(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0037128
(43) 공개일자 2013년04월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C11B 3/04 (2006.01) *C11B 3/10* (2006.01)
C11B 3/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0101515
(22) 출원일자 2011년10월05일
심사청구일자 2011년10월05일

(71) 출원인
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
김유근
경상남도 진주시 내동로348번길 10 , 104동 204호(가좌동, 가좌그린빌주공아파트)
(72) 발명자
서양곤
경상남도 진주시 평거동 401 벽산동신아파트 102동 101호
김창준
경상남도 진주시 석갑로53번길 10, 104동 103호 (평거동, 들말대경아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
정홍식, 김태헌, 이현수

전체 청구항 수 : 총 8 항

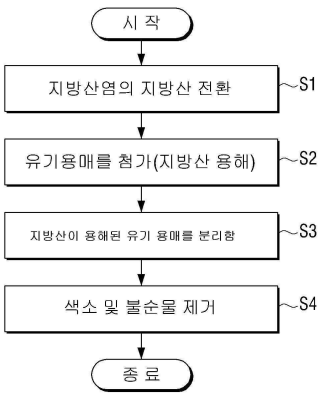
(54) 발명의 명칭 **바이오디젤 생산공정의 부산물인 폐글리세롤로부터 지방산을 회수하는 방법**

(57) 요 약

본 발명은 지방산염이 함유된 폐글리세롤로부터 지방산을 회수하는 방법에 대한 것이다. 더욱 상세하게는 세정제 또는 계면활성제 등 정밀화학제품의 원료로 사용하기 위해 바이오 디젤 생산 공정의 부산물인 폐글리세롤로부터 고급 지방산을 회수하는 방법에 대한 것이다.

상기 방법은 글리세롤과 지방산염을 포함하는 혼합 용액에 산을 첨가하여 지방산염을 지방산으로 전환하는 단계(S1), 상기 지방산을 포함하는 혼합 용액에 유기 용매를 첨가하여 지방산을 유기 용매에 용해시키는 단계(S2), 상기 지방산이 용해된 유기 용매를 상기 혼합 용액으로부터 분리하는 단계(S3), 및 상기 유기 용매 중 용해된 지방산으로부터 색소 및 불순물을 제거하는 단계(S4)를 통해 수행된다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

소홍

경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동, 경상대학교)

김유근

경상남도 진주시 내동로348번길 10 , 104동 204호(가좌동, 가좌그린빌주공아파트)

이영훈

경상남도 사천시 남일로 86, 수남아파트 207 (동금동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 03-2010-0396

부처명 지식경제부

연구사업명 중소기업청 산학연 공동기술개발사업

연구과제명 바이오디젤 생산공정에서 발생되는 글리세롤 용액으로부터 유용 지방산 회수 및 이를 이용한 피부 세정제 제조

주관기관 경상대학교 산학협력단

연구기간 2010.06.01 ~ 2011.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

(S1) 글리세롤과 지방산염을 포함하는 혼합 용액에 산을 첨가하여 지방산염을 지방산으로 전환하는 단계;

(S2) 상기 지방산을 포함하는 혼합 용액에 유기 용매를 첨가하여 지방산을 유기 용매에 용해시키는 단계;

(S3) 상기 지방산이 용해된 유기 용매를 상기 혼합 용액으로부터 분리하는 단계; 및

(S4) 상기 유기 용매 중 용해된 지방산으로부터 색소 및 불순물을 제거하는 단계;

