	ND
	Anchovy fish sauce		70.37±0.22	ND	ND
	Canned mackerel	Whole	79.84±0.09	ND	ND
		Solids	66.19±0.01	ND	ND
	Canned saury	Whole	78.84±0.04	ND	ND
		Solids	64.50±0.27	ND	ND
	Canned sea snails	Solids	72.01±0.22	ND	ND
	Canned salmon	Whole	70.43±0.56	ND	8.67±0.32 ^d
		Solids	67.00±0.18	ND	8.90±1.45 ^d
	Smoked salmon	Raw	62.17±0.66	ND	5.62±0.51 ^b
	Crab meat	Raw	69.16±0.23	ND	ND
		Blanch	69.48±0.07	ND	ND

¹⁾ND, not detected.

²⁾All values are expressed as the mean±SD of triplicate determinations.

Means with different superscripts are significantly different by a Duncan's range test at p<0.05.

IU vitamin D₃/3.5 oz(249.0 μg/kg), 양식 연어는 240±108 IU vitamin D₃/3.5 oz(60.5 μg/kg)였고, 양식 연어의 조리법에 따른 비타민 D 함량 비교 시 구운 양식연어는 240 IU vitamin D₃/3.5 oz였으며, 식물성 기름으로 튀긴 양식연어는 123 IU vitamin D₃/3.5 oz로 조리법에 따라 비타민 D₃의 함량이 달라지는 것을 확인할 수 있었다. 본 연구에서도 연어의 가공방법에 따라 비타민 D의 함량에 차이나는 것으로 생각된다.

3.4. 차류, 음료류, 당류, 유지류, 조미료류의 비타민 D 함량

차류 및 음료류(코코아차 외) 8종, 당류(로얄젤리) 1종,

유지류(쇼트닝 외) 7종, 조미료류(마요네즈 외) 16종을 대상으로 비타민 D₂와 D₃ 함량을 분석한 결과는 Table 6과 같으며, 이들 32종의 식품군에서는 비타민 D가 검출되지 않았다.

3.5. 비타민 D의 내부 분석품질관리

비타민 D 분석방법에 대한 정확성을 평가하기 위하여 정기적으로 CRM에 대한 분석을 실시하였으며, 그 결과는 Table 7과 Fig. 1에 나타내었다. 먼저 참값이 알려져 있는 BCR-122(Margarine)와 SRM 3235(Soy milk)를 이용하여 분석기간 중 반복 분석하였다. 그 결과, 분석기간 내내

Table 6. Vitamin D content in tea and drinks, sugars, oil and fats, and condiments

Sample			Water content (%)	Vitamin D ₂ (μg/100 g)	Vitamin D ₃ (μg/100 g)
Tea and drinks (8)	Cocoa tea	Powder	1.69±0.02	ND ¹⁾	ND
	Adlay tea	Powder	2.76±0.09	ND	ND
	Ginseng tea	Powder	1.44±0.01	ND	ND
	Red ginseng tea	Solution	90.05±0.04	ND	ND
	Black tea	Powder	0.85±0.80	ND	ND
	Black herbal tea	Powder	1.19±0.01	ND	ND
	Ginger tea with solids	Solution	39.15±0.05	ND	ND
	Plum drink		88.92±0.07	ND	ND
Sugars (1)	Royal jelly		70.30±0.10	ND	ND
Oil and fats (7)	Shortening		-0.04±0.02	ND	ND
	Lard oil		-0.67±0.05	ND	ND
	Palm oil		-0.07±0.02	ND	ND
	Coconut oil		0.21±0.02	ND	ND
	Avocado oil		-0.54±0.05	ND	ND
	Sunflower seed oil		-1.31±0.04	ND	ND
	Walnut milk		-1.97±0.00	ND	ND
Condiments (16)	Mayonnaise		21.95±1.18	ND	ND
	Mayonnaise, low calorie		53.08±0.22	ND	ND
	Salad dressing, thousand island		55.84±0.57	ND	ND
	Salad dressing, Italian		70.66±0.56	ND	ND
	Garlic powder		9.72±0.10	ND	ND
	Ginger powder		6.82±0.10	ND	ND
	Curry powder		5.16±0.00	ND	ND
	Black soybean sauce powder		4.85±0.03	ND	ND

(continued)

Sample	Water content (%)	Vitamin D ₂ (μg/100 g)	Vitamin D ₃ (μg/100 g)
Condiments (16)	Cooking wine	63.38±1.77	ND
	Barbecue sauce	62.74±0.42	ND
	Balsamic vinegar	68.46±1.06	ND
	Hot source	86.28±0.03	ND
	Pepper	11.47±0.05	ND
	Persimmon vinegar	97.05±0.04	ND
	Brown rice vinegar, manufacturing	95.57±0.55	ND
	Anchovy condiment, manufacturing	4.06±0.07	ND

¹⁾ND, not detected.

