

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0052147

(43) 공개일자 2020년05월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01D 11/02 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B01D 11/0288 (2013.01)

B01D 11/0265 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-0135363

(22) 출원일자 2018년11월06일

심사청구일자 2018년11월06일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)

(72) 발명자

노경호

서울특별시 강남구 언주로 201 (도곡동, 에스케이리더스뷰) 904호

당위양

인천광역시 미추홀구 인하로 113-10 (용현동) 1층
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이원희

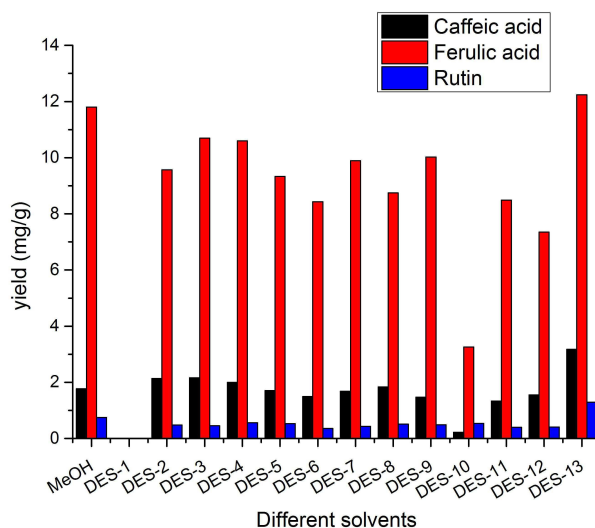
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 공융용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물 및 상기 추출용 조성물을 사용하여 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법

(57) 요약

공융용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물 및 상기 추출용 조성물을 사용하여 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법에 관한 것으로, 상기 조성물은 간단한 제조공정으로 쉽게 제조할 수 있으며, 반응과정에서 추가적인 유기용제를 사용할 필요가 없으며, 유기용매를 사용하지 않음에 따라, 독성물질 방출 및 부산물이 없어 환경오염 물질 배출이 적을 것으로 기대된다. 또한, 다양한 식물체로부터 유효성분을 우수한 순도 및 수율로 추출할 수 있다. 이에, 본 발명에 따른 공융용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 종래 유기용매의 추출용매를 대체하는 친환경적이고 경제적인 추출용매로 유용하게 사용될 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이계진

인천광역시 미추홀구 경인남길102번길 37 (용현동)
102호

안예나

인천광역시 연수구 청룡로30번길 25 (옥련동) 301
호

명세서

청구범위

청구항 1

물(water), 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG), 우레아(Urea), 락트산(lactic acid, LA), 글리세롤(glycerol, GL), 옥살산(oxalic acid, OA) 및 n-부틸 알콜(n-butyl alcohol, BA)으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD); 및

염화 콜린(choline chloride, ChCl), 베타인(betaine, BT), 테트라부틸암모늄 브로마이드(tetrabutylammonium bromide, TBAB) 및 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)의 혼합으로 구성되는 공융용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 유효성분은 카페인산(Caffeic acid), 페룰산(Ferulic acid), 루틴(Rutin), 클로로젠산(Chlorogenic acid) 및 글라브리딘(Glabridin)으로 이루어지는 폴리페놀 화합물로부터 선택되는 하나 이상인 것을 특징으로 하는 추출용 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD)는 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG)인 것을 특징으로 하는 추출용 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)는 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)인 것을 특징으로 하는 추출용 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 식물체는 오렌지 껍질(Orange peel), 녹차(Green tea), 인진호(Herba Artemisiae Scopariae), 단삼(Salvia miltiorrhiza Bge), 은행나무(Ginkgo biloba L.), 인동 덩굴(Lonicera japonica), 회향(Fennel seed), 바닷말(seaweed) 및 민감초(Liquorice)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 어느하나인 것을 특징으로 하는 추출용 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA) 1몰농도(Molar)에 대하여 수소결합공여체(Hydrogen bond

donor, HBD)를 1 내지 4몰농도로 포함하는 것을 특징으로 하는 추출용 조성물.