를 포함하는 것을 특징으로 하는 지방산 회수 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 산은 염산, 황산 및 질산으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 유기 용매는 헥산, 에테르, 에틸아세테이트 및 $CHCl_3$ 로 이루어진 그룹에서 선택되는 1종 이상의 용매인 것을 특징으로 하는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (S4) 단계를 수행하기 전 또는 (S4) 단계를 수행한 후 지방산이 용해된 유기 용매를 감압 증류함으로써 지방산을 회수하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 회수된 지방산에서 색소 및 불순물을 제거하는 단계는 상기 회수된 지방산에 활성 백토를 처리함으로써 이루어지는 것을 특징으로 하는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 색소 및 불순을 처리하는 단계는 색도 OD_{375} 20 내지 40인 지방산 용액에 활성 백토를 처리하여 처리 후 지방산의 색도 OD_{375}의 값이 0.1 이하가 되도록 하는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 색소 및 불순물의 처리는 단계는 색도 OD_{375} 20 내지 40인 지방산 용액 100 중량% 대비 활성 백토를 10 내지 60중량%를 첨가하여 수행되는 것인, 지방산 회수 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 혼합용액은 바이오디젤 생산공정에서 발생되는 폐글리세롤 용액인 것을 특징으로 하는, 지방산 회수 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 지방산염이 함유된 폐글리세롤로부터 지방산을 회수하는 방법에 대한 것이다. 더욱 상세하게는 세정제 또는 계면활성제 등 정밀화학제품의 원료로 사용하기 위해 바이오 디젤 생산 공정의 부산물인 폐글리세롤로부터 고급 지방산을 회수하는 방법에 대한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 석유자원고갈과 청정에너지에 대한 요구로 인해 국내외적으로 바이오디젤 생산량이 급증하고 있다. 예로, 미국의 바이오디젤 생산량은 2000년 2백만 갤런에서 2006년 2억3천만 갤런으로 급상승하였고, 우리나라에서도 정부의 노력으로 2006년 한 해 동안 판매된 바이오디젤 양은 미국생산량의 약 3.3%인 26,826 kL이다. 바이오디젤 생산공정에 오일 (대부분 식용유), 메탄올, 염기촉매 (KOH 또는 NaOH)가 반응기로 유입되어 트랜스에스테르화 반응에 의해 지방산의 메틸에스터인 바이오디젤이 생성된다. 한편 지방은 지방산과 글리세롤이 결합된 형태인데, 에스테르화 반응에 의해 지방산과 글리세롤로 쪼개지게 되어 글리세롤이 부산물로 생성되게 된다. 또한 부반응으로 생성된 지방산의 일부가 염기촉매와 반응하여 지방산염의 형태로 전환된다. 생산되는 바이오디젤 100 kg 당 약 10 kg의 글리세롤이 부산물로 생성되는 데, 바이오디젤 생산공정에 사용된 산 및 염기촉매가 폐글리세롤에 섞여 고농도 염으로 존재하고 부산물인 지방산 염, 분리공정에서 제거되지 않은 메탄올, 및 바이오디젤성분 등도 포함되어 있다.

[0003] 부산물인 폐글리세롤은 순도가 낮을(60-80%) 뿐만 아니라 혐오감을 주는 진한 갈색을 띄고 있어서 석유화학 또는 화장품 원료로 직접 사용될 수 없다. 고순도 정제 공정이 필요하나 최근 고순도 글리세롤 가격이 하락하고 있고 수요량 이상의 폐글리세롤이 발생하여 이를 정제하여 판매하는 것이 가격 경쟁력을 상실하고 있다. 따라서 폐글리세롤이 점차 사용처를 잃게 되어 이를 처리할 수 있는 대책 마련이 시급한 실정이다. 잉여의 폐글리세롤을 매립할 경우 2차 환경오염을 유발할 수 있기 때문에 폐기하기보다는 이를 활용하기 위한 연구가 전 세계적으로 핫 이슈가 되고 있다. 대부분의 연구가 정제되지 않은 글리세롤을 미생물 기질로 사용하여 미생물 발효에 의해 에탄올, 수소, 숙신산, 젖산 등을 생산하기 위한 연구가 최근 활발히 진행되고 있다. 그러나 폐글리세롤에 존재하는 지방산 염 등이 미생물 생장을 저해하여 발효 효율이 높지 않은 문제점이 있다. 뿐만 아니라 미생물들은 글리세롤을 소모하지만 지방산 염 소모 효율이 높지 않아 배양 종료 후에도 지방산 염이 여전히 폐기물로 발생된다는 문제점이 지적되고 있다. 따라서 crude 글리세롤 중에 과량 (약 17%)으로 존재하는 지방산을 분리 제거한 전처리 crude 글리세롤을 미생물 기질로 사용하는 추세이다. 그러나 이 경우에도 폐기물로 발생된 지방산염에 대한 처리 문제가 여전히 존재한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명은 바이오 디젤 생산 공정의 부산물인 폐글리세롤에 포함된 지방산염으로부터 고순도의 고급 지방산을 회수하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한, 본 발명은 세정제의 재료로 이용할 수 있도록 불순물이나 색소가 제거된 지방산을 회수하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해소하기 위해 안출된 것으로 (S1)글리세롤과 지방산염을 포함하는 혼합 용액에 산을 첨가하여 지방산염을 지방산으로 전환하는 단계, (S2) 상기 지방산을 포함하는 혼합 용액에 유기 용매를 첨가하여 지방산을 유기 용매에 용해시키는 단계, (S3) 상기 지방산이 용해된 유기 용매를 상기 혼합 용액으로부터 분리하는 단계, 및 (S4) 상기 유기 용매 중 용해된 지방산으로부터 색소 및 불순물을 제거하는 단계를 포함하는 지방산 회수 방법을 제공한다.

[0006] 상기 산성 수용액은 상기 혼합 용액과 동량으로 첨가하는 것이 바람직하다.

