



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0040397
(43) 공개일자 2013년04월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C11B 1/10 (2006.01) **C11B 3/00** (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-0105127

(22) 출원일자 2011년10월14일

심사청구일자 2011년10월14일

(71) 출원인

부경대학교 산학협력단

부산광역시 남구 신선로 365 (용당동,
부경대학교)

(72) 발명자

전병수

부산광역시 해운대구 반여로 67, 111동 505호(반
여동, 해운대메가센텀 한화 꿈에그린아파트

이승미

경상남도 양산시 남부동 상록경남아너스빌 107동
302호

(74) 대리인

최한수

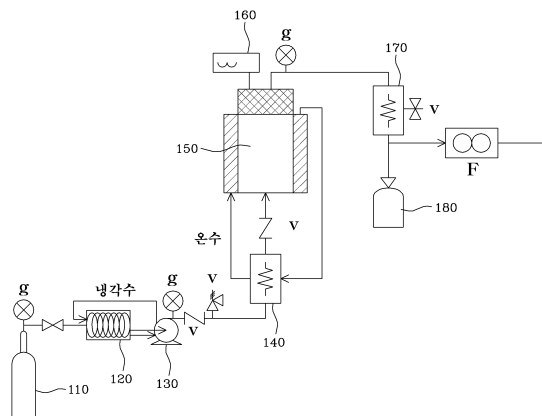
전체 청구항 수 : 총 3 항

(54) 발명의 명칭 **초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일 추출방법**

(57) 요약

본 발명은 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법으로서, 특히 어류 중에서 어느 하나의 어종을 선택하여 원재료로 준비하는 단계와; 준비된 원재료를 동결 건조하는 단계와; 동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 유입시켜 동결 건조된 원재료와 접촉시키는 단계와; 동결 건조된 원재료와 접촉하면서 원재료에 함유되어 있는 오일 성분을 포집한 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 오일 성분을 함유하며 배출된 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 분류기로 유입시킨 다음, 초임계 또는 아임계 이산화탄소의 압력을 해제하고 오일 성분과 분리시키는 단계를; 포함하여 이루어지는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법을 제공한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법으로서,

어류 중에서 어느 하나의 어종을 선택하여 원재료로 준비하는 단계와;

준비된 원재료를 동결 건조하는 단계와;

동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 채우는 단계와;

초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 유입시켜 동결 건조된 원재료와 접촉시키는 단계와;

동결 건조된 원재료와 접촉하면서 원재료에 함유되어 있는 오일 성분을 포집한 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와;

오일 성분을 함유하며 배출된 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 분류기로 유입시킨 다음, 초임계 또는 아임계 이산화탄소의 압력을 해제하고 오일 성분과 분리시키는 단계를;

포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 원재료의 동결 건조는 $-60^{\circ}\text{C} \sim -85^{\circ}\text{C}$ 및 2일 ~ 5일 범위 내에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 이산화탄소는 80 내지 500 bar 범위 내로 가압되는 것을 특징으로 하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법으로서, 특히 어류 중에서 어느 하나의 어종을 선택하여 원재료로 준비하는 단계와; 준비된 원재료를 동결 건조하는 단계와; 동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 유입시켜 동결 건조된 원재료와 접촉시키는 단계와; 동결 건조된 원재료와 접촉하면서 원재료에 함유되어 있는 오일 성분을 포집한 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 오일 성분을 함유하며 배출된 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 분류기로 유입시킨 다음, 초임계 또는 아임계 이산화탄소의 압력을 해제하고 오일 성분과 분리시키는 단계를; 포함하여 이루어지는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 이용하여 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 인지질 및 오메가 지방산은 인체에 중요한 역할을 하는 인자로 알려져 있다. 이 중에서 인지질은 생체막을 구성하는 주요 성분으로서, 혈액 내에 콜레스테롤을 제거해주고 혈액 응고를 방지하여 혈액 순환을 원활하게 한다. 또한, 인지질은 항산화작용으로 피부 세포를 활발히 하고, 체내 불필요한 지방 축적을 제한시키며, 신장 간장 췌장 기능을 강화하는 것으로 알려져, 각종 건강기능식품, 건강보조제, 의약품, 화장품 등에 널리 이용되고 있다. 현재까지 알려진 바로는, 대두 인지질과 건강기능식품으로 이용되고 있는 난황 인지질이 있으며 그 가격 또

한 매우 높은 실정이다.