Table 7. The LOD and LOQ of vitamin D, and accuracy of vitamin D content for SRM 3235 (Soy milk) and BCR-122 (Margarine)

Component	LOD ¹⁾ (μg/100 g)	LOQ ²⁾ (μg/100 g)	Reference value ³⁾ (μg/100 g)	Analysis value ⁴⁾ (μg/100 g)	Recovery (%)	RSD ⁵⁾ (%)
Vitamin D ₂	0.21	0.68	1.25±0.13	1.20±0.24	104.17	10.23
Vitamin D ₃	0.13	0.44	12.29±0.95	12.50±0.70	98.32	7.76

¹⁾LOD, limit of detection.

²⁾LOQ, limit of quantitation.

³⁾Reference value indicates the vitamin D₂ and D₃ contents of SRM 3235 and BCR-122 provided by NIST and IRMM as the certificate value.

⁴⁾The values are mean±SD of 3 replications.

⁵⁾RSD, relative standard deviation.

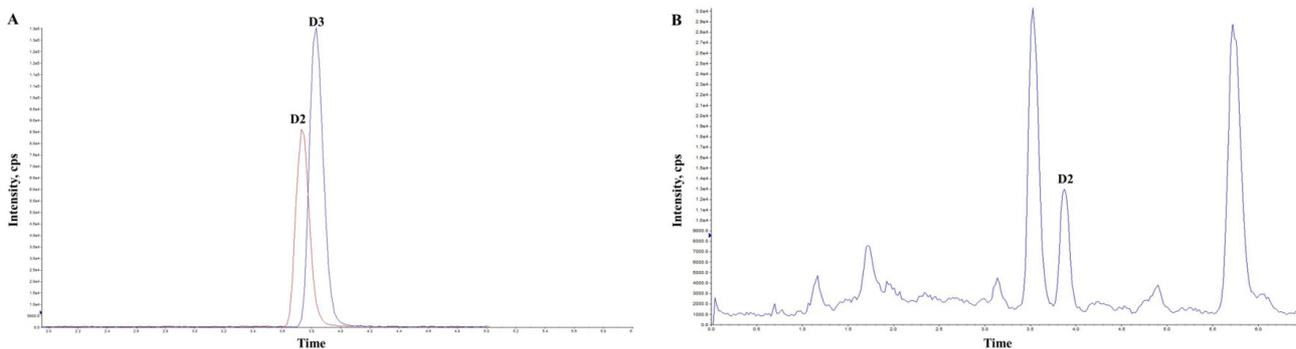


Fig. 1. Chromatogram of vitamin D standard solution (A) and SRM3235 (B) by LC-MS/MS.

참값 허용범위를 벗어나지 않았으며, 이들 회수율은 각각 98.40% 및 104.17%로 허용범위를 만족하였다. 또한, 분석 품질관리를 위해 분유(비타민 D₃)와 브로콜리, 표고버섯 가루(비타민 D₂)를 12회 이상 반복하여 비타민 D를 분석한 결과, 모든 데이터가 경고한계 범위 내에 존재하여 지속해서 양호한 분석 품질을 유지할 수 있었다(Fig. 2). 본 실험의

유효성 검증을 위한 검출한계(LOD), 정량한계(LOQ)를 측정한 결과 비타민 D₂의 LOD는 100 g 당 0.21 μg, LOQ는 100 g 당 0.69 μg이었으며, 비타민 D₃의 LOD는 100 g 당 0.13 μg, LOQ는 100 g 당 0.44 μg이었으며, 비타민 D의 표준 검량선의 결정계수(R²)는 0.99 이상으로 우수한 직선성을 나타내었다.