[0007] 상기 산성 수용액은 염산 수용액, 황산 수용액 및 질산 수용액으로부터 선택될 수 있다.

[0008] 상기 유기 용매는 헥산, 에테르, 아이소부틸아세테이트 및 $CHCl_3$로 이루어진 그룹에서 선택되는 1종 이상인 것이 바람직하다.

[0009] 상기 지방산을 회수하는 단계는 지방산이 용해된 유기 용매를 감압 증류함으로써 이루어지는 것이 바람직하다.

[0010] 또한 본원 발명은 상기 (S4) 단계를 수행하기 전 또는 (S4) 단계를 수행한 후 지방산이 용해된 유기 용매를 감압 증류함으로써 지방산을 회수하는 단계를 더 수행할 수 있다.

[0011] 상기 회수된 지방산에서 색소 및 불순물을 제거하는 단계는 상기 회수된 지방산에 활성 백토를 처리함으로써 이루어질 수 있다. 상기 색소 및 불순을 처리하는 단계는 색도 OD_{375} 20 내지 40인 지방산 용액에 활성 백토를 처리하여 처리 후 지방산의 색도 OD_{375}의 값이 0.1 이하가 되도록 한다. 상기 색소 및 불순물의 처리는 단계는 색도 OD_{375} 20 내지 40인 지방산 용액 100 중량% 대비 10중량% 내지 60중량% 를 첨가하여 수행될 수 있다.

[0012] 상기 혼합용액은 바이오디젤 생산공정에서 발생되는 폐글리세롤 용액인 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0013] 본원 발명에 따른 지방산 회수 방법은 바이오 디젤 생산 공정의 부산물인 저급의 폐글리세롤로부터 고급 지방산을 회수하는 방법을 제공하며 이를 원료로 사용하여 피부 세정제 및 계면활성제 등 정밀화학 제품을 제조하는 것이 가능하다. 이로써 원료절감과 동시에 2차적 환경오염을 사전에 예방할 수 있는 시너지 효과를 기대할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 본원 발명의 지방산 회수 방법의 각 단계를 도시한 흐름도이다.

도 2는 지방산이 유기용매층으로 이동하는 모습을 개략적으로 도시한 것이다.

도 3은 유기 용매를 제거하고 회수된 지방산 용액을 나타낸 것이다.

도 4 및 도 5는 회수된 지방산에 활성 백토를 첨가하여 색깔을 나타내는 물질을 제거할 때 지방산 용액의 색도(OD_{375})와 첨가되는 활성 백토량의 최적비를 검색하기 위해 수행한 실험 데이터를 도시한 것이다.

도 6은 활성 백토 첨가 전과 후의 지방산의 색상을 비교한 사진이다.

도 7은 활성 백토의 처리 전후 지방산의 조성을 나타내는 가스크로마토그래프 피크를 도시한 것이다.

도 8은 활성 백토의 처리 전후 지방산에서 퍼록사이드 감소량을 확인한 실험결과를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본원 발명은 글리세롤과 지방산염을 포함하는 혼합용액으로부터 피부 세정제및 정밀화학제품의 원료로 사용될 수 있는, 불포화 지방산인 리놀렌산 및/또는 올레산이 다량 함유된 지방산을 회수하는 방법에 대한 것이다.

[0016] 특히 본원 발명은 상기 혼합용액이 바이오디젤 생산 공정으로부터 발생되는 부산물인 폐글리세롤 용액인 것을 대상으로 한다. 일반적인 바이오디젤 생산 공정에 있어서 생산되는 바이오디젤 100kg 당 약 10kg의 폐글리세롤 용액이 부산물로 생성되며 상기 폐글리세롤 용액에는 바이오디젤 생산공정에 사용된 산 및 염기 촉매가 포함되어 있어 지방산이 고농도의 염으로 존재한다. 상기 지방산염은 폐글리세롤 용액 100중량% 중 15중량% 내지 20중량%의 비율로 존재하는 것으로 알려져 있다. 또한, 상기 폐글리세롤 용액에는 분리공정에서 제거되지 않은 메탄올 및 바이오디젤 성분 등도 포함되어 있다. 본원 발명은 상기 폐글리세롤에 포함된 지방산염으로부터 고급 지방산을 회수하여 세정제 등의 원료로 제공하기 위해 착안된 것이다.

[0017] 이하 설명상 편의를 위해 상기 혼합용액은 예를 들어 바이오디젤 생산공정에서 발생된 부산물인 폐글리세롤 용액인 것으로 하여 설명한다. 그러나 이에 한정되는 것은 아니며 당업자라면 본원 발명의 목적 범위 내에서 다양한 혼합 용액을 상정할 수 있을 것이다.

