

## 중국산 생강의 올레오레진 제조를 위한 극초단파 추출조건 설정

이정은 · 이은영 · 권중호 · 김현구\*  
경북대학교 식품공학과, \*한국식품개발연구원

### Pre-establishment of Microwave-Assisted Extraction Conditions for Chinese Ginger Oleoresins

Jungeun Lee, Eunyoung Lee, Joong-Ho Kwon and Hyun-Ku Kim\*  
Department of Food Science and Technology, Kyungpook National University  
\*Korea Food Research Institute

#### Abstract

Some fundamental conditions were investigated in microwave-assisted extraction (MAE) for oleoresin from Chinese dried ginger. The fifty watts of microwave energy(2,450 MHz), 60 mesh in particle size and 1:10 (g/mL) ratio of sample to solvent were the optimum conditions. Lower yield of soluble oleoresins was obtained at higher concentrations of ethanol. Radical scavenging ability was highest in extracts by using 25% of ethanol. Total phenolics in extracts were remarkably increased at above 50% of ethanol concentration. Overall yield of oleoresin components increased in proportional to extraction time up to 7 min. Based on the above results, it is indicated that ethanol concentration is a critical parameter in MAE.

**Key words :** Chinese dried ginger, ethanol-soluble oleoresin, microwave-assisted extraction

#### 서 론

생강은 수분 함량이 비교적 많으므로 저장 중 품질저하를 방지하기 위한 방법이 요구되고 있다. 생강은 수확 후 신선한 상태로 보관하거나 건 생강으로 제조하여 가공원료 등으로 사용하고 있다. 또한 생강으로부터 올레오레진을 추출 가공한다면 저장성 향상은 물론 여러 가지 용도로 이용할 수 있을 것이다(1). 향신료 등의 올레오레진 추출방법으로는 다량의 용매를 사용한 환류추출법이 대표적으로 알려져 있지만 기존 방법들은 대부분 용매 및 에너지 사용량, 추출시간, 설비 비용 등에서 문제점이 지적되고 있다(2,3). 이와 같이 식품 및 천연물

가공산업에서는 현행 추출법들의 문제점을 개선시킨 새로운 추출기법의 필요성이 증대되고 있으며, 이와 때를 같이 하여 극초단파의 물질에 대한 선택적 가열특성을 활용한 추출기법이 소개되고 있다(2-5).

극초단파를 이용한 추출기법(microwave-assisted process, MAP)은 천연물 세포성분으로 존재하는 물을 신속하게 가열시켜 세포조직의 파괴에 따른 목적성분의 용리를 기본 원리로 하고 있으며(2), 기존의 환류추출, soxhlet 추출, 가온용매추출, 초임계유체추출법 등에 비해 less time, less energy, less solvent 등의 장점이 알려져 있다(2,3,6).

극초단파를 이용하여 생강으로부터 올레오레진을 추출하는 방법은 용매추출에 있어서 가장 중요한 요소인 신속성과 효율성을 높이고 용매사용량을 줄일 수 있는 환경친화적 특징을 지니고 있다고 할 수 있다(2-5). 지금까지 극초단파를 이용한 식품의 추출연구에서는 마늘 올레오레진의 추출(7) 셀러리, 후추 등으로부터 올레

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

오레진의 추출(8), 서양박하잎으로부터의 정유성분의 추출(9), 파프리카의 색소추출(10), 포도의 flavor precursor 추출(11), 식물성 식품재료의 antinutritives 추출(12), 동물성 식품의 항생물질의 추출(13), 환경시료의 추출(14-17), 가용성 인산성분의 추출(5,6), 당귀 유용성분의 추출(18) 등이 보고되어 있으며, 이상의 여러 분야에서 추출방법으로서의 기술적 타당성이 인정되고 있다.

따라서 본 연구에서는 건생강으로부터 울레오레진을 추출하기 위한 극초단파 에너지의 이용 기반을 마련하고자, 상압 조건에서 에탄올에 대한 극초단파 가열특성을 확인하고 추출조건의 최적화 연구에 필요한 몇 가지 기초실험을 수행하였다.

## 재료 및 방법

### 재 료

울레오레진의 추출에 사용된 생강 시료는 중국산 건생강 절편(수분 16.3%)으로 시중에서 유통되고 있는 그대로를 구입하여 실온에 밀봉 보관하면서 실험에 사용하였다.