청구항 7

식물체를 준비하는 단계(단계 1); 및

제1항의 추출용 조성물, 상기 단계 1에서 준비된 식물체를 혼합하여 유효성분을 추출하는 단계를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 식물체는 오렌지 껍질(Orange peel), 녹차(Green tea), 인진호(Herba Artemisiae Scopariae), 단삼(Salvia miltiorrhiza Bge), 은행나무(Ginkgo biloba L.), 인동 덩굴(Lonicera japonica), 회향(Fennel seed), 바닷말(seaweed) 및 민감초(Liquorice)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 어느하나인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 유효성분은 카페인산(Caffeic acid), 페룰산(Ferulic acid), 루틴(Rutin), 클로로젠산(Chlorogenic acid) 및 글라브리딘(Glabridin)으로 이루어지는 폴리페놀 화합물로부터 선택되는 하나 이상인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10

제7항에 있어서,

상기 단계 2의 추출은 초음파 처리(Ultra sonic), 디핑(Dipping) 및 환류(Reflux)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1 종의 방법을 통해 수행되는 것을 특징으로 하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 공융용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물 및 상기 추출용 조성물을 사용하여 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 폴리페놀(Polyphenols)은 식물, 특히 자연식물의 자연 산화 방지제이며 신체의 활성산소 금속 이온의 친산화 금속 킬레이트화뿐만 아니라 항산화 효소 활성화, 항산화 효소 활성화제 때문에 인간의 건강에 중요한 역할을 한다. 상기와 같은 이유로, 폴리페놀을 가진 부산물과 폐기물의 이용에 관한 많은 연구가 이루어졌다. 연구는 대체로 효과적이고 비용 효율적인 다운스트림 공정의 개발에 초점이 맞춰졌으며, 이 공정은 식품, 식품 보충제, 화장품 및 의약품 제조에 사용되는 관점에서 추출물 또는 추출물의 정제에 기초하여 상품을 생산하는 것을 목표로 하는 것이 대다수이다.

[0005] 구체적으로, 자연 식물에서 폴리페놀 화합물을 회수하기 위한 기존의 추출 기법은 보통 에탄올, 메탄올 또는 아

세톤 용액과 같은 휘발성 유기 화합물(VOCs)을 추출용매로 사용하는 고-액 추출(leaching)이 주를 이룬다. 그러나, VOC 용제는 독성, 높은 변동성 및 비-재생성 특성으로 인해 소비자나 환경에 유리하지 않으며, REACH를 포함한 국제법에서는 이러한 용도의 사용을 엄격하게 규제하고 있다.

[0007] 따라서, 환경 영향을 줄이기 위한 대체 녹색 용제를 찾는 동시에, 식품 폐기물 자재를 상업적 가치를 지닌 천연 폴리페놀 산화 방지제의 생산을 포함한 가치 있는 제품으로 업그레이드하기 위한 다운스트림 공정의 효율성을 개선해야 할 필요성이 증가하고 있다.

[0009] 한편, 높은 용융점을 가진 고체물질과 혼합하여 형성된 새로운 유형의 용제로서, 자연 재료와 재생 가능한 시동 재료로 구성된 "공용 용매(Deep Eutectic Solvents)"라는 새로운 용매 시스템이 개발되었으며(Chem. Commun., 2003,0, 70-71), 상기 공용용매는 일반적으로 수소결합공여체(hydrogen bond donor, HBD)와 수소결합수용체(hydrogen bond acceptor, HBA)의 혼합으로 이루어져 있으며, 상기 HBD 및 HBA 조합에 따라 공용용매의 화학적 특성, 물리적 특성이 결정된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) 대한민국공개특허 1020150070610

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 일 목적은 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 제공하는 것이다.