[0018] 이하 지방산 회수 방법을 개략적으로 나타낸 흐름도인 도 1을 바탕으로 하여 본원 발명의 지방산 회수 방법을 상세하게 설명한다.

[0019] 상기 폐글리세롤 용액은 글리세롤과 지방산염을 포함하는 것이며 pH가 약 11 내지 약 12인 것으로 지방산이 지방산염의 형태로 존재하며 지방산은 폐글리세롤 100중량% 중 15중량% 내지 20중량%의 범위로 함유된다.

[0020] 본원 발명에 따른 지방산 회수 방법의 제1 단계는 우선 상기 폐글리세롤 용액에 산을 첨가하는 것이다. 상기 산의 첨가는 용액의 pH를 낮추어 지방산염을 지방산으로 변환시킨다(S1). 상기 산은 무기산 또는 유기산을 사용할 수 있으며 바람직하게는, 염산, 질산 또는 질산인 것이다. 그러나 이에 한정되지 않으며 염기성의 폐글리세롤 용액의 pH를 낮추어 지방산을 형성하기 위한 목적으로 사용될 수 있는 것이면 어느 것이나 사용이 가능하다.

[0021] 바람직하게는 폐글리세롤 용액에 준비된 용액과 동량의 물을 첨가한 후 산을 첨가하거나 미리 준비된 산성 수용액을 상기 폐글리세롤 용액에 첨가하여 산성의 폐글리세롤 수용액을 제조한다.

[0022] 상기 (S1) 단계를 통해 pH가 약 1 내지 약 2 정도인 폐글리세롤 수용액이 얻어지며 폐글리세롤 용액 중 지방산염은 지방산으로 전환된다.

[0023] 다음으로 상기 폐글리세롤 수용액에 유기 용매를 첨가한다(S2). 첨가되는 유기 용매의 양은 바람직하게는 준비된 폐글리세롤 수용액과 동량인 것이다. 설명상 편의를 위해 상기 폐글리세롤 수용액에 유기 용매를 첨가한 것을 제2 혼합용액이라고 한다. 상기 제2 혼합용액은 수용액층과 유기용매층으로 분리될 수 있다. 상기 생성된 지방산은 물에 대한 용해도가 낮은 반면 유기 용매에 대한 용해도는 높다. 따라서 제2 혼합 용액에서 지방산은 유기 용매층으로 이동하고 나머지 무기물들과 메탄올 등은 수용액층에 잔류한다. 도 2는 제2 혼합 용액 중 지방산이 유기 용매층으로 이동하는 것을 도식화하여 나타낸 것이다. 상기 유기 용매는 대표적으로 헥산, 에테르, 아이소부틸 아세테이트 및 $CHCl_3$ 을 사용할 수 있다. 그러나 이에 한정되는 것은 아니며 제1 혼합용액 중 포함된 지방산만을 선택적으로 용해시킬 수 있는 것이면 어느 것이나 사용가능하다.

[0024] 이 후 제2 혼합 용액 중 상기 지방산을 포함한 유기 용매층을 수용액층으로부터 분리한다(S3).

[0025] 상기 제2 혼합 용액에서 분리된 유기 용매층에는 지방산이 용해되어 있으며, 이를 편의상 제1 지방산 용액이라

한다. 상기 제1 지방산 용액은 제1 혼합 용액에서 유래된 미처 처리되지 않은 불순물로 인해 진한 갈색을 나타내다. 따라서 상기 제1 혼합 용액 중의 지방산을 직접적으로 피부 세정제 및 정밀화학제품의 제조 원료로 사용하기 어렵다. 따라서 상기 제1 지방산 용액으로부터 색소 등 불순물을 제거하는 단계(S4)가 수행될 필요가 있다.

[0026] 본원 발명의 구체적인 일 실시형태에 따르면 제1 지방산 용액에서 불순물 및 색소를 제거하기 위해 활성 백토를 사용한다. 상기 활성 백토는 표면적이 높고 흡착 능력이 우수하여 불순물을 제거하는 데 효과적이다. 상기 활성 백토는 일명 카올린으로 불리기도 한다.

[0027] 상기 활성 백토는 바람직하게는 산성 백토인 것이다. 상기 활성 백토는 함수율이 6 내지 10%인 것이 바람직하다. 입자의 크기는 200 mesh이하인 것이 바람직하다. 또한 표면적이 클수록 흡착력이 높아지므로 비표면적은 200 내지 250m^2/g인 것이 바람직하다.

[0028] 상기 활성 백토의 불순물 제거 효능은 첨가량에 따라 선형적으로 증가하는 경향이 있다. 반면 활성백토와 지방산과의 반응 시간이나 반응 온도에 따른 불순물 제거 효과는 미미하다.