### 추출장치 및 추출방법

상압형 극초단파 추출장치는 2,450 MHz의 주파수에 용량과 시간의 조절이 가능하며 냉각관이 장치된 microwave 발생장치(Prolabo, France)를 사용하였다. 추출실험에서 추출물의 온도변화는 Digital Megal 500 thermometer(Prolabo, France)에 의해 모니터링 하였다. 울레오레진 추출방법은 Kwon & Kim(5)의 방법과 같이 250 mL 추출관 (quart vessel)에 일정량의 시료와 일정 농도의 에탄올 50 mL를 가하고 혼합하여 극초단파를 조사하였다. 일정 시간동안 조사된 추출액은 여과(Whatman No. 42)하여 용량을 맞춘 다음 추출물의 특성시험에 사용하였다.

### 추출용매의 가열특성 시험

에탄올 가용성 울레오레진 성분의 추출조건을 설정하기 위하여 먼저 용매인 에탄올의 극초단파 가열특성을 알아보았다. 즉, 생강 분말시료 5 g을 50% 에탄올 50 mL에 가한 다음 microwave power를 50 W로 고정하여 시료 유무의 따른 가열특성을 가열곡선(heating curve)으로 확인하였다. 또한 이상의 조건에서 microwave power 별(50, 100, 150, 200, 250 W) 가열곡선을 10분간 작성하여 적정 조건의 선정에 필요한 기초자료를 얻고자 하였다.

### 조건별 추출특성 시험

입자크기가 결정된 시료(g)에 대하여 용매비(x g:50 mL ethanol)의 영향을 확인하기 위하여 1:2.5, 1:5, 1:10 및 1:20의 조건에서 추출효율을 검토하였다. 에탄올농도 (0, 25, 50, 75, 100%) 별로 시료를 추출하여 생강을 레오레진 성분의 추출수율, 총페놀성분 및 전자공여능을 측정하고, 추출시간별 (1~9 분) 추출특성도 살펴보았다. 아울러 원료의 입자크기가 추출효율 영향을 미칠 것으로 생각되어 건생강을 20~80 mesh로 분쇄하여 시료 5 g과 95% 에탄올 (50 mL) 및 50 W의 에너지 용량으로 5분간 추출실험을 실시하였다.

각 조건에서 얻어진 추출물의 울레오레진 수율은 식품공전법(19)에 준하여 추출물 일정량을 취하여 105°C에서 항량이 될 때까지 건조하여 추출액 조제에 사용된 원료량(건물량)에 대한 백분율로써 고휘분 수율(%)을 나타내었다. 생강 울레오레진 추출물의 페놀성 화합물은 Folin-Denis법(20)에 준하여 추출물 1 mL에 2배 희석한 Folin-ciocalteau 시약 1 mL를 가하여 혼합하고 3분 후 10% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1 mL를 넣어 진탕하였다. 시험액을 실온에서 1 시간 방치하여 발색을 시킨 다음 700 nm에서 흡광도를 측정하였으며, tannic acid를 표준물질로 하여 검량곡선에 의해 정량하였다. 또한 시료추출물의 전자공여능은  $\alpha, \alpha'$ -diphenyl- $\beta$ -picrylhydrazyl (DPPH)을 이용한 방법(21)으로 측정하였다. 즉, DPPH 시약 12 mg을 100 mL absolute ethanol에 용해한 후 증류수 100 mL를 가하고 50% ethanol용액을 blank로 하여 517 nm에서 DPPH 용액의 흡광도를 약 1.0으로 조정하였다. 이 용액 5 mL와 시료용액 1 mL를 혼합한 후 517 nm에서 흡광도의 변화를 측정하였으며, 이때 전자공여능은 시험구와 대조구의 흡광도 차이가 0.01일 때를 1 unit로 하여 나타내었다.

## 결과 및 고찰

### 추출용매의 극초단파 가열특성

극초단파를 이용하여 중국산 건생강으로부터 고품질 울레오레진을 추출하기 위한 기초실험을 수행하였다. 향신료의 울레오레진 추출에는 에틸알콜, 메틸알콜, 삼염화에틸렌, 아세톤, 이소프로필알콜, 염화메틸렌, 헥산 등의 단독 및 병용 사용이 허가되어 있다(22). 그러나 본 실험에서는 기초실험으로서 추출용매를 에탄올로 선택하여 시료의 유무와 에너지용량(50~250 W)에 따른 가열특성을 확인하였다(Fig. 1, 2). 즉, 50% 에탄올 (50 mL)에 대하여 건생강 분말(5 g, 60 mesh)의 존재여부에 따른 가열곡선을 50 W 에너지용량에서 측정해