[0014] 본 발명의 다른 목적은 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0017] 본 발명의 일 측면에 따라, 물(water), 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG), 우레아(Urea), 락트산(lactic acid, LA), 글리세롤(glycerol, GL), 옥살산(oxalic acid, OA) 및 n-부틸 알콜(n-butyl alcohol, BA)으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD); 및

[0018] 염화 콜린(choline chloride, ChCl), 베타인(betaine, BT), 테트라부틸암모늄 브로마이드(tetrabutylammonium bromide, TBAB) 및 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)의 혼합으로 구성되는 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물이 제공된다.

[0020] 본 발명의 다른 측면에 따라,

[0021] 식물체를 준비하는 단계(단계 1); 및

[0022] 상기 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물, 상기 단계 1에서 준비된 식물체를 혼합하여 유효성분을 추출하는 단계를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법이 제공된다.

발명의 효과

- [0024] 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 간단한 제조공정으로 쉽게 제조할 수 있으며, 반응과정에서 추가적인 유기용제를 사용할 필요가 없으며, 유기용매를 사용하지 않음에 따라, 독성물질 방출 및 부산물이 없어 환경오염 물질 배출이 적을 것으로 기대된다. 또한, 다양한 식물체로부터 유효성분을 우수한 순도 및 수율로 추출할 수 있다. 이에, 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 종래 유기용매의 추출용매를 대체하는 친환경적이고 경제적인 추출용매로 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0026] 도 1은 본 발명 실시예1-13의 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 사용하여 오렌지 껍질(Orange peel)로부터 카페인산, 페룰산 및 루틴을 추출한 결과를 나타낸 것이다. (DES-1: 실시예 1, DES-2: 실시예 2, DES-3: 실시예 3, DES-4: 실시예 4, DES-5: 실시예 5, DES-6: 실시예 6, DES-7: 실시예 7, DES-8: 실시예 8, DES-9: 실시예 9, DES-10: 실시예 10, DES-11: 실시예 11, DES-12: 실시예 12, DES-13: 실시예 13, MeOH: 비교예 1)

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0027] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0029] 본 발명의 일 측면은,
- [0030] 물(water), 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG), 우레아(Urea), 락트산(lactic acid, LA), 글리세롤(glycerol, GL), 옥살산(oxalic acid, OA) 및 n-부틸 알콜(n-butyl alcohol, BA)으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD); 및
- [0031] 염화 콜린(choline chloride, ChCl), 베타인(betaine, BT), 테트라부틸암모늄 브로마이드(tetrabutylammonium bromide, TBAB) 및 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)의 혼합으로 구성되는 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 제공한다.
- [0033] 상기 식물체는 특히 한정되는 것은 아니나, 상기 식물체는 오렌지 껍질(Orange peel), 녹차(Green tea), 인진호(Herba Artemisiae Scopariae), 단삼(Salvia miltiorrhiza Bge), 은행나무(Ginkgo biloba L.), 인동 덩굴(Lonicera japonica), 회향(Fennel seed), 바닷말(seaweed) 및 민감초(Liquorice)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 어느하나일 수 있다.
- [0035] 상기 유효성분은 식물체에 함유된 것으로, 특정한 효과, 예를들어, 항산화효과, 미백효과, 염증치료 효과 등의 효과를 나타내는 성분을 의미하며, 상기 유효성분은 카페인산(Caffeic acid), 페룰산(Ferulic acid), 루틴(Rutin), 클로로젠산(Chlorogenic acid) 및 글라브리딘(Glabridin)으로 이루어지는 폴리페놀 화합물로부터 선택되는 하나 이상일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0037] 상기 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD)는 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG)일 수 있다.
- [0038] 상기 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)는 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)일 수 있다.
- [0039] 상기 조성물에서, 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA) 1몰농도(Molar)에 대하여 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD)를 1 내지 4몰농도로 포함할 수 있다.