[0029] 이에 따라 본원 발명은 상기 제1 지방산 용액에서 불순물을 제거하여 피부 세정제 및 정밀화학제품의 원료로서 사용하기에 적합한 무색 투명한 외관을 갖는 지방산 용액(이하 제2 지방산 용액)을 회수하기 위한 활성 백토의 가장 바람직한 첨가량 범위를 제공한다.

[0030] 상기 제1 지방산 용액에 활성 백토를 처리하고 UV/VIS 분광 광도계를 이용하여 흡광도를 분석한 결과 약 350nm 내지 약 400㎚ 범위의 파장대에서 처리 전에 비해 처리 후 흡광도 수치가 급격히 감소한다. 이를 근거로 하여 상기 제1 지방산 용액에서 불순물을 제거하는데 있어서 가장 효과적인 활성 백토 첨가량 범위를 확보할 수 있다. 바람직하게는 제1 지방산 용액의 탈색도가 100%인 지점들 중 조업이 용이한 조건을 최적점으로 선택할 수 있다(도 4 내지 5 참조). 예를 들어, 탈색도가 100%인 여러 지점들 중 색도가 높은 용액(UV/VIS 분광광도계로 측정 시, 375 nm에서의 흡광도 값, OD_{375}가 50 이상인 경우)은 점도가 높아 탈색 후 용액으로부터 활성 백토를 분리하기 어렵다.

[0031] 바람직한 일 실시형태에 따르면 상기 (S3) 단계에서 얻어진 제1 지방산 용액에 활성백토를 첨가하여 처리 후 색도(UV/VIS 분광광도계로 측정 시, OD_{375})가 0.1 이하가 되도록 하는 것이다.

[0032] 구체적으로는 상기 (S3) 단계에서 얻어진 제1 지방산 용액을 흡광도(OD_{375}) 값이 약 20 내지 40이 되도록 헥산 등 적절한 유기 용매를 가감하여 색도를 조절하고 여기에 제1 지방산 용액 100 중량%를 기준으로 활성 백토를 10 내지 60중량%를 첨가한다.

[0033] 상기 제시된 조건은 농축된 지방산을 처리함으로써 희석에 사용되는 헥산 등 용매의 양이 절감되어 경제적 이익 및 오염유발원인 폐 유기용매 발생량이 적어질 수 있기 때문에 유리하다. 또한 상기 범위에서 제1 지방산 용액이 99%이상의 탈색도를 나타낼 수 있다. 도 6은 활성 백토 처리 전 제1 지방산 용액과 최적 조건에서 활성 백토를 처리한 제2 지방산 용액을 나타낸 것이다. 처리 전 지방산 용액은 진할 갈색을 나타내지만 활성 백토에 의해 처리된 지방산 용액은 무색 투명한 외관을 나타낸다.

[0034] 필요에 따라 상기 (S4) 단계를 수행하기 전에 제1 지방산 용액으로부터 지방산을 회수하거나 및/또는 상기 (S4)

단계 후 제2 지방산 용액으로부터 지방산을 회수하는 단계를 추가적으로 수행할 수 있다. 상기 회수 단계는 유기 용매층을 감압증류하여 지방산 용액으로부터 유기 용매를 제거하는 방식으로 수행될 수 있다. 도 3은 제1 지방산 용액에서 유기 용매를 제거하고 난 후 회수된 지방산을 나타낸 것이다.

[0035] 만일 상기 회수 단계를 (S4) 단계 전 수행하는 경우에는 회수된 지방산에 헥산과 같은 유기 용매를 가감하여 OD_{375}를 20 내지 40으로 조정한 후 (S4) 단계를 수행하는 것이 바람직하다.

[0036] **실시예**

실 시 예 1

[0037] (1) 지방산 용액 회수

[0038] 바이오디젤 생산 공정 중 발생한 폐글리세롤 용액 50ml을 준비하였다. 상기 폐글리세롤의 pH는 11이며 조성은 다음 표 1과 같다. 상기 지방산염은 C18 이상인 고급 지방산이 80%로 이 중 대부분은 불포화 지방산인 올레산염 (C18:1) 및 리놀레산염 (C18:2)였다.

표 1

[0039]

조성	함량(%)
글리세롤 함량	80
K	1.1
Na	0.03
MeOH	14.2
지방산염	17.4

[0040] 상기 폐글리세롤 용액에 물 50ml를 첨가하여 폐글리세롤 수용액을 제조한 후 염산을 첨가하여 pH가 1이 되도록 염산 수용액(순도, 35%)을 첨가하여 산도를 조정하였다. 상기 폐글리세롤 수용액에 헥산 50ml를 첨가하여 지방산을 헥산층으로 이동시킨 후 수용액층을 분리하여 제거하였다. 상기 헥산층에서 감압증류를 통해 헥산을 제거하여 제1 지방산 용액을 회수하였다.

