

극초단파를 이용한 건조추 올레오레진의 추출조건 설정

이정은 · 권중호 · 김현구*

경북대학교 식품공학과, *한국식품개발연구원

Pre-establishment of Microwave-Assisted Extraction Conditions for Oleoresins from Dried Red Pepper

Jungeun Lee, Joong-Ho Kwon and Hyun-Ku Kim*

Department of Food Science and Technology, Kyungpook National University
*Korea Food Research Institute

Abstract

Microwave-assisted extraction (MAE, 2,450 MHz), which is known as a rapid and more environmental-friendly process than current extraction methods, was applied to oleoresin extractions from dried red pepper. As fundamental parameters of MAE, optimum conditions were found, such as 60 mesh in particle size of the samples, 1 : 10 (g/mL) ratio of the sample to solvent and 50 W in the energy efficiency. Ethanol-soluble oleoresin yield from red pepper powders was high at lower concentrations of ethanol, whereas capsanthin content remarkably increased at more than 75% of ethanol concentration. The results showed that MAE of oleoresin and capsanthin from red pepper powders was successful in 3 to 5 min of the extraction time.

Key words : pepper, oleoresin, capsanthin, microwave-assisted extraction

서 론

고추를 비롯한 주요 양념 채소류는 수확 후 시간이 경과됨에 따라 품질이 현저하게 떨어지므로 건조시키거나 품질안정성을 높이기 위하여 가공과정을 거치게 된다. 올레오레진(oleoresin)은 고추, 생강, 마늘, 양파 등 식물성 농산물로부터 용매 추출물을 얻어 농축시킨 것으로서 육가공품, 소오스류, 드레싱류, 수프류, 스낵, 파자, 껌 등 여러 가지 가공식품에 응용되고 있다(1,2).

특히 올레오레진 가공은 과일 생산되는 농산물을 가공함으로써 저장성을 높이고 보관 장소를 대폭 줄일 수 있는 잇점이 있을 뿐만 아니라 향신료의 품질을 고

급화 및 규격화 할 수 있다(2,3). 그러나 올레오레진의 제조방법은 전통적인 용매추출법을 사용하고 있으므로 추출시간이 길고 용매 사용량이 많은 등 여러 가지 문제점이 지적되고 있다(2,3). 즉, 현행의 속시렛(soxhlet), 용매추출법, 스팀증류법 등은 추출시간이 길고 에너지 및 용매 사용량이 많으며, 최근 실용화되고 있는 초임계유체추출법은 고가의 시설비가 요구되는 단점을 지니고 있다. 그러므로 이들 한계점을 극복할 수 있는 새로운 추출법의 개발이 요구되고 있다(4).

극초단파(microwave)는 쌍극자 회전운동(dipole rotation)과 이온성 전도현상(ionic conduction)의 원리에 의해 물질의 온도를 상승시킨다. 즉, 식품은 보통 유전체(誘電體, dielectric material)이며, 이에 영향을 미치는 인자로는 유전상수(dielectric constant)와 손실계수(dielectric loss factor)가 있다. 유전상수는 극초단파 처리시 피조사체의 가열 및 침투 성질을 이해하는데 필수적인 척도가 된다(5,6). 식품분야에서 극초단파의 응용은 살균,

Corresponding author : Joong-Ho Kwon, Department of Food Science and Technology Kyungpook National University, Taegu 702-701, Korea
E-mail : jhkwon@knu.ac.kr

건조, 해동, 효소활성화 등이 주로 연구되었다(7). 그러나 물질의 선택적 가열특성을 이용한 추출공정(microwave-assisted process, MAP)은 비교적 최근에 보고되고 있다(4,8).

MAP은 적은 용매, 적은 에너지를 사용하여 단시간에 목적 성분을 추출할 수 있는 잇점을 지니고 있는 것으로 보고되고 있다(4). 따라서 지금까지 여러 가지 천연물로부터 유용성분을 추출하기 위한 여러 시도가 보고되었으며(9-12), 그 결과 추출시간, 용매 및 에너지 사용량 등의 측면에서 환경친화적 특성과 경제성을 지니고 있는 것으로 밝혀지면서, 일반적으로 수분을 함유한 모든 천연물 시료는 추출 대상이 될 수 있다 (4,13).