- [0041] 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA) 1몰농도(Molar)에 대하여 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD)를 1몰농도 미만으로 포함할 경우, 녹는점이 실온보다 높고, 점성이 높아지는 문제가 발생할 수 있고, 4몰농도 초과로 포함할 경우, 추출용매로 사용시에 추출효율이 감소하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0043] 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 간단한 제조공정으로 쉽게 제조할 수 있으며, 반응과정에서 추가적인 유기용제를 사용할 필요가 없으며, 유기용매를 사용하지 않음에 따라, 독성물질 방출 및 부산물이 없어 환경오염 물질 배출이 적을 것으로 기대된다. 또한, 다양한 식물체로부터 유효성분을 우수한 순도 및 수율로 추출할 수 있다(실험예 1 및 2 참조).
- [0044] 이에, 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 종래 유기용매의 추출용매를 대체하는 친환경적이고 경제적인 추출용매로 유용하게 사용될 수 있다.
- [0046] 상기 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은,
- [0047] 물(water), 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG), 우레아(Urea), 락트산(lactic acid, LA), 글리세롤(glycerol, GL), 옥살산(oxalic acid, OA) 및 n-부틸 알콜(n-butyl alcohol, BA)으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD); 및 염화 콜린(choline chloride, ChCl), 베타인(betaine, BT), 테트라부틸암모늄 브로마이드(tetrabutylammonium bromide, TBAB) 및 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA)를 혼합하는 단계(단계 1);
- [0048] 단계 1의 혼합물을 가열하는 단계(단계2); 및
- [0049] 단계 2의 가열된 혼합물을 건조시키는 단계(단계 3);을 포함하는 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 제조방법을 통해 제조할 수 있다.
- [0051] 이하, 상기 제조방법을 상세히 설명한다.
- [0053] 본 발명의 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1은 수소결합공여체와 수소결합수용체를 혼합하는 단계이다. 이때, 상기 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor, HBA) 1몰농도(Molar)에 대하여 수소결합공여체(Hydrogen bond donor, HBD)를 1 내지 4몰농도로 사용할 수 있다.
- [0056] 본 발명의 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 제조방법에 있어서, 상기 단계 2는 단계 1의 혼합물을 가열하는 단계이다.
- [0057] 상기 단계 2의 가열은 60° C 내지 120° C에서 수행할 수 있고, 80° C에서 수행할 수 있다.
- [0058] 또한, 상기 단계 2의 가열은 0.5 내지 2시간동안 수행할 수 있다.
- [0060] 본 발명의 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 제조방법에 있어서, 상기 단계 3은 단계 2의 가열된 혼합물을 건조하는 단계이다. 상기 건조는 오븐을 사용하여 수행할 수 있으며, 80° C 내지 120° C에서 수행할 수 있고, 80° C에서 수행할 수 있다.
- [0061] 또한, 상기 단계 3의 건조는 12시간동안 수행할 수 있다.
- [0063] 상기 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 제조방법의 구체적인 실시방법은 하기 실시예 1-

14와 유사한 절차를 수행하여 진행할 수 있으나, 이는 일례일 뿐, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0065] 본 발명의 다른 측면은,

[0066] 식물체를 준비하는 단계(단계 1); 및

[0067] 상기 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물, 상기 단계 1에서 준비된 식물체를 혼합하여 유효성분을 추출하는 단계를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하는 방법을 제공한다.

[0068] 이때, 상기 단계 2의 추출은 용액을 사용하여 추출할 수 있는 방법이면 제한되지 않고 사용할 수 있으나, 초음파 처리(Ultra sonic), 디핑(Dipping) 및 환류(Reflux) 등의 방법을 사용하여 추출할 수 있다.

[0070] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 상세히 설명한다.

[0071] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 한정되는 것은 아니다.

[0073] <실시예 1> 공용용매의 제조(DES-1)

[0074] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 12.4 g(0.2 mol)과 물 1.8 g (0.1 mol)을 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)과 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간 동안 건조시켜 공용용매 DES-1를 제조하였다.

[0076] <실시예 2> 공용용매의 제조(DES-2)

[0077] 락트산(lactic acid, LA) 18 g(0.2 mol)과 물 1.8 g (0.1 mol)을 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)과 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-2를 제조하였다.

[0079] <실시예 3> 공용용매의 제조(DES-3)

[0080] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 24.8 g (0.4 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-3를 제조하였다.