보았다. Fig. 1과 같이 생강 분말을 함유한 용매는 용매 단독에 비해 온도상승이 완만하였고, 조사 6분 이후부터는 평형이 유지되었으나 시료를 함유하지 않은 용매구에서 다소 높은 온도를 나타내었다. 이는 시료 중에 함유된 수분의 영향으로 생각되며, 생강 분말의 경우에는 50 W power의 극초단파 에너지를 3~8 분 정도 조사하는 것이 필요한 것으로 나타났다. 그러나 동일 용매와 시료에 대하여 극초단파 에너지별 가열곡선을 작성하여 본 결과(Fig. 2), 에너지 용량이 증가할수록 비점에 도달하는 시간이 단축되었으나 200 W 이상의 과량의 고에너지 사용시에는 피조사체 용액의 돌비 현상이 나타나 적합하지 않은 것으로 판단되었다. 따라서 극초단파 공정에서는 권(3)의 보고와 같이 용매의 종류나 농도의 선택을 위하여 에너지 용량별 가열곡선의 사전검토가 필요하다고 하겠다.

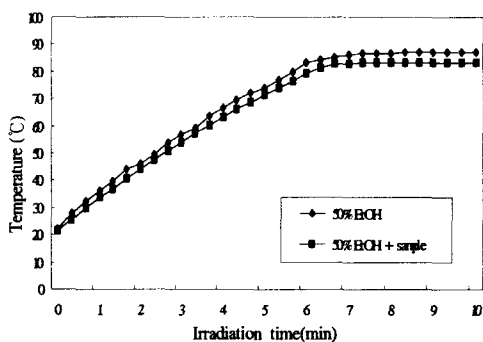


Fig. 1. Heating curves of 50% ethanol (50 mL) with and without 5 g of ginger powder at 50 W of microwave power.

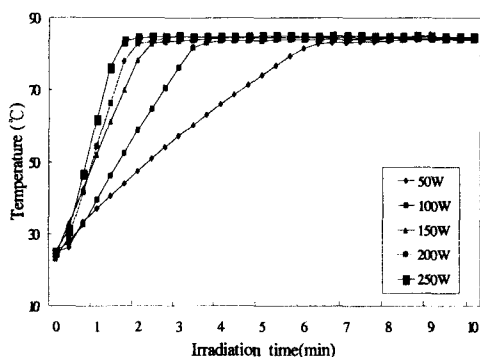


Fig. 2. Heating curves of 50% ethanol (50 mL) containing 5 g of ginger powder at different powers of microwave.

원료 입자크기 및 용매비에 따른 올레오레진 추출특성

극초단파를 이용한 건생강의 올레오레진 추출에서 시료의 입자크기가 추출효율에 미치는 영향을 알아보

기 위하여 생강시료의 입자를 20~80 mesh까지 구분하여 50 W power에서 5 분간 추출실험을 실시하였다. Table 1에 나타난 바와 같이 올레오레진 추출수율은 8.40~10.61% 범위였으며, 추출물의 전자공여능에 있어서는 60 mesh와 80 mesh에서 각각 39.8 unit와 39.9 unit로 유사하게 높은 값을 보였다. 또한 페놀 함량에서도 유사한 경향으로 60 mesh 이상에서는 완만한 증가경향을 나타내었다. 따라서 입자의 크기가 작을수록 성분의 추출율은 전반적으로 증가하나 60 mesh 이상에서는 변화가 완만하고, 작은 입자크기에서는 여과의 효율성에 어려움이 확인되었으므로 본 실험에서는 원료의 입자크기는 60 mesh 내외가 가장 적당한 것을 알 수 있었다(5,18).

Table 1. Effect of particle size on microwave-assisted extraction (MAE) for oleoresin yield, radical scavenging activity and total phenol of ginger powder<sup>1)</sup>

Mesh	Oleoresin yield (% d.b.)	Radical scavenging activity (unit)	Total phenolics (mg/g, d.b.)
20	8.40	29.9	1441
40	9.20	36.9	1643
60	10.42	39.8	1689
80	10.61	39.9	1712

<sup>1)</sup> MAE was performed for 5 min on a mixture composed of 5 g of sample and 50 mL of 95% ethanol.

Table 2. Effect of the ratio of sample to solvent ratio on microwave-assisted extraction (MAE) for oleoresin yield, radical scavenging activity and total phenol from ginger powder<sup>1)</sup>

Solvent ratio	Oleoresin yield (% d.b.)	Radical scavenging activity (unit)	Total phenolics (mg/g, d.b.)
1 : 20	10.52	25.4	1,886
1 : 10	9.20	36.7	1,772
1 : 5	9.12	55.8	1,754
1 : 2.5	8.43	68.3	1,681

<sup>1)</sup> MAE was performed for 5 min microwave power on a mixture composed of sample and 50 mL of 95% ethanol from 50 W.