[0003] 그리고, 오메가 지방산(구체적으로는 오메가-3 지방산)은 불포화 지방산 중에서도 탄소 측쇄의 맨 끝에서부터 3 번째 탄소에 이중 결합을 갖는 필수 지방산으로서, 이 필수 지방산은 세포의 조직을 구성하는 성분으로 신체의 신진대사를 촉진함은 물론 신체의 성장과 두뇌 발달에 반드시 필요한 영양소일 뿐 아니라, 오메가 지방산은 혈액 중 콜레스테롤 저하 효과를 통한 각종 심장혈관계 질환의 예방과 항종양 효과 및 학습 능력의 저하 예방 효과 등을 갖는 것으로 알려져 있다.

[0004] 일반적으로 어류나 어류가공 식품들을 풍부하게 섭취하는 국가의 국민들의 심장질환 발병률은 어류를 섭취하지 않은 국가의 국민보다 낮다는 결과가 보고되고 있다. 이의 원인을 규명한 결과 어류에는 다른 식품보다 오메가-3 다중 불포

[0005] 화 지방산이라는 필수 지방산이 많이 함유되어 있음을 발견하였다.

[0006] 그런데, 어류에서 특정 성분을 분리 정제하기 위해서는 특수한 공정의 설계와 용매의 선택이 매우 중요하다. 기존의 재래식 공정에서는 가열 상태에서 유기 용매에 원료를 침지시켜 추출한 다음, 그 추출 물질을 용매와 용질로 재분리하고 건조 공정을 거쳐 최종 물질을 회수하므로 공정이 복잡하고 잔여 용매로 인해 제품의 품질이 저하되는 문제가 있다. 더욱이, 일반적인 정제 공정으로는 DHA/EPA 등 오메가 지방산 함량을 높이기보다는 포화 지방산 및 단일 불포화 지방산의 일부를 제거하는 수준에 머물러 오메가 지방산 함량의 제고에 한계가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제0408977호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 제안된 것으로서, 본 발명의 목적은 종래 어류 유래 오일과 달리 식품 안정성이 높고, 기능성 및 품질이 개선된 어류 유래 오일을 추출하는 방법을 제공함에 있다.

[0009] 본 발명의 다른 목적은 추출 공정이 간단하면서도 그 효율은 현저히 향상된 친환경 어류 유래 오일을 추출하는 방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명은 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 어류로부터 인지질 및 오메가 지방산을 함유한 오일을 추출하는 방법으로서, 어류 중에서 어느 하나의 어종을 선택하여 원재료로 준비하는 단계와; 준비된 원재료를 동결 건조하는 단계와; 동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 유입시켜 동결 건조된 원재료와 접촉시키는 단계와; 동결 건조된 원재료와 접촉하면서 원재료에 함유되어 있는 오일 성분을 포집한 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 오일 성분을 함유하며 배출된 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 분류기로 유입시킨 다음, 초임계 또는 아임계 이산화탄소의 압력을 해제하고 오일 성분과 분리시키는 단계를; 포함하여 이루어지는 것을 그 기술적 특징으로 한다.

[0011] 상기 원재료의 동결 건조는 -60℃ ~ -85℃ 및 2일 ~ 5일 범위 내에서 이루어지는 것이 바람직하다.

[0012] 상기 이산화탄소는 80 내지 500 bar 범위 내로 가압되는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0013] 본 발명은 유기 용매를 사용하지 않고 인체에 무해한 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 어류 중에 선택되는 어느 하나의 재료와 직접 접촉시켜 어류가 가지는 인지질 및 오메가 지방산을 수득하는 방법을 사용함으로써 어류 유래 오일을 이용하여 제조되는 가공 식품의 안전성을 담보할 수 있도록 해준다.