본 연구는 국내에서 대량 생산 소비되고 있는 건고추를 원료로 하여 올레오레진을 제조하고자, 먼저 극초단파 추출공정에 필요한 기본조건으로서 에탄올 농도, 시료의 입자크기, 용매비, 에너지 용량, 추출시간 등에 대한 기초실험을 수행하여 추출조건을 최적화에 필요한 몇 가지 조건을 설정하였다.

재료 및 방법

재료 및 추출장치

실험재료인 고추는 시중에서 유통되고 있는 건고추를 구입하여 실험에 사용하였다. 극초단파 추출장치는 2,450 MHz의 주파수에 programmable power(max. 250 W), time control 등이 가능하고 환류냉각관이 장착된 상압형 microwave 추출장치(Prolabo, France)였다. 추출공정에서 추출물의 온도변화 모니터링과 가열곡선(heating curve)의 작성은 Digital Megal 500 thermometer(Prolabo, France)를 사용하였다.

추출용매의 가열특성 시험

에탄올 가용성 올레오레진의 추출조건을 예비 설정하기 위하여 용매의 극초단파 가열특성을 측정하였다. 먼저 추출용매인 에탄올(50 mL)의 농도별(0, 25, 50, 75, 100%) 가열곡선을 50 W의 에너지 용량에서 작성하였고, 동시에 50% 에탄올과 5 g의 고추분말(60 mesh)을 혼합하여 동일 에너지용량에서 시료의 유무에 따른 가열곡선을 측정하여 추출조건 선택에 필요한 기본자료를 얻었다.

조건별 추출특성 시험

올레오레진의 추출방법은 Kwon & Kim(11)의 방법과 같이 추출관(vessel)에 일정 비율의 시료와 용매

(ethanol, 50 mL)를 넣고 일정시간 동안 극초단파(watts, W)를 조사한 다음 추출액을 여과(Whatman No. 42)하여 정용한 후 추출물의 올레오레진 수율과 capsanthin 함량의 측정에 사용하였다.

건고추의 입자크기별 추출특성을 알아보기 위하여 시료를 10~100 mesh까지 구분 제조한 시료 5 g과 95% 에탄올 (50 mL) 및 50 W의 에너지 용량으로 5분간 추출실험을 실시하였다. 입자크기가 결정된 시료(g)에 대하여 용매비(x g : 50 mL)의 영향을 확인하기 위하여 1 : 2.5, 1 : 5, 1 : 10 및 1 : 20의 조건에서 추출효율을 검토하였다. 또한 올레오레진 추출시 에너지 효율을 비교하기 위하여 microwave power별(50, 100, 150 W)로 올레오레진의 추출수율과 capsanthin의 함량을 측정하였다. 이상에서 선정된 에너지 용량에서 에탄올 농도별 (0, 25, 50, 75, 100%) 및 추출시간별 (1~5 분) 추출특성을 비교 확인하였다.

각 조건에서 얻어진 추출물의 올레오레진 수율은 추출물 일정량을 취하여 105°C에서 항량이 될 때까지 건조하여 추출액 조제에 사용된 원료량(건물량)에 대한 백분율로써 고형분 수율(%)을 나타내었다. 또한 고추의 색택을 나타내는 capsanthin의 분석은 Rosebrook 등(14)의 방법에 따라 실시하였다. 즉, 올레오레진 추출물 20 mL를 농축시킨 다음 50 mL의 아세톤을 사용하여 상온 암소에서 30분간 진탕(150 rpm) 추출하고 부피를 100 mL로 한 다음 일정비로 희석시켜 파장 458 nm에서 acetone을 blank로 하여 흡광도를 측정하여 capsanthin 추출량으로 나타내었다.

