

반응추출을 이용한 당 지방산 에스테르의 분리정제

서덕기, 김광일, 김우경, 유인상, 윤현희

경원대학교 화학공학과

Tel. (031) 721-4189, Fax. (031) 750-5363

Abstract

A separation/purification process for enzymatic sugar ester production was investigated. The crude reaction mixture contained sugar ester and unreacted fatty acid in acetone. The reaction mixture was mixed with KOH/phosphate buffer. Hexane was then added to enhance phase separation. Three phases formed: a lower aqueous phase containing nothing of interest, a polar organic solvent middle phase that contained mostly fatty acid soaps, and a hexane-rich upper phase that contained mostly sugar ester. Distribution coefficient of each component was measured.

서론

당에스테르(sugar fatty acid ester)는 비이온성, 생분해성, 그리고 무독성 계면활성제로서 식품유화제, 화장품유화제, 과일도포제 및 건강지향성 지질 대체 식품으로 사용된다. 현재 당에스테르는 공업적으로 당과 지방산을 원료로 사용하여 화학적합성방법으로 생산되고 있으나, 화학적 합성법에 의한 당에스테르의 생산은 과도한 용매 및 화학물질 사용과 에너지 소모가 많다는 문제점을 갖고 있다. 최근에는 효소를 이용하여 합성하는 방법이 활발히 진행되고 있다. 효소적 합성공정에서는 반응수율을 향상시키기 위하여 과량의 지방산을 사용하기 때문에 효과적인 미반응 지방산의 분리제거 공정이 요구된다.

본 연구에서는 지방산제거 및 당에스테르 정제공정을 위하여 공정이 비교적 단순하고 대량생산에 용이한 반응추출공정을 조사하였다. 즉, 단순추출만으로는 쉽게 분리되지 않는 당에스테르와 미반응 지방산중 먼저 미반응 지방산을 비누화시키고, 비누화되지 않은 당에스테르는 선택적으로 추출하였다.

재료 및 방법

실험재료

본 실험에 사용한 모델 반응혼합물은 sorbitan monooleate(Aldrich)와 oleic acid(Aldrich)를 acetone(DUKSAN PHARMACEUTICAL CO., LTD.)에 적절한 비

을로 용해시켜 사용하였다.

실험방법

반응추출 실험은 Fig. 1과 같이 지방산의 비누화반응과 용매추출 단계로 이루어진다. 먼저 acetone에 용해되어있는 반응혼합물에 1.0M KOH/0.5M의 phosphoric acid 수용액을 첨가하여 혼합물내의 지방산을 비누화시킨다. 다시 hexane을 첨가하여 혼합 후 상분리한다. 각 상의 부피와 성분을 분석한다.

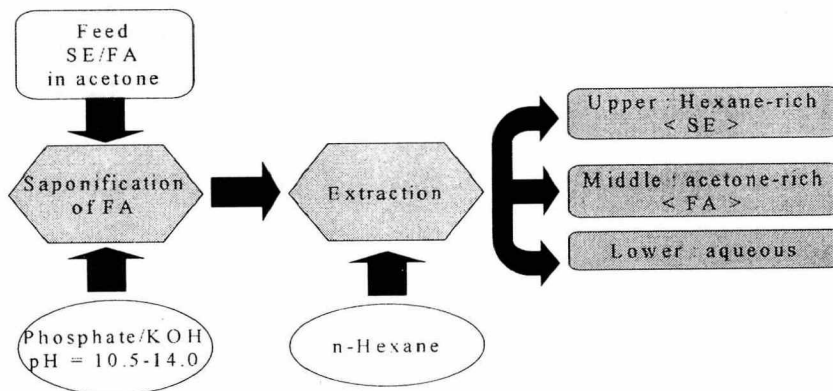


Fig. 1. Experimental procedure for saponification/extraction of sugar ester and fatty acid mixture.

분석

추출실험 후 각상의 성분(sorbitan monooleate, oleic acid)을 GC(HP 6890 series, HEWLETT PACKARD, USA)를 사용하여 분석하였다. 검출기는 FID(Flame Ionized Detector)를 사용하였다. 주입구의 온도와 검출기의 온도는 270°C, oven 온도는 초기온도 150°C로부터 20°C/min으로 350°C까지 도달하게 한 후 4분간 유지시켰다. split ratio 는 50:1로 하였으며, column은 30m×0.32mm×0.25µm film thickness capillary column(HP-5MS, HEWLETT PACKARD, USA)을 사용하였으며, carrier gas로는 헬륨(동아특수가스, 순도 99.999%)을 사용하였다.