[0082] <실시예 4> 공용용매의 제조(DES-4)

[0083] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 18.6 g (0.3 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-4를 제조하였다.

[0085] <실시예 5> 공용용매의 제조(DES-5)

[0086] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 12.4 g (0.2 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용

용매 DES-5를 제조하였다.

[0088] <실시예 6> 공용용매의 제조(DES-6)

[0089] 락트산(lactic acid, LA) 18 g (0.2 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 물질이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-6를 제조하였다.

[0091] <실시예 7> 공용용매의 제조(DES-7)

[0092] 옥살산(oxalic acid, OA) 18 g (0.2 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-7를 제조하였다.

[0094] <실시예 8> 공용용매의 제조(DES-8)

[0095] 락트산(lactic acid, LA) 18.4 g (0.2 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-8를 제조하였다.

[0097] <실시예 9> 공용용매의 제조(DES-9)

[0098] n-부틸 알콜(n-butyl alcohol, BA) 14.8 g (0.2 mol)과 염화 콜린(choline chloride, ChCl) 14.00 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-9를 제조하였다.

[0100] <실시예 10> 공용용매의 제조(DES-10)

[0101] 락트산(lactic acid, LA) 18.4 g (0.2 mol)과 베타인(betaine, BT) 11.7 g (0.1 mol)과 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-10를 제조하였다.

[0103] <실시예 11> 공용용매의 제조(DES-11)

[0104] 락트산(lactic acid, LA) 18.4 g (0.2 mol)과 테트라부틸암모늄 브로마이드(tetrabutylammonium bromide, TBAB) 32.2 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-11를 제조하였다.

[0106] <실시예 12> 공용용매의 제조(DES-12)

[0107] 락트산(lactic acid, LA) 18.4 g (0.2 mol)과 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC) 10.9 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-12를 제조하였다.

[0109] <실시예 13> 공용용매의 제조(DES-13)

[0110] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 12.4 g (0.2 mol)과 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC) 10.9 g (0.1 mol)을 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기 위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시키면 공용용매 DES-13를 제조하였다.

[0112] <실시예 14> 공용용매의 제조(DES-14)

[0113] 에틸렌 글리콜(ethylene glycol, EG) 12.4 g(0.2 mol)과 우레아(Urea) 6 g (0.1 mol) 테트라메틸암모늄 클로라이드(tetramethylammonium chloride, TMAC) 10.9 g (0.1 mol)과 함께 혼합하고 80 ° C로 가열하여 물질이 완전히 용해될 때까지 1시간 동안 유지하면 무색 투명한 액체가 생성된다. 반응이 완전히 끝난 이후, 점도있는 액체를 얻기 위해 80° C 오븐에서 12시간동안 건조시켜 공용용매 DES-14를 제조하였다.

[0115] 상기 실시예 1, 2 및 14에서 제조한 3원 공용용매(Ternary deep eutectic solvent)의 조성을 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

실시예	HBA	HBD 1	HBD 2	Molar/ratio (HBA/HBD1/HBD2)
1	ChCl	EG	Water	1/2/1
2	ChCl	EG	LA	1/2/1
14	TMAC	EG	Urea	1/2/1

[0117] 상기 표에서, HBA는 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor)이고, HBD는 수소결합공여체(Hydrogen bond donor)이다.

[0119] 상기 실시예 3-13에서 제조한 2원 공용용매(Binary deep eutectic solvent)의 조성을 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

실시예	HBA	HBD	Molar/ratio (HBA/HBD)
3	ChCl	EG	1/4
4	ChCl	EG	1/3
5	ChCl	EG	1/2
6	ChCl	LA	1/2
7	ChCl	OA	1/2
8	ChCl	GL	1/2
9	ChCl	BA	1/2
10	BT	LA	1/2
11	TBAB	LA	1/2
12	TMAC	LA	1/1
13	TMAC	EG	1/2

[0121] 상기 표에서, HBA는 수소결합수용체(Hydrogen bond acceptor)이고, HBD는 수소결합공여체(Hydrogen bond donor)이다.