건생강으로부터 올레오레진을 추출함에 있어서 시료와 용매비의 영향을 검토해 보았다. Table 2에 나타난 바와 같이 에탄올(95%)의 양을 50 mL로 고정하고 60 mesh로 분쇄한 시료를 일정 비율 (2.5 g, 5 g, 10 g, 20 g)로 혼합하여 50 W에서 5 분간 추출을 실시하였을 때, 시료에 대한 용매비가 클수록 올레오레진의 수율과 성분의 추출율이 높은 경향이 있었지만 1:20(2.5 g:50 mL)과 1:10의 결과를 비교하여 볼 때 시료대 용매비는 1:10(g:mL) 이하가 적당한 것으로 나타났다.

## 추출시간에 따른 올레오레진 추출특성

극초단파 추출공정에서 추출시간의 영향을 알아보기 위하여 95% 에탄올을 사용하여 1~9 분간 추출실험을 실시하였다. Fig. 3에 나타난 바와 같이 총페놀성분은 7분 내외의 추출로써 대부분의 추출이 가능하였고, 올레오레진의 함량은 추출시간에 비례하여 수율이 증가하는 것으로 나타났다. 그러나 7분 이상의 극초단파 처리는 생강 올레오레진의 전자공여능을 오히려 감소시키는 것으로 나타났는데, 이와 같은 결과는 당귀 유용성분의 극초단파 추출연구에서 1회에 5분 이상의 추출시간은 decursin의 추출량을 오히려 감소시켰다는 보고(18)와 일치하였다. 특히 단위 시간당 에너지 효율을 고려한다면 1회에 추출시간은 5분 이내가 효과적일 것으로 생각된다.

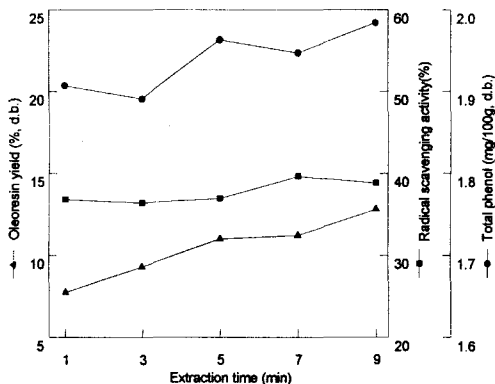


Fig. 3. Effect of extraction time on oleoresin yield, radical scavenging activity and total phenol content from ginger powder (5 g/50 mL 95% EtOH) in microwave-assisted extraction at 50 W power.

## 에탄올 농도에 따른 올레오레진 추출특성

극초단파를 이용하여 생강분말의 올레오레진을 추출함에 있어서 추출용매인 에탄올 농도별 수율을 비교해 보았다. Fig. 4에 나타난 바와 같이 50 W 에너지 용량에서 5분간 추출된 올레오레진 수율은 물(0% 에탄올) 추출에서 24.06%를 나타내었고, 에탄올 농도가 증가하면서 점차 수율이 감소되어 에탄올 농도 50%에서는 21.77%, 에탄올 농도 75%와 100%에서는 13.60%와 10.62%를 각각 나타내었다. 추출물의 전자공여능은 에탄올 농도 25% 범위에서 50.1 unit로 최고 값을 나타내었고, 에탄올 농도가 증가함에 따라 점차 전자공여능이 감소되는 것으로 나타났다. 또한 총페놀 함량은 에탄올 농도가 증가할수록 높아져 50% 이상의 에탄올에 의해 추출이 용이한 것으로 나타났다. 이상의 결과에서 볼 때 유용성분이 다량 함유된 올레오레진을 효과

적으로 추출하기 위해서는 에탄올 농도에 따른 최적 추출조건의 예측연구가 필요한 것으로 생각된다. 이 같은 결과는 Lee 등(6)의 microwave extraction system을 이용한 가용성 인삼성분의 추출에서 추출수율은 추출 온도와 추출시간에는 거의 영향을 받지 않고 주로 에탄올 농도에 의해 영향을 받는 것으로 나타나 본 연구의 결과를 잘 뒷받침해 주고 있다.

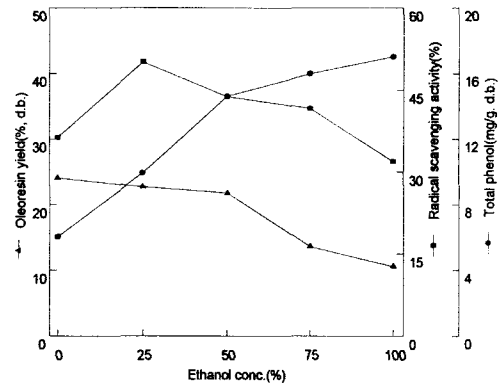


Fig. 4. Effect of ethanol concentration on oleoresin yield, radical scavenging activity and total phenol content from ginger powder (5 g/50 mL EtOH) in microwave-assisted extraction at 50 W power.