결과 및 고찰

추출용매의 극초단파 가열특성

극초단파를 이용하여 건고추의 올레오레진을 추출하기 위한 기초실험을 수행하였다. 양념채소류의 올레오레진 추출연구에는 물, 에탄올, 메탄올 이외에도 여러 가지 유기용매들이 사용되어 왔다(15). 그러나 본 실험에서는 실용성을 고려하여 추출용매를 에탄올로 선택하고 농도별 (0~100%) 및 시료의 유무별 극초단파 가열특성을 확인하였다. Fig. 1은 50 W의 극초단파를 서로 다른 농도의 에탄올(50 mL)에 focused irradiation하였을 때 용매의 온도 상승을 경시적으로 나타내었다. 이때 absolute ethanol은 4분 이내에, 50% 에탄올은 6분경에, 순수한 물(0%)은 조사 후 약 8분이 경과되면서 끓는점에 도달하였다. 이와 같은 결과는 피조사체 용액에 함유된 수분의 극초단파 흡수특성인 유전상수의

차이에 주로 기인되는 것으로써, 에탄올(24.35)은 물(80.40)에 비하여 상대적으로 유전상수가 낮은 뿐만 아니라 끓는점이 낮아 순수한 물에 비하여 보다 짧은 시간내에 끓는점에 도달함을 알 수 있었다(16).

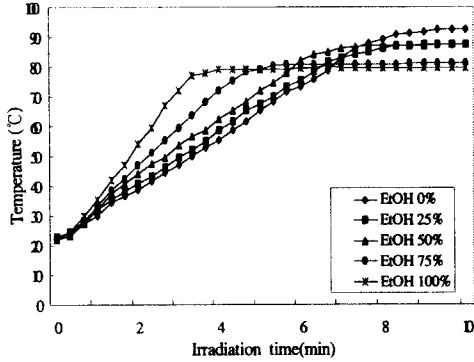


Fig. 1. Heating curves of different concentrations of ethanol (50 mL) at 50 W of microwave power.

모든 물질은 원자와 분자로 구성되어 있으며, 유전체인 식품 중의 극성분자들은 극초단파 가열에 있어서 매우 중요한 역할을 한다. 특히 물은 가장 대표적인 극성분자로 거의 모든 식품의 주요 성분으로 존재하면서 극초단파 가열시 높은 운동에너지를 용이하게 흡수하여 발열하게 된다. 그러나 핵산, 벤젠 등 일부 유기용매들은 물, 메탄올, 에탄올 등에 비해 유전상수가 낮고 전기적 성질을 갖지 않기 때문에 극초단파 에너지를 흡수하지 못하고 그냥 통과시키기도 한다(17).

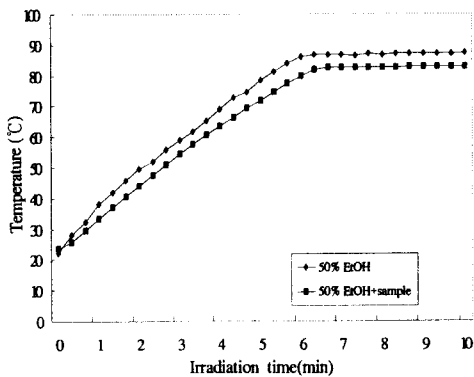


Fig. 2. Heating curves of 50% ethanol (50 mL) with and without 5 g of red pepper powder at 50 W of microwave power.

한편 동일 농도의 에탄올(50%, 50 mL)에 대하여 60 mesh의 분말시료 5 g의 존재 여부에 따른 가열곡선을

측정하여 보았다. Fig. 2와 같이 고추분말을 함유한 용액은 용매 단독에 비해 온도상승이 완만하였고, 조사 6분 이후부터는 평형이 유지되었다. 그러나 시료를 함유하지 않은 용매구에서는 조사 후 1분 경부터 온도의 상승이 다소 높게 나타나면서 평형에 도달한 이후에도 시료를 함유한 경우보다 높은 온도를 유지하였다.