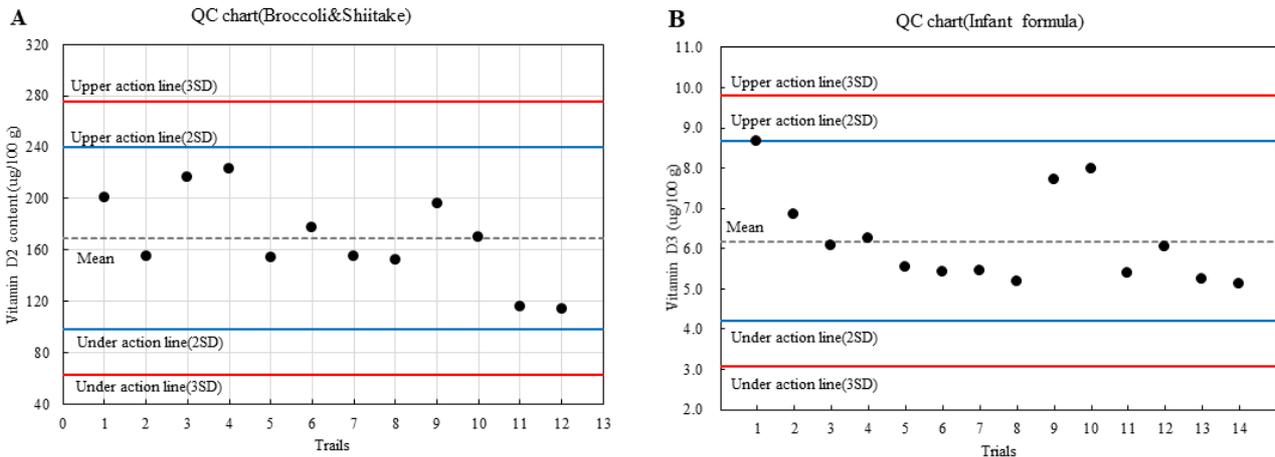


Fig. 2. Quality control (QC) chart for accuracy of vitamin D analysis. Same vitamin D₂ and D₃ quality control chart as shown in (A), (B). When QC values deviate outside the 3SD confidence interval or showed a trend, the analytical run was rejected and corrective action was taken.

4. 요약

국내 다소비식품으로 곡류 및 관련제품(45종), 두류(12종), 견과 및 종실류(1종), 채소류(9종), 과일류(10종), 홍삼(3종), 해조류(1종), 버섯류(36종), 육류(9종), 난류(1종), 유제품(3종), 어패류 및 기타수산물(20종), 차류 및 음료류(8종), 당류(1종), 유지류(7종), 조미료류(16종)를 포함하여 181종의 비타민 D 함량을 LC-MS/MS를 이용하여 분석한 결과, 16종에서 비타민 D가 검출되었다. 버섯류는 비타민 D₂가 가장 많은 종에서 검출되었으며, 그중 자연건조 꽃송이버섯에서 D₂가 147.96 µg/100 g으로 비타민 D 함량이 가장 높았으며, 표고버섯 자연건조(D₂ 77.59 µg/100 g), 양송이버섯 자연건조, 큰느타리버섯 자연건조 순으로 비타민 D₂가 다량 검출되었다. 비타민 D₃는 난류, 피단에서 7.07 µg/100 g이 검출되었으며, 어패류 및 기타수산물 중 연어 캔(전체, 고형물)과 훈제연어(생것)에서 5.62-8.90 µg/100 g이 검출되었다.

감사의 글

본 연구는 농촌진흥청 공동연구사업(과제번호: PJ01339808)의 지원에 의해 이루어진 것으로 감사드립니다.

Conflict of interests

The authors declare no potential conflicts of interest.

Author contributions

Conceptualization: Lim JS. Data curation: Choi YM, Lee SH, Lee SP. Formal analysis: Lim JS, Kim HJ, Lee SP. Methodology: Kim HJ, Lee SP. Validation: Lee SP, Choi YM. Writing - original draft: Lim JS. Writing - review & editing: Lim JS, Kim HJ, Lee SP

Ethics approval

This article does not require IRB/IACUC approval because there are no human and animal participants.

ORCID

Jong-Soon Lim (First author)
<https://orcid.org/0000-0001-9688-563X>
 Hyun-Jeong Kim
<https://orcid.org/0000-0002-1609-3956>
 Sang-Hoon Lee
<https://orcid.org/0000-0003-4190-3356>
 Young-Min Choi
<https://orcid.org/0000-0002-8633-4671>
 Sam-Pin Lee (Corresponding author)
<https://orcid.org/0000-0001-9413-2482>