결과 및 토론

당에스테르의 용매추출공정에서 당에스테르가 계면활성제이기 때문에 용매추출 후 상분리가 문제가 될 수 있다. 그러나 본 실험에서 Fig. 2에서 볼 수 있듯이 뚜렷한 3개의 상을 분리되는 실험조건을 확인할 수 있었다. 반응혼합물, 비누화반응을 위한 수용액, 그리고 hexane의 부피비를 1:1로 사용하여 추출실험을 수행한 결과 각상으로 분산된 각 성분의 농도는 Table 1과 같다. Table 1에 표시된 partition

coefficient는 각 상에 분산된 용질의 농도비를 계산한 것이다. Table 1에서 알 수 있듯이 지방산은 대부분(98%이상)이 polar phase에 존재하고 비교적 당에스테르는 60% 이상이 non polar(hexane) phase에 존재한다. 따라서 hexane층을 회수하여 hexane을 증발 시키면 순수한 당에스테르 얻을 수 있게된다. 당에스테르의 회수율을 높이기 위하여 hexane 층을 상분리하고 다시 순수한 hexane으로 재추출한 결과, Fig. 3에 나타난 바와 같이, 4회의 반복 추출로 약 90%이상의 회수율을 얻을 수 있었다. 추출장치의 설계를 위하여 partition coefficient를 용질의 농도변화에 따라 측정된 결과 용질의 농도에 따라 partition coefficient가 0.31 ~ 0.73의 범위에서 변하는 것으로 조사되었다.

참고문헌

1. Evgeny N. Vulfson, "Enzymatic synthesis of dimeric and trimeric sugar-fatty acid esters", Institute of Food Research, Enzyme and Microbial Technology 25, p264-270(1999)
2. Douglas G. Hayes, "The Isolation of Hydroxy Acids from Lesquerella Oil Lipolysate by a Saponification/Extraction Technique", JAOCS, Vol. 73, no.9(1996)
3. Kostis Magoulas, "Recovery of fructose laurate produced through enzymatic esterification", Separation and Purification Technology 19, p229-236(2000)
4. Yoko Uematsu, "Determination of Monoglycerides and Propylene Glycol Esters of Fatty Acids in Food Additive Preparations by GC without Derivatization", 食街誌, Vol. 38, No. 4, p 248-258(1997)

Table 1. Partition coefficient and product recovery for one stage reactive (saponification) extraction.

성분	Feed (g/l)	Concentration in non-polar phase (hexane) (g/l)	Concentration in polar phase (acetone) (g/l)	K	Recovery (%)	Purity
SE	17.16	11.57	5.59	0.483	67.4	98.1
FA	10.17	0.22	10.25	49.1	-	1.9

$$K = (\text{solute concentration in non-polar phase})/(\text{solute concentration in non-polar phase})$$

Fig. 2. Phase separation of the sugar ester/fatty acid extraction system.

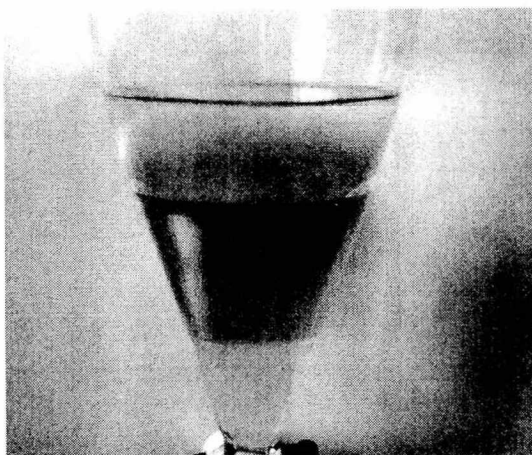


Fig. 3. Sugar ester(Sorbitan monooleate) recovery(%) in the hexane extraction experiment.

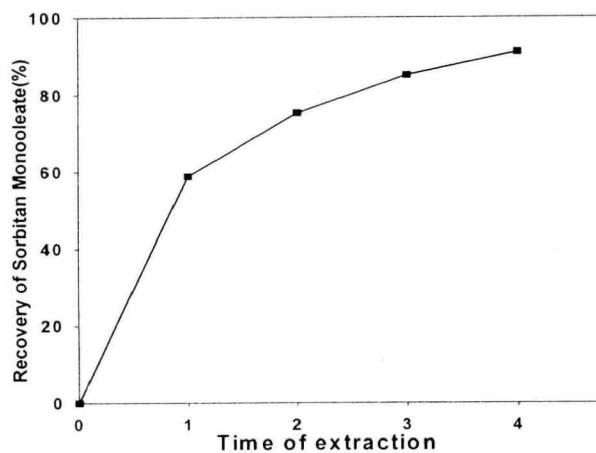


Fig. 4. Effect of solute(SE) concentration on the partition coefficient.