이상의 가열특성 시험에서 볼 때 고추분말의 올레오레진 추출실험에서는 50 W의 극초단파를 사용할 경우에는 용매의 농도에 따라 2~8분 정도의 조사시간이 필요한 것으로 나타났다. 그리고 추출에 사용될 용매의 가열특성을 확인함으로써 추출조건으로서 에너지용량, 용매농도, 조사시간 등의 범위를 예측할 수 있었다.

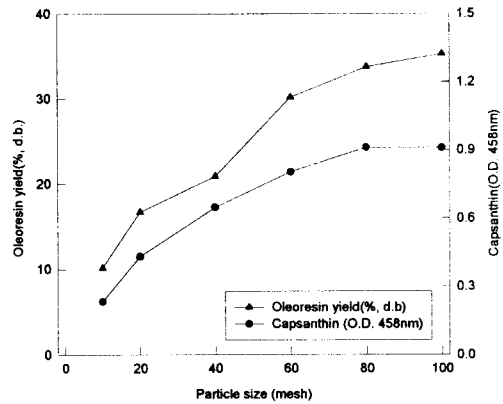


Fig. 3. Effect of particle size on microwave-assisted extraction for oleoresin yield and capsanthin content from red pepper powder using 50 mL of 95% ethanol at 50 W power.

원료 입자크기 및 용매비에 따른 올레오레진 추출특성

극초단파를 이용한 건고추의 올레오레진 추출에서 시료의 입자크기(particle size)가 추출효율에 미치는 영향을 알아보기 위하여 10~100 mesh로 분쇄된 분말 5g을 95%의 에탄올 50 mL와 혼합하여 50 W의 극초단파 에너지 조건에서 5분간 추출을 실시하였다. Fig. 3에 나타난 바와 같이 올레오레진 수율은 40 mesh에서는 약 16.33%, 60 mesh에서는 약 23.56%, 80 mesh에서는 26.36% 등으로 60 mesh까지는 수율의 증가폭이 컸으나 그 이상에서는 완만한 증가를 나타내었다. 또한 고추의 외관적 품질을 나타내는 capsanthin 추출량은 올레오레진 수율과 유사하게 입자크기가 작을수록 증가하는 경향이었으나 60 mesh에서 완만한 증가를 나타내었다. 이상의 결과에서 원료의 입자크기가 작을수록 극초단파의 조사 면적 및 용매의 접촉 부분이 넓어져 용매 가용성 고형분의 수율이 증가하는 것으로 나타났

으나, 80 mesh 이상의 미세한 입자크기에서는 추출액과 잔사의 분리공정인 여과의 효율성에서 문제점이 수반되었으므로 건고추의 올레오레진 추출에서는 원료를 60 mesh 범위로 분쇄하여 사용하는 것이 적합한 것으로 생각된다.

한편 극초단파를 이용한 건고추의 올레오레진 추출에서 시료와 용매비의 영향을 검토하고자, 추출용매(95% 에탄올)의 양을 50 mL로 고정하고, 60 mesh로 분쇄된 시료를 일정 비율(2.5 g, 5 g, 10 g, 20 g)로 혼합하여 50 W의 에너지용량에서 5분간 추출을 실시하였다. 이때 시료에 대한 용매비가 클수록 올레오레진의 추출율이 높게 나타났으나 1:20(2.5 g:50 mL)과 1:10(5 g:50 mL)의 결과가 거의 유사하였으므로, 본 실험에서는 용매의 소비량 등을 고려하여 시료와 용매비를 1:10으로 선정하였다(Table 1).

Table 1. Effect of the ratio of sample to solvent on microwave-assisted extraction (MAE) for oleoresin yield and capsanthin content from red pepper powder¹⁾

Solvent ratio	Oleoresin yield (% d.b.)	Capsanthin (O.D./g)
1 : 20	26.38	0.083
1 : 10	24.14	0.089
1 : 5	19.94	0.050
1 : 2.5	14.72	0.038

¹⁾ MAE was performed for 5min on a mixture composed of 5g of sample (60mesh) and 50 mL of 95% ethanol.