[0041] (2) 지방산 용액의 탈색

[0042] 상기에서 얻어진 지방산 용액에 헥산을 가감하여 제1 지방산 용액의 색도를 나타내는 OD_{375} 수치를 20으로 하였다. 상기 제1 지방산 용액 10ml에 활성 백토 3.5g을 첨가한 후 100rpm 및 상온 조건에서 30분간 교반시켰다. 상기로부터 무색 투명한 제2 지방산 용액을 회수하였다.

[0043] 상기 제2 지방산 용액의 색도 분석(UV/VIS 분광광도계로 측정 시, 375 nm에서의 흡광도 값, OD_{375}) 결과 99.7%의 탈색도를 나타내었다.

[0044] **시험예**

[0045] (1) 불순물 제거효과 분석

[0046] 활성 백토는 흡착제이므로 색깔 물질을 흡착할 뿐만 아니라 지방산도 흡착할 가능성이 있으므로 이를 확인하는 것이 필요하다. 따라서 처리 제1 및 제2 지방산 용액내 지방산 함량 변화를 확인하기 위하여 가스크로마토그래피 분석을 수행하였다. 초기 온도는 140℃(5분)이며 분당 4℃의 속도로 240℃까지 가온하였다. 캐리어 가스로는 헬륨을 사용하였으며 초당 20cm의 속도로 설정하였다. 주입온도는 240℃이고 검출 온도는 260℃로 하였다. 100:1 기준으로 주입되는 시료의 양은 1㎕(240℃)로 하였다. 우선 지방산 표준액으로 각 지방산의 체류시간을 비교하여 개별 지방산의 존재를 확인하고 면적변화를 계산하여 지방산의 손실 유무를 조사하였다. 도 7은 활성

백토 처리 전후 지방산 함량 변화를 확인한 결과이다. 하기 표 2에 나타내었듯이, 활성 백토의 처리 과정에서 약 38%의 지방산도 손실되었다. 또한, 제1 및 제2 지방산 용액의 퍼록사이드 함량 변화를 측정하였는데 불순물 제거 후 H2O2 함량과 유기 퍼록사이드 함량은 각각 약 86%와 80% 감소하였다(도 8).

[0047] 이와 같은 결과로부터 활성 백토는 지방산도 일부 흡착하지만 색깔물질을 완전히 흡착할 뿐만 아니라, 인체 또는 화학반응에 치명적인 영향을 미치는 퍼록사이드 같은 산소라디칼 함유 물질도 효과적으로 제거하여 지방산 정제에 효과적으로 사용할 수 있음을 알 수 있다.

표 2

[0048]

지방산	면적		면적변화량(%)
	처리 전	처리 후	
팔미트산	1496±91	946±28	-37±3.7
팔리톨렌인산	100±5	63±1	-37±4
스테아린산	316±156	327±14	18±45
올레인산	2722±496	1673±35	-37±12
리놀렌산(C18:2)	3652±228	2301±93	-37±4
리놀렌산(C18:3)	495±34	310±13	-37±4.2
비헤인산(C22:0)	33±2	21±1	-38±2

[0049] (2) 회수된 지방산의 원료 부합성 검토

[0050] 실시예 1에 따른 제2 지방산 용액의 원료 부합성 여부를 검토하였다. 세정제 원료로 사용되기 위해서는 납, 비소, 수은 함량이 기준치 이하여야 한다. 공인된 시험법에 따라 상기 제2 지방산 용액에 존재하는 성분들의 함량을 측정하여 표 2에 나타내었다. 납 함량은 2.1 ppm이었는데, 이는 기준치인 20 ppm보다 훨씬 적은 양이다. 비소함량은 측정 가능한 범위보다 훨씬 적은 양을 나타내었다. 즉, 시험법에 의하면 반응시약을 첨가 시, 기준치인 2 ppm 이상의 비소가 존재하는 시료는 노란색으로 변하지만 본 시료는 아무런 색깔 변화를 나타내지 않았다. 한편 수은도 전혀 검출되지 않았다. 이러한 결과는 폐글리세롤로부터 회수되고 정제된 지방산 시료가 모두 설정된 규격치를 통과하여 피부 세정제 원료로 적합함을 나타낸다.