[0123] 하기 표 3은 하기 실험예에서 사용된 식물체 및 각 식물체로부터 추출한 유효성분을 정리한 것이다.

표 3

식물체	추출 유효성분
오렌지 껍질(Orange peel)	<항산화물질> 카페인산(Caffeic acid) 페룰산(Ferulic acid) 루틴(Rutin) 클로로겐산(Chlorogenic acid)
녹차(Green tea) 잎	
인진호(Herba Artemisiae Scopariae) 잎	
단삼(Salvia miltiorrhiza Bge) 뿌리	
은행나무(Ginkgo biloba L.) 잎	
인동 덩굴(Lonicera japonica) 줄기	
회향(Fennel seed) 씨	
바닷말(seaweed) 잎	
민감초(Liquorice) 뿌리	<미백물질> 글라브리딘(Glabridin)

[0126] <실험예 1> 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 사용한 오렌지 껍질로부터 유효성분의 추출

[0127] 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물의 추출효율을 알아보기 위하여, 실시예 1-14의 조성물을 사용하여 다양한 식물체로부터 유효성분을 추출하였다. 비교예로서, 유기용매인 메탄올을 사용하여 동일한 실험을 수행하였다.

[0129] 구체적인 추출방법은 다음과 같다.

[0130] 식물체(녹차잎, 인진호잎, 단삼뿌리, 은행나무잎, 인동 덩굴 줄기, 회향 씨, 바닷말잎, 민감초뿌리) 0.1g과 실시예 1-13의 공용용매 1ml 를 40 ° C, 20rpm에서 30분간 혼합한후 만들어진 혼합물을 filter 0.45(μm)를 부착한 주사기에 넣고 추출물질을 추출한다.

[0132] 실시예 1-13의 조성물을 추출용매로 사용하여 오렌지 껍질로부터 카페인산, 페룰산 및 루틴을 추출하여, 추출율을 정리하여 도 1에 나타내었다.

[0134] 도 1에 나타난 바와 같이,

[0135] 본 발명의 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 추출용매로 사용하여, 오렌지 껍질로부터 카페인산, 페룰산 및 루틴을 추출할 수 있음을 알 수 있다. 특히, 실시예 13의 조성물은 실시예 중에서 가장 우수한 추출효율을 나타내며, 추출용매로 널리 사용되고 있는 유기용매인 메탄올보다 현저히 우수한 유효성분 추출량을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0137] 추출 유효성분 관점에서,

[0138] 페룰산은, 실시예 3, 4, 7, 9 및 13의 조성물을 추출용매로 사용할 경우, 10 mg/g이상으로 추출용매로 널리 사용되고 있는 유기용매인 메탄올과 유사한 추출량을 나타냄을 알 수 있으며, 특히, 실시예 13을 사용할 경우, 메탄올보다 높은 추출량을 나타내어, 페룰산의 추출효율이 더 우수함을 알 수 있다.

[0139] 카페인산은, 실시예 2, 3, 4, 8 및 13의 조성물을 추출용매로 사용할 경우, 메탄올보다 높은 추출량을 나타내며, 특히, 실시예 13을 사용할 경우, 메탄올보다 약 1.5배 이상 높은 추출량을 나타내어, 카페인산의 추출효율이 현저하게 우수함을 알 수 있다.

[0140] 루틴은, 실시예 13을 사용할 경우, 메탄올보다 약 1.5배 이상 높은 추출량을 나타내어, 루틴의 추출효율이 현저

하게 우수함을 알 수 있다.

<실험예 2> 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물을 사용한 다양한 식물체로부터 유효성분의 추출

도 1의 결과에서, 카페인산, 페룰산 및 루틴에 전체 대하여 가장 높은 추출효과를 나타내는 추출용매인 실시예 13의 조성물을 사용하여, 오렌지 껍질, 녹차, 인진호, 단삼, 은행나무, 인동 덩굴 및 회향에서 카페인산, 페룰산 및 루틴을 추출하였으며, 실시예 13을 사용한 추출 수율 및 메탄올을 사용하여 추출한 추출수율을 구체적인 수치로 비교하여 하기 표 4에 나타내었다.