[0014] 또한, 본 발명은 동결 건조된 어류 재료를 초임계 또는 아임계 이산화탄소와 접촉시키는 단순한 공정을 채택함

으로써, 어류가 함유하고 있는 오일의 수득을 더욱 용이하게 하고 나아가 저렴한 비용으로 높은 생산성을 실현할 수 있도록 해준다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명의 실시를 위한 개략적인 장치 구성도.

도 2a 및 도 2b 각각은 본 발명에 따라 추출된 멸치 오일 및 고등어 오일의 지방산 조성 그래프.

도 3a 및 도 3b 각각은 본 발명에 따라 추출된 멸치 오일 및 고등어 오일의 인지질 피크 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 살펴보면 다음과 같은데, 실시예를 상술함에 있어 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진자에 자명한 사항이나, 본 발명이 추구하는 기술적 사항과 무관한 사항에 대해서는 그 설명을 생략하기로 한다.

[0017] 본 발명은 기본적으로 원재료를 준비하여 동결 건조하는 단계와, 동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 채우는 단계, 그리고 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 유입시켜 원재료와 접촉시키는 단계, 그리고 추출기 내부로 유입된 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시킨 다음에 초임계 또는 아임계 이산화탄소와 오일을 분리하는 단계를 포함하여 이루어진다. 이들 각 단계를 첨부된 도 1을 참조하여 살펴본다.

[0018] 먼저, 원재료를 준비한다. 원재료는 어류 중에서 선택되는 어느 하나로 이루어질 수 있으며, 특정 어종에 한정되지는 않는다.

[0019] 어류 중에서 어느 하나의 어종이 원재료로 정해지면, 원재료를 동결 건조한다. 이는 원재료가 함유하고 있는 수분 함량이 최소로 되어야 어류가 가지고 있는 순도 높은 오일을 추출하기 용이하기 때문인데, 동결 건조는 -60℃ ~ -85℃의 온도 범위, 그리고 2일 ~ 5일의 시간 범위 내에서 이루어지는 것이 바람직하다. 어느 정도로 온도 범위 내에서 어느 정도의 시간으로 동결 건조할지 여부는 임의 사항으로서, 이는 일률적으로 결정하기보다는 원재료의 종류, 사용하는 이산화탄소의 가압 정도, 1회 공정에 투입되는 크릴 새우의 총량 등을 종합적으로 감안하여 결정하는 것이 바람직하다.

[0020] 원재료가 동결 건조되면, 원재료를 추출기(150) 내부에 채운다. 상기 추출기(150)는 후술할 초임계 또는 아임계 이산화탄소와 동결 건조된 원재료 상호 간의 원활한 접촉 및 반응 공간으로 작용한다. 동결 건조된 원재료를 추출기 내부에 어느 정도의 양으로 채울지 여부도 여러 상황을 감안해서 결정하는 것이 좋다.

[0021] 동결 건조된 원재료가 추출기(150) 내부에 채워져 준비되면, 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 준비한다. 초임계 또는 아임계 이산화탄소는 아래와 같은 과정으로 준비될 수 있다. 먼저, 압축 이산화탄소가 저장되어 있는 탱크(110)로부터 압축 이산화탄소를 공급받은 다음, 냉각기(120)를 이용하여 압축 이산화탄소를 액화시킨다. 액화된 액체 이산화탄소는 펌프(130)에 의해 가압되고 가열되는데, 가압 범위는 80~500 bar 범위 내에서 이루어지는 것이 바람직하며, 가열은 20℃ ~ 80℃의 온도 범위 내에서 이루어지는 것이 바람직하다.

[0022] 이러한 과정을 거쳐 액화 이산화탄소가 만들어지면, 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 동결 건조된 원재료가 담겨져 있는 추출기(150) 내부로 주입한다. 초임계 또는 아임계 이산화탄소는 20~30g/min 범위 내에서 추출기 내부로 주입하는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 24~25g/min 범위 내로 주입하는 것이다. 만일, 대량 생산을 하는 경우에 사용되는 이산화탄소의 총량을 줄일 필요가 있다면 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 순환시켜 사용하는 것이 그 하나의 방법이 될 것이다.