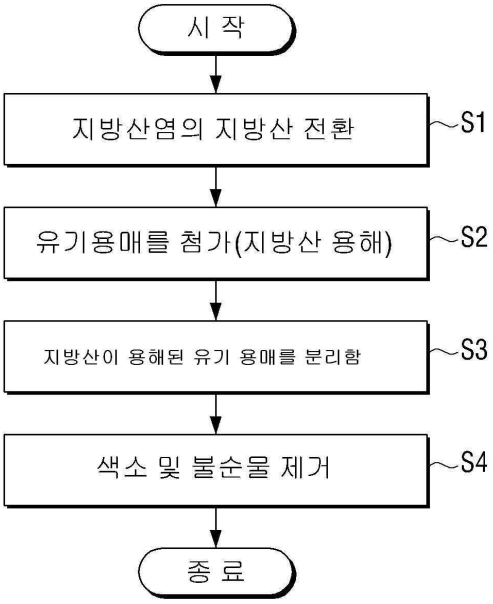
표 3

[0051] 회수된 지방산의 원료 부합성 검토

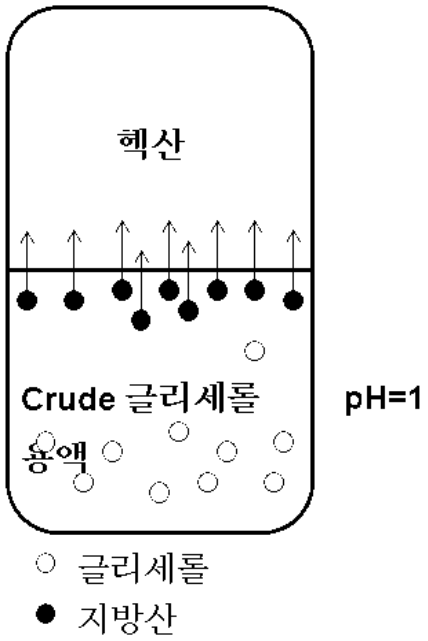
평가항목	단위	결과치	규격 (specification)	평가방법
중금속 (납) 함량	ppm	2.1	20	화장품 기준 및 시험법 (식약청 고시)
비소 함량	ppm	적합	2	화장품 기준 및 시험법 (식약청 고시)
수은 함량	ppm	미검출	1	식품공전 시험법

도면

도면1


시 작
지방산염의 지방산 전환
S1
유기용매를 첨가(지방산 용해)
S2
지방산이 용해된 유기 용매를 분리함
S3
색소 및 불순물 제거
S4
종 료

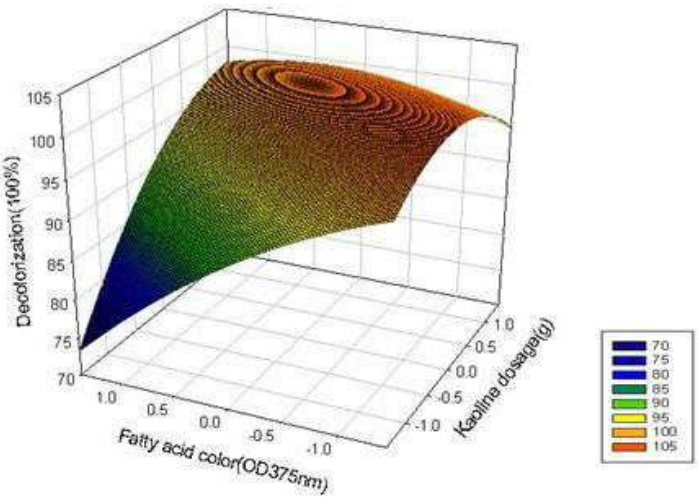
도면2


헥산
Crude 글리세롤
용액
pH=1
글리세롤
지방산

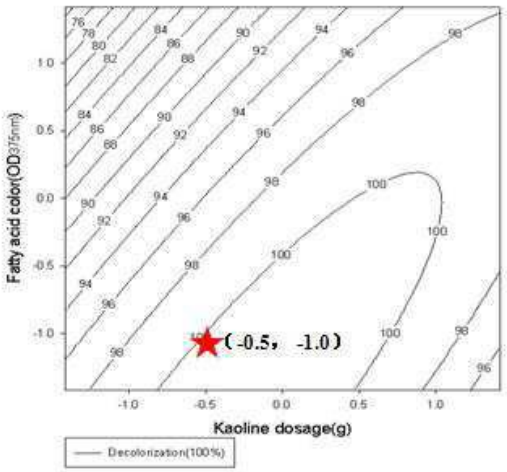
도면3

감압증류: 헥산제거
회수 지방산 용액
Color!!!