또한, 실시예 13을 추출용매로 사용하여 다양한 식물체로부터 클로로젠산을 추출하였으며, 실시예 13을 사용한 추출 수율 및 에탄올을 사용하여 추출한 추출수율을 구체적인 수치로 비교하여 하기 표 5에 나타내었다.

또한, 실시예 13 및 14를 추출용매로 사용하여 민감초로부터 글라브리딘을 추출하였으며, 실시예 13 및 14을 사용한 추출 수율 및 에탄올을 사용하여 추출한 추출수율을 구체적인 수치로 비교하여 하기 표 6에 나타내었다.

각 실험의 구체적인 실험 방법은 상기 실험예 1과 동일하게 수행하였다.

표 4

	추출 수율 (mg/g)					
	카페인산		페룰산		루틴	
식물체	MeOH	실시예 13	MeOH	실시예 13	MeOH	실시예 13
오렌지 껍질	1.77	3.18	11.8	12.24	0.75	1.29
녹차	0.26	0.48	0.24	0.59	0.63	1.50
인진호	0.25	0.46	0.39	0.47	0.25	0.48
단삼	0.17	0.28	0.41	0.84	0.56	0.62
은행나무	1.15	1.89	0.75	1.08	1.12	1.53
바닷말	0	0	0.55	0.86	0	0
인동 덩굴	0.22	0.41	0.26	0.61	0.47	0.69
회향	0.12	0.15	0	0	0.13	0.18

상기 표 4에 나타난 바와 같이,

본 발명의 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 식물체의 종류에 관계없이, 유효성분을 추출할 수 있음을 알 수 있다. 또한, 추출용매로 널리 사용되고 있는 유기용매인 메탄올보다 현저히 우수한 유효성분 추출량을 나타내는 것을 알 수 있다.

표 5

식물체	클로로젠산 추출수율 (mg/g)	
	EtOH	실시예 13
녹차	0.092	0.17
인진호	0.49	2.20
은행나무	0.13	0.15
인동 덩굴	0.085	0.099
민감초	0.88	4.3
회향	0.11	0.23

오렌지 껍질	0.13	0.49
--------	------	------

[0158] 상기 표 5에 나타난 바와 같이,

[0159] 본 발명의 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 식물체의 종류에 관계없이, 유효성분을 추출할 수 있음을 알 수 있다. 또한, 추출용매로 널리 사용되고 있는 유기용매인 에탄올보다 현저히 우수한 유효성분 추출량을 나타내는 것을 알 수 있다.

표 6

식물체	추출수율 글라브리딘 (mg/g)		
	EtOH	실시예 13	실시예 14
민감초	0.10	0.063	0.10

[0162] 상기 표 6에 나타난 바와 같이,

[0163] 본 발명의 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 민감초로부터 미백물질로 잘 알려진 유효성분인 글라브리딘을 추출할 수 있음을 알 수 있다. 특히, 실시예 13의 경우, 추출용매로 널리 사용되고 있는 유기용매인 에탄올보다 현저히 우수한 유효성분 추출량을 나타내는 것을 알 수 있다.

[0165] 상술한 바와 같이,

[0166] 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 간단한 제조공정으로 쉽게 제조할 수 있으며, 반응과정에서 추가적인 유기용제를 사용할 필요가 없으며, 유기용매를 사용하지 않음에 따라, 독성물질 방출 및 부산물이 없어 환경오염 물질 배출이 적을 것으로 기대된다. 또한, 다양한 식물체로부터 유효성분을 우수한 순도 및 수율로 추출할 수 있다.

[0167] 이에, 본 발명에 따른 공용용매를 포함하는 식물체로부터 유효성분을 추출하기 위한 추출용 조성물은 종래 유기용매의 추출용매를 대체하는 친환경적이고 경제적인 추출용매로 유용하게 사용될 수 있다.

도면

도면1