[0023] 본 발명을 실시함에 있어, 추출기(150) 내부의 온도와 압력을 체크함과 동시에 이를 적절하게 조절하기 위한 구성으로서 온도 측정기(160)가 추출기(150)에 부가될 수도 있다. 상기 온도 측정기(160)는 추출기(150) 내부로 소정 온도의 물을 주입함으로써 추출기(150) 내부의 온도를 조절할 수 있다. 미설명 도면부호 140은 펌프(130)에 의해 가압된 액화 이산화탄소를 가열시키는 가열기이다.

[0024] 추출기(150) 내부로 초임계 또는 아임계 이산화탄소가 유입되어 추출기 내부에 있던 동결 건조된 원재료와 접촉하면서 일정 시간이 경과하면, 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시킨다. 동결 건조된 원재료가 초임계 또는 아임계 이산화탄소와 무수히 접촉하는 과정에서 원재료에 함유되어 있던 오일의 대부분은 초임계 또는 아임계 이산화탄소와 대부분 결합되어 외부로 배출되며, 추출기(150) 내부에는 오일 성분이 제거된 원재료 추잔물이 남게 된다. 접촉 시간은 추출기 내부에 채워져 있는 원재료의 양과 관계되기 때문에 일률적으

로 결정할 사항이 아니다.

- [0025] 한편, 오일을 함유하며 추출기(150)를 빠져나온 초임계 또는 아임계 이산화탄소는 분류기(180)에 포집된다. 상기 분류기(180)는 이산화탄소와 상기 이산화탄소에 함유되어 있는 오일 성분이 분리되는 공간으로 그 작동 구성을 살펴본다. 먼저, 오일을 함유하며 추출기(150)를 빠져나온 초임계 또는 아임계 이산화탄소는 분류기(180)에 포집되는 과정에서 밸브에 의해 초임계 또는 아임계 상태에서 해제된다. 이산화탄소의 압력이 초임계 또는 아임계에서 해제되면, 이산화탄소에 함유되어 있는 오일은 분류기(180)의 하부에 저장되며, 오일이 제거된 이산화탄소 기체는 별도 배관(미도시)을 통해 환기된다.
- [0026] 이에 따라 분류기(180)에는 이산화탄소 기체와 분리된 원재료의 오일만이 남게되며, 추출기(150)에서의 원재료 추출물 회수가 이루어지고, 분류기(180)에서 이산화탄소와 분리된 오일이 수거되면 본 발명은 완료되게 된다. 미설명 도면 부호 170, F 각각은 열 교환기와 플로우미터이다.
- [0027] 본 발명에 대한 구체적인 실시예를 참조하여 살펴본다.
- [0028] 어종으로서 멸치와 고등어를 선택하고, 각 30g을 -72℃에서 3일간 동결 건조한 다음, 동결 건조된 원재료들을 초임계 이산화탄소 추출기 반응 내에 넣고 반응기내의 온도는 40-60℃, 압력은 15-30 Mpa로 하여 오일을 추출하였다. 그리고 추출된 오일의 일반 특성 및 기능성 물질을 각 동정하고, 멸치 오일과 고등어 오일의 기능성을 확인하기 위해 지방산 분석을 실시하였다.
- [0029] 시료는 AOAC법에 의해 0.3g을 환류 냉각관이 장착된 둥근 바닥 플라스크에 칭량한 후, 0.5N NaOH in methanol을 3ml 가하여 70℃에서 60분간 중탕하고, 14% BF₃ in methanol(Fluka Co.) 3ml를 70℃에서 20분간 교반하였다. 다음으로, 3ml의 hexane(Fisher scientific Co.)을 가하여 2분간 방치 후, 이액을 분액 여두에 옮긴 다음, 포화 NaCl 용액 1ml를 가하여 30초간 혼합 후 방치하였다. 그 후 윗층을 분리하여 Gas-Chromatography(Hewlett Packard 5890 II)에 주입하여 표준 물질과 비교 분석하였다.
- [0030] 또한, 초임계 이산화탄소를 이용하여 추출한 고등어 오일과 멸치 오일의 인지질 함량을 분석하였다. 인지질 함량 분석은 spectrophotometer(UVIKON 933, Kontron Instruments)를 사용하고, 검량선 작성은 standard PC를 이용하여 작성하였다. spectrophotometer의 분석 조건은 488 nm로 흡광도를 설정하여 측정하였다.
- [0031] 아래에서 표 1은 Gas-Chromatography의 분석 조건이며, 표 2는 초임계 이산화탄소를 이용하여 추출한 고등어 오일과 멸치 오일의 지방산 조성 분포를 보여주며, 표 3은 초임계 이산화탄소를 이용하여 추출한 고등어 오일과 멸치 오일의 인지질 함량 정도를 보여준다.
- [0032] 표 2에 의하면, 멸치 오일은 오메가 지방산인 DHA, EPA를 약 25% 정도 함유하고 있는 것을 확인하였으며, 고등어 오일은 DHA, EPA를 약 31% 정도 함유하고 있는 것을 확인하였다. 도 2a 및 도 2b 각각은 본 발명에 따라 추출된 멸치 오일 및 고등어 오일의 지방산 조성 그래프를 보여준다.
- [0033] 그리고 표 3에 의하면, 고등어 오일과 멸치 오일에서 인지질 함량을 확인하였으며, 이 중에서 멸치 오일이 고등어 오일에 비하여 좀 더 우수한 함량을 나타내었다. 도 3a 및 도 3b 각각은 본 발명에 따라 추출된 멸치 오일 및 고등어 오일의 인지질 피크 그래프를 보여준다.