극초단파 에너지용량에 따른 올레오레진 추출특성

용매의 가열특성시험에서 확인된 바와 같이 극초단파에 노출된 피조사체 용액은 일정시간이 지나면 끓는점에 도달하게 되고, 그 이후부터는 에너지효율이 크게 저하하게 된다. 극초단파 추출실험에서는 피조사체 용액의 끓는점을 고려하여 극초단파의 조사시간을 결정하여야 하며, 이때 에너지 용량은 조사시간과 에너지 효율을 감안하여 결정되어야 한다(11,13,18). Table 2는 극초단파의 에너지용량을 50~150 W 범위로 하여 60 mesh의 고추분말 5 g에 95% 에탄올 50 mL를 혼합하여 5분간 추출실험을 실시하였다. 고추의 capsanthin 추출량은 에너지 용량에 비례하여 높은 값을 나타내었으나 올레오레진 수율은 50 W에서 21.26%(건물량), 100 W에서 23.47%, 150 W에서 21.81%로 100 W 용량에서 가장 높은 추출율을 나타내었다. 그러나 올레오레진 추출에 사용된 극초단파의 에너지 효율(% yield/W)을 계산해 본 결과, 50 W를 기준(100%)으로

하였을 때 100 W는 약 55%, 150 W는 약 34%로 낮은 추출효율을 나타내었으며, 이 같은 결과는 capsanthin의 추출에서도 유사하게 나타났다. 따라서 극초단파 추출 공정에서는 에너지효율을 고려하여 추출조건을 선택하는 것이 필요하며, 특히 지나친 극초단파 용량의 사용은 추출과정에서 피조사체 용액의 돌비현상의 발생과 더불어 성분의 안정성에도 영향을 미칠 수 있으므로 적절한 용량의 에너지 선택이 요구된다(10,13,18).

Table 2. Effect of microwave power on microwave-assisted extraction (MAE) for oleoresin yield and capsanthin content from red pepper powder¹⁾

Power(W)	Oleoresin yield (% d.b.)	Oleoresin yield (% d.b.)/W	Capsanthin (O.D. 458 nm)	Capsanthin (O.D.×100)/W
50	21.26	0.43	0.53	1.06
100	23.47	0.24	0.54	0.54
150	21.81	0.15	0.59	0.40

¹⁾ MAE was performed for 5min on a mixture composed of 5g of sample (60mesh) and 50 mL of 95% ethanol.

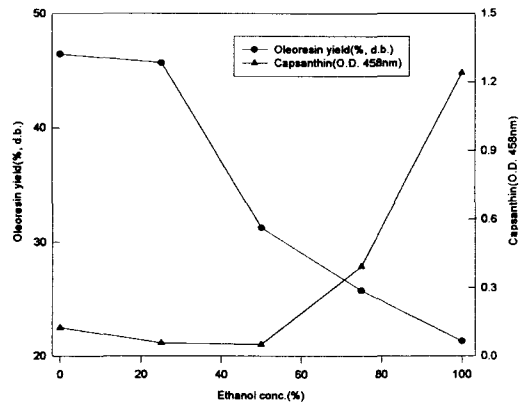


Fig. 4. Effect of ethanol concentrations on oleoresin yield and capsanthin content from red pepper powder (5 g/50 mL) in microwave-assisted extraction at 50 W power.

에탄올 농도에 따른 올레오레진 추출특성

극초단파를 이용하여 고추분말의 올레오레진을 추출함에 있어서 추출용매인 에탄올 농도별 수율을 비교해 보았다. Fig. 4에 나타난 바와 같이 50 W에서 5분간 추출하였을 때 올레오레진 수율은 물 추출에서 약 47%(건물량)를 나타내었고, 에탄올 농도가 증가하면서 점차 수율이 감소되어 에탄올 농도가 50% 이상에서는 30% 이하의 값을 나타내었다. 그러나 capsanthin 함량은 반대로 에탄올 농도가 증가할수록 높아져 에탄올 농도가 75% 이상부터는 급속한 증가를 보여 주었다.