## 요약

중국산 건강강으로부터 올레오레진을 추출하고자 극초단파를 이용하여 몇 가지 기초실험을 실시하였다. 극초단파(2,450 MHz, 50 W) 추출에서 원료의 입자크기는 60 mesh 내외, 시료와 용매의 비는 1:10 (g/mL) 범위가 적당한 것으로 나타났다. 에탄올 가용성 고형분은 에탄올농도가 낮아수록 증가하였으나 추출물의 전자공여능은 에탄올을 25%에서 가장 높게 나타났고, 추출물의 총페놀 함량은 에탄올 농도 50% 이상에서 급속히 증가되었다. 건강강 올레오레진의 성분들은 추출시간에 따라 함량이 증가하였으나 7분 이상의 극초단파 처리는 효과적이지 않았다. 따라서 극초단파를 이용하여 건강으로부터 고품질의 올레오레진을 추출하기 위해서는 추출공정 중 에탄올 농도에 따른 추출특성과 최적화 연구가 필요하다고 생각된다.

## 감사의 글

본 논문은 농림기술개발사업에 의해 수행된 연구결

과의 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. 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.
3. 권중호 (1998) 마이크로웨이브 공정을 이용한 식품 및 천연물 성분의 고속추출. 식품과학과산업, 31(1), 43-55
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
5. 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
6. 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
7. 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(27), 329-335
8. Belanger, J.M.R., Belanger, A. and Pare, J.R.J. (1996) Microwave-Assisted Process (MAP) : Application to oleoresins of celery seeds and black pepper. Research Articles of Environmental Technical Centre, Environment Canada
9. Pare, J.R.J., Belanger, J.M.R. (1993) Microwave-assisted process (MAP) applications to the extraction of natural products. Proc. 28th Microwave Power Symposium, International Microwave Power Institute, Manassas, USA, p.126-135
10. Belanger, J.M.R. and Pare, J.R.J. (1994) Procède assiste par micro-ondes (MAPTM) : Application paprika. *Riv. Ital. EPPOS* 5, 126-135
11. Bureau, S., Razungles, A., Baumes, R. and Bayonove, C. (1996) Glycosylated flavor precursor extraction by microwaves from grape juice and grapes. *J. Food Sci.*, 61, 557-561
12. Glanzler, K., Salgo, A. and Valko, K. (1986) Microwave extraction, a novel sample preparation method for chromatography. *J. Chromatog.*, 371, 299-306
13. Akhtar, M.H., Croteau, L., Belanger, J.M.R. and Pare, J.R.J. (1994) High performance liquid chromatography determination following microwave-assisted extraction of 3-nitro-4-hydroxyphenylarsonic acid from swine liver, kidney and muscle. *J. Liquid Chromatog.*, 17, 2971-2981
14. Pare, J. R. J. (1995) Microwave-Assisted extraction from materials containing organic matter. US patent 5,458,897, 17 Oct.
15. Pare, J.R.J., Belanger, J.M.R. and Li, K. (1995) Microwave-assisted process (MAPTM) : Application to the headspace analysis of VOCs in water. *J. Microcol. Sep.*, 7, 37-40
16. Pare, J.R.J. (1996) Microwave-assisted generation of volatiles, of supercritical fluid and apparatus therefor. US Patent 5,519,947, 28 May 1996
17. Lopez-Avila, V., Young, R. and Teplitzky, N. (1996) Microwave-assisted extraction as an alternative to soxhlet, sonication and supercritical fluid extraction. *J. of AOAC International*, 79, 142-156
18. Lee, S.Y., Shin, S.R., Kim, K.S. and Kwon, J.H. (2000) Establishment of extrction condition for effective components from *Angelica gigas* Nakai using Microwave-Assisted Process. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.* 29(3), 442-447
19. 한국식품공업협회 (1999) 식품공전. 한국식품공업협회, p.705-706
20. Amerine, M.A. and Ough, C.S. (1980) Methods for analysis of musts and wine. Wily & Sons, New York, p.176-180
21. Blis, M.S. (1958) Antioxidant determinations by the use of a stale free radical. *Nature*, 181, 1199-1202
22. 한국식품공업협회 (1999) 식품첨가물공전. 한국식품공업협회, 문영사, 서울, p.805-819

(접수 2000년 5월 23일)