표 1

[0034]

Parameter	Condition
GC/MS(QP-2010, Shimadzu)	
Oven temp.	35℃ (10min)
	8℃/min-120℃(10min)
	12℃/min-180℃(7min)
	15℃/min
	230℃ (10min)
Column	AT-1 (60mx0.32mx1.0μm)
Column flow	0.62ml/min
Interface Temp.	250℃
Mass Range	20~350m/z
Column Pressure	15.7psi
MS Det.Temp	250℃
Carrier gas	He(99.9999%)

표 2

[0035]

Fatty acid compounds	고등어(%)	멸치(%)
myristic acid	4.12	10.47
palmitic acid	19.34	28.67
palmitoleic acid	5.14	7.96
stearic acid	5.81	4.92
oleic acid	15.66	5.09
elaidic acid	4.43	9.23
linoleic acid	3.08	2.93
cis-11-eicosenoic acid	1.68	3.91
cis-11,14-eicosadienoic acid	3.35	1.76
cis-8,11,14-eicosatrienoic acid	1.47	-
cis-11,14,17-eicosatrienoic acid	0.20	0.98
tricosanoic acid	1.95	-
cis-13,16-docosadienoic acid	0.72	-
arachidonic acid	-	0.17
EPA	10.26	8.90
nervonic acid	0.46	1.13
DHA	21.72	16.04
total	100.00	100.00

표 3

[0036]

Phospholipid content	
고등어(%)	멸치(%)
2.5	6.0

[0037]

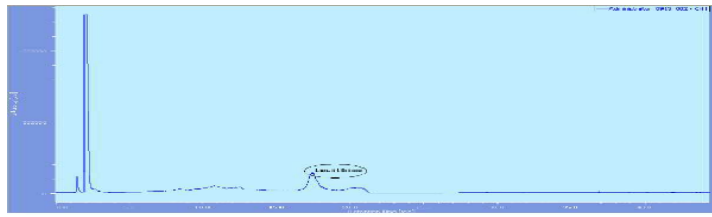
상기에서는 본 발명의 바람직한 일 실시예에 한정하여 설명하였으나, 본 발명은 이에 한정되지 않고 당업자에 자명한 범위 내에서 다양하게 변경 실시될 수 있을 것이다.

부호의 설명

[0038]

110 : 탱크	120 : 냉각기
130 : 펌프	140 : 가열기
150 : 추출기	160 : 온도 측정기
170 : 열 교환기	180 : 분류기

도면3a



도면3b