이와 같은 결과는 Lee 등(10)과 Kwon & Kim(11)의 microwave extraction system을 이용한 가용성 인삼성분의 추출에서 수율은 추출 온도와 시간에 의한 영향보다는 주로 에탄올 농도에 영향을 받는 것으로 나타나, 본 실험의 결과와 유사한 패턴이었다. 따라서 에탄올 가용성 올레오레진 성분들은 추출용매의 농도에 따라 상이한 추출 특성을 나타내고 있으므로, 각 성분에 대한 최적 추출조건의 예측과 더불어 모든 성분을 공통으로 다량 추출할 수 있는 추출조건의 최적화 연구가 필요하다고 생각된다.

추출시간에 따른 올레오레진의 추출특성

극초단파 추출공정에서 추출시간의 영향을 알아보기 위하여 95% 에탄올을 사용하여 1~5분간 추출실험을 실시하였다. Fig. 5는 50 W 및 100 W 용량에서 올레오레진의 추출수율과 capsanthin의 함량을 비교해 보았다. Capsanthin의 함량은 추출시간 및 극초단파 용량에 대한 의존도가 크지 않았다. 그러나 올레오레진 함량은 추출시간이 증가할수록 수율이 증가하는 경향으로 50 W에서는 4분 추출까지, 100 W에서는 3분 추출까지 거의 직선적으로 수율이 증가되었으나 그 이후부터는 완만한 변화를 보였다. 이 같은 결과에서 볼 때 극초단파 추출공정은 추출시간이 매우 짧아 3~5분 정도의 추출에서 80% 이상의 추출이 가능한 것으로 나타났다 (18). 이와 같은 결과는 당귀(19), 인삼(18,20) 등 생약류의 유용성분 추출특성과 유사한 경향으로, 극초단파를 1회에 장시간 추출하는 것보다는 3~5분의 짧은 시간을 2~3회 반복하여 추출함으로써 성분의 안정성을 확보하고 추출시간을 단축할 수 있을 것으로 생각된다 (10).

이상의 연구결과를 종합해 볼 때 극초단파를 이용한 건고추로부터의 올레오레진 추출에서는 입자크기, 시료와 용매(에탄올)비, 에너지용량, 추출시간 등이 중요한 공정인자로 확인되었으며, 본 실험에서 얻어진 결과를 바탕으로 극초단파를 이용한 건고추 및 홍고추의 올레오레진 성분에 대한 추출조건의 최적화 연구도 수행하고 있다.

요 약

건고추로부터 올레오레진을 신속하게 추출하고자 기존 추출방법들에 비하여 신속성과 환경친화성이 인정되고 있는 극초단파 추출공정에 필요한 몇 가지 기본조건을 검토하였다. 극초단파 추출에서 건고추의 입자크기는 60 mesh, 시료와 용매(에탄올)의 비는 1:10(g/mL)이 적당하였고, 에너지용량은 50 W에서 올레오레진과 capsanthin에 대한 추출효율이 가장 높게 나타났다. 가용성 고형분은 에탄올농도가 낮을수록 증가하였으나 capsanthin 함량은 75% 이상의 에탄올 농도에서 높은 증가현상을 나타내었다. 극초단파에 의한 올레오레진과 capsanthin의 추출은 짧은 시간에 이루어지므로 1회 추출시간은 3~5분이 적당한 것으로 나타났다.

감사의 글

본 논문은 농림기술개발사업에 의해 수행된 연구결과물의 일부이며, 연구비 지원에 감사드립니다.

참고문헌

1. Committee on Food Chemical Codex (1996) Spice oleoresins. In Food Chemical Codex. National Academy Press, Washington D.C. p.391-393
2. Jo, K.S., Kim, H.K., Kwon, D.J., Park, M.H. and Shin, H.S. (1990) Preparation and keeping quality of garlic oleoresin. *Korean J. Food Sci. Technol.*, **22**(7), 846-851
3. Jo, K.S., Kim, H.K., Park, M.H., Nam, E.S. and Kang, K.H. (1992) Effects of some factors on oleoresin extraction from red pepper. *Korean J. Food Sci. Technol.*, **24**(2), 137-141