References

- Abrahamsen B, Masud T, Avenell A, Anderson F, Meyer HE, Cooper C, Smith H, LaCroix AZ, Hutchisnn F, Torgerson D, Johansen A, Jackson R, Rejnmark L, Wactawski-Wende J, Brixen K, Mosekilde L, Robbins JA, Francis RM. PART (Vitamin D individual patient analysis of randomized trials) group. Patient level pooled analysis of 68 500 patients from seven major vitamin D fracture trials in US and Europe. *British Medi J*, 340, 1-8 (2010)
- Cardwell G, Bornman JF, James AP, Black LJ. A review of mushrooms as a potential source of dietary vitamin D. *Nutrients*, 10, 1-11 (2018)
- Choi HS, Oh HJ, Choi H, Choi WH, Kim JG, Kim KM, Kim KJ, Rhee Y, Lim SK. Vitamin D insufficiency in Korea—A greater threat to younger generation: The Korea national health and nutrition examination survey (KNHANES). *J Clin Endocrinol Metab*, 96, 643-651 (2011)
- Chowdhury R, Stevens S, Ward H, Chowdhury S, Sajjad A, Franco OH. Circulating vitamin D, calcium and risk of cerebrovascular disease: A systematic review and meta-analysis. *Eur J Epidemiol*, 27, 581-591 (2012)
- Holick MF. Sunlight and vitamin D for bone health and prevention of autoimmune diseases, cancers, and cardiovascular disease. *Am J Clin Nutr*, 80, 1678S-1688S (2004)
- Holick MF. Vitamin D status: Measurement, interpretation, and clinical application. *Ann Epidemiol*, 19, 73-78 (2008)
- Ilie PC, Stefanescu S, Smith L. The role of vitamin D in the prevention of coronavirus disease 2019 infection and mortality. *Aging Clin Exp Res*, 32, 1195-1198 (2020)
- Ji HS, Jang MY, Choi JY, Choi YM, Kim YG. A study on contents of vitamin D in agricultural products and foods. *Korean J Food Nutr*, 28, 143-152 (2015)
- Jung IK. Prevalence of vitamin D deficiency in Korea: Results from KNHANES 2010 to 2011. *J Nutr Health*, 46, 540-551 (2013)
- Jung SJ, Hwangbo Y, Jung JH, Kim JH, Kim HW, Jeong KH, Lee DW, Cho SH, Kim HW. Recent trends in serum vitamin D levels among Korean population: Korea national health and nutrition examination survey 2008-2014. *Korean J Clin Geri*, 19, 55-62 (2018)
- Kim DS, Kim HS, Hong SJ, Cho JJ, Choi M, Heo SU, Lee J, Chung H, Shin E. Investigation of water-soluble vitamin (B₁, B₂, and B₃) content in various rice, soups, and stews produced in Korea. *J Korean Soc Food Sci Nutr*, 50, 362-370 (2018)
- Kim HJ, Jo SY. Korean guidelines for breast-fed infants for vitamin D supplements. *J Pediatr Korean Med*, 26, 70-78 (2012)
- Kim JI, Kang MJ. Recent consumption and physiological status of vitamin D in Korean population. *J Korean Soc Fodd Sci Nutr*, 17, 7-10 (2012)
- Kim TH, Jo SH, Kim MJ, Yu YB, Jang MH, Park KM. Comparative study on nutritional contents of *Auricularia* spp. *J Mushrooms*, 10, 29-36 (2012)
- Lim JS, Kim HJ, Lee SH, Lee SP. Vitamin D content analysis of agricultural products and processed foods. *Korean J Food Preserv*, 26, 756-765 (2019)
- Lu Z, Chen TC, Zhang A, Persons KS, Kohn N, Berkowitz R, Martinello S, Holick MF. An evaluation of the vitamin D₃ content in fish: Is the vitamin D content adequate to satisfy the dietary requirement for vitamin D?. *J Steroid Biochem Mol Biol*, 103, 642-644 (2007)
- Malesa-Cieciewicz M, Usydus Z. Vitamin D: Can fish food-based solutions be used for reduction of vitamin D deficiency in Poland?. *Nutrition*, 31, 187-192 (2015)
- MFDS. Ministry of Food and Drug Safety. Food Code II, Cheongju, Korea, p 104-107 (2014)
- Misra M, Pacaud D, Petryk A, Collett-Solberg PF, Kappy M. Vitamin D deficiency in children and

its management: Review of current knowledge and recommendations. *Pediatrics*, 122, 398-417 (2008)

Pyo J, Gu J, Kim TH, Lee JJ, Hwang MS, Kang JS,

Kim KM. A study on increased content of vitamin D in different types of mushrooms. *J Korean Soc Food Sci Nutr*, 49, 311-315 (2020)