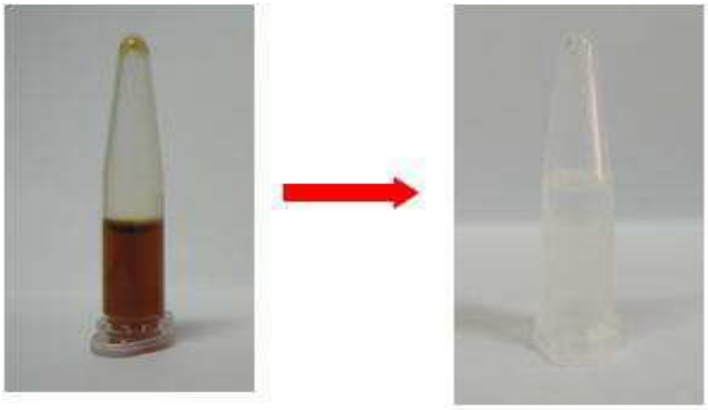
도면4


Decolorization(100%)
105
100
95
90
85
80
75
70
1.0
0.5
0.0
-0.5
-1.0
Fatty acid color(OD375nm)
Kaoline dosage(g)
70
75
80
85
90
95
100
105

도면5

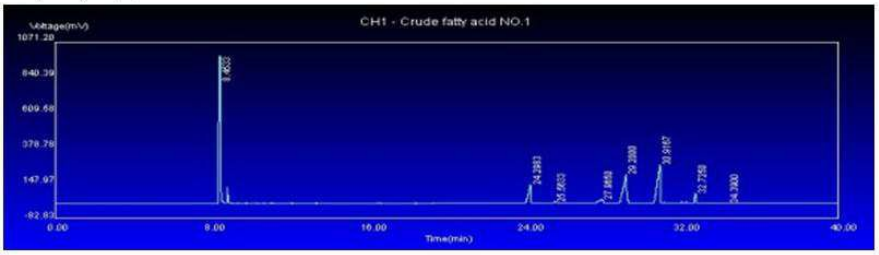

Fatty acid color(OD375nm)
Kaoline dosage(g)
(-0.5, -1.0)
Decolorization(100%)

도면6

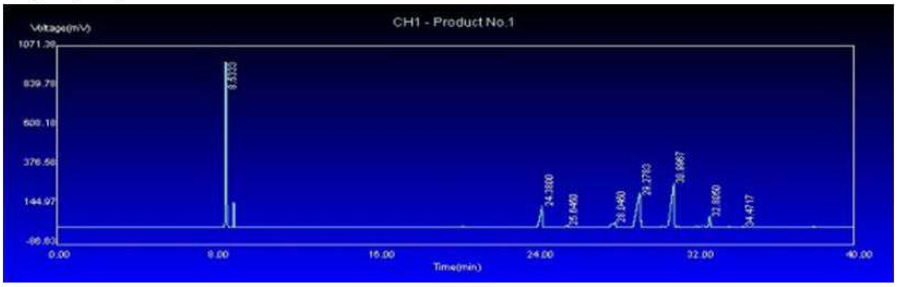


도면7

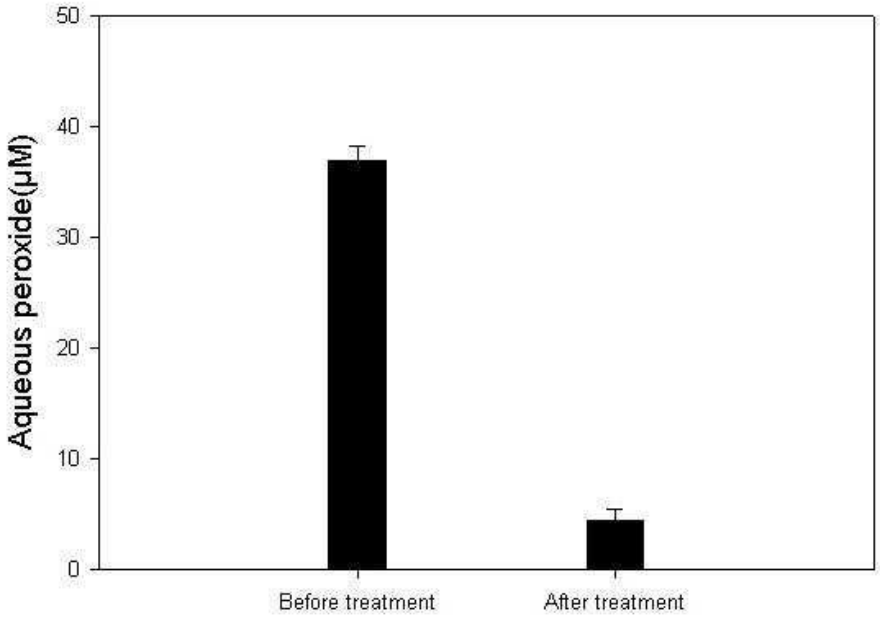
처리 전



처리 후



도면8


Aqueous peroxide(μM)
50
40
30
20
10
0
Before treatment
After treatment