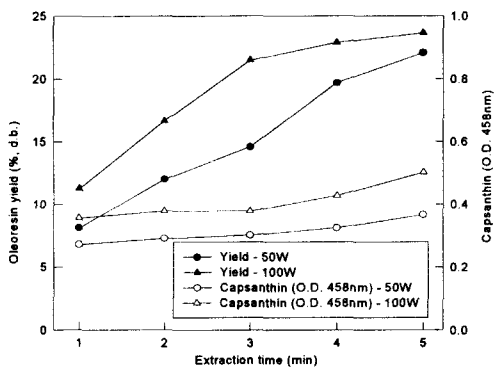


Fig. 5. Effect of extraction time on oleoresin yield and capsanthin content from red pepper powder in microwave-assisted extraction at 50 and 100 W power, using 95% ethanol.

4. Pare, J.R.J., Belanger, J.M.R. and Stafford, M.R. (1994) Microwave-assisted process ; a new tool for the analytical laboratory. *Trends in Analytical Chemistry*, 13, 176-184, (1994)
5. Buffler, C.R. and Stanford, M.A. (1995) Effects of dielectric and thermal properties on the microwave heating of foods. *Microwave World*, 16, 5-11
6. Buffler, C.R. (1993) *Microwave Cooking and Processing*. AVI Publishing, New York, N.Y.
7. Giese, J. (1992) Advances in microwave food processing. *Food Technol.*, 46., 118-123
8. Pare, J.R.J., Sigouin, M. and Lapointe, J. (1991) Microwave-assisted natural products extraction. US Patent 5,002,784, 26 March (1991) ; various international counterparts.
9. Pare, J.R.J. and Belanger, J.M.R. (1993) Microwave-assisted process (MAPTM) applications to the extraction of natural products. Proc. 28th Microwave Power Symposium, International Microwave Power Institute, Manassas, USA, p.126-135
10. Lee, S.B., Lee, G.D. and Kwon, J.H. (1999) Optimization of extraction conditions for soluble ginseng compounds using microwave extraction system under pressure. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 28(2), 409-416
11. Kwon, J.H. and Kim, K.E. : Comparative effects of microwave-assisted process under atmospheric pressure conditions and conventional process on efficiencies of effective ginseng components. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 28(3), 586-592
12. Kim, H.K., Kwon, Y.J., Kwak, H.J. and Kwon, J.H. (1999) Oleoresin content and functional characteristics of fresh galic. *Korean J. Food Sci. Technol.*, 31(2), 329-335
13. 권중호 (1998) 마이크로웨이브 공정을 이용한 식품 및 천연물 성분의 고속추출. *식품과학과 산업*, 31(1), 43-55
14. Rosebrook, D.D., Bolze, C.C. and Barney, J. E. (1968) Improved method for determination of extractable color in Capsicum spices. *J. A.O.A.C.*, 51, 637-641
15. 한국식품공업협회 (1999) *식품첨가물공전*. 한국식품공업협회, 문영사, 서울, p.805-819
16. Foster, K.R. and Schwan, H.P. (1989) Dielectric properties of tissues and biological materials ; A critical review : *CRC Critical Rev. Biomed. Eng.*, 17, 25
17. Hewlett Packard (1992) Basics of measuring the dielectric properties of materials. Application Note 1217-1, Hewlett Packard Corp., Palo Alto, CA
18. 권중호 (1997) 극초단파 공정에 의한 인삼의 유용성 성분 및 잔류농약의 선택적 추출. 고려인삼학회 위탁연구보고서. 경북대학교 농산물가공저장유통기술연구소, p.1-47
19. Lee, S.Y., Shin, S.R., Kim, K.S. and Kwon, J.H. (2000) Establishment of extraction condition for effective components from *Angelica gigas* Nakai using Microwave-Assisted Process. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 29(3), 442-447
20. Kwon, J.H., Pare, J.R.J. and Belanger, J.M.R. (1996) Microwave-assisted process : Application to the extraction of soluble ginseng components and its residual pesticides. A research article, Environmental Research Centre, Environment Canada, Ottawa

(접수 2000년 5월 23일)