

크로마토그라피를 이용한 당에스테르의 분리정제

조정연, 김재훈, 유인상, 윤현희

경원대학교 화학공학과

전화 (031)750-5356, Fax (031)750-5363

ABSTRACT

Sugar esters are produced by transesterification of fatty acids and sugars in organic solvent media. Chromatographic separation of sugar esters and fatty acids was investigated. C₁₈ column(3.9×300mm) was used in the chromatography experiment. The effect of flow rate, column temperature, and sample loading on the characteristics of chromatogram was studied. Sugar esters and fatty acids tested in this study was successfully separated with a high resolution.

서론

당에스테르(sugar ester)는 지방산과 당의 transesterification에 의하여 제조된다.¹⁻²⁾ 유기용매상에서 생성된 당에스테르는 일련의 추출법과 분별증류 및 침전법으로 이루어진 다단계 분리공정을 거쳐서 정제되고 있으며 정제효율이 낮아서 전체 생산비 중 정제비용의 비중이 크게 차지하고 있다.³⁾ 본 연구에서는 유기용매(acetone)에 용해되어 있는 미반응 지방산과 반응생성물 지방산을 분리정제하는 방법으로 크로마토그라피방법을 조사하였다. 당에스테르제조에 사용되고 있는 각종 지방산(oleic, stearic, palmitic acid)과 당에스테르의 크로마토그라피 용출특성을 이동상의 유속과 온도, 그리고 주입량을 변화시켜 관찰하였다.

재료 및 방법

실험에 사용한 당에스테르는 자당 지방산 에스테르(Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd)이다. 지방산은 oleic, stearic, palmitic acid 등을 사용하였다. 모든 실험은 등용매 조건에서 Waters 2690 Chromatography System을 사용하였다. Column은 Waters μ Bondapak C₁₈ (3.9 × 300mm)를 사용하였다. 이동상은 methanol : acetonitrile : water = 50 : 40 : 10 으로 혼합해 사용하였다.

결과 및 고찰

Fig. 1은 지방산(oleic acid)과 sugar ester의 혼합성분에 대한 이동상의 유속변화에 따른 크로마토그램의 변화를 보여준다. 이동상의 유속이 증가할수록 체류시간이 감소로 인하여 피크의 모양이 날카로워지는 것을 볼 수 있다. Fig. 2는 지방산과

sugar ester 혼합성분에 대한 컬럼의 온도 변화 따른 크로마토그램의 변화를 보여 준다. 온도의 증가에 따라 흡탈착 속도의 증가로 체류시간이 감소되고 이로 인하여 피크의 모양이 날카로워지 지는 것을 볼 수 있다. Fig. 3은 지방산과 sugar ester 혼합성분의 시료주입량 변화에 따른 크로마토그램의 변화를 보여준다. 주입부피가 증가함에 따라 sugar ester와 oleic acid의 용출곡선이 대칭의 gaussian 형태에서 피크 front의 경사가 급격하게 된다.

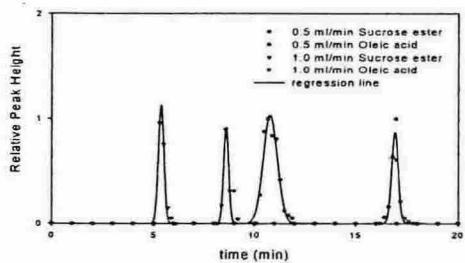


Fig. 1 Chromatogram of SE + OA with flow rate change.
; temp. = 35°C

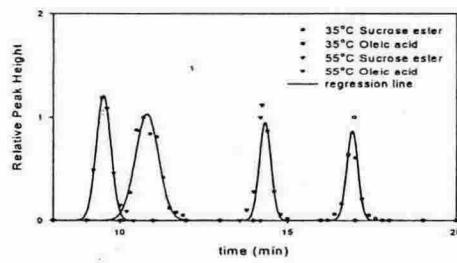


Fig. 2 Chromatogram of SE + OA with temperature change.
; flow rate = 0.5ml/min

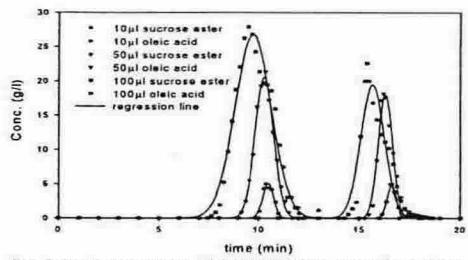


Fig. 3 Chromatogram of SE + OA with injection volume change.
; temp = 35°C, flow = 0.5ml/min

요약

지방산과 당의 transesterification에 의하여 제조되는 당에스테르를 분리정제하는 방법으로 크로마토그래피방법을 조사하였다. 당에스테르제조에 사용되고 있는 각종 지방산(oleic, stearic, palmitic acid)과 당에스테르의 크로마토그래피 용출특성을 이동상의 유속과 온도, 그리고 주입량을 변화시켜 관찰하였다. 본 실험에서 사용한 column은 Silica 계통의 C₁₈ column(3.9×300mm) 이었으며 본 실험에서 조사한 지방산과 당에스테르의 혼합물은 모두 높은 해상도로 분리되는 것을 관찰하였다.

참고문현

1. H. Chung, P. A. Seib, K. F. Finney, and S. D. Magoffin (1980), *Cereal Chem.*, 58, 164.
2. Feuge, R.P., Hj. Zeringue, T.J. Weiss, and M. Brown (1970), "Preparation of Sucrose Esters by Interesterification", *J. Am. Oil Chem. Soc.* 47, 56-62.
3. 김해성, 유인상, 김종태 "탄수화물지방산 에스테르의 생산기술과 기능성 제재화", *Biotechnology News*, 4, 2, 77~90