



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년04월17일
(11) 등록번호 10-1384623
(24) 등록일자 2014년04월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A23L 3/3472 (2006.01) A23L 1/337 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0000697
(22) 출원일자 2013년01월03일
심사청구일자 2013년01월03일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020060133122 A
JP2010006783 A
KR1020100077964 A
KR1020090020053 A

(73) 특허권자
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 신선로 365 (용당동,
부경대학교)
(72) 발명자
전병수
부산광역시 해운대구 반여로 67, 111동 505호(반
여동, 해운대메가센텀 한화 꿈에그린아파트
이주희
부산 북구 만덕대로155번길 42, 나동 303호 (덕천
동, 일동파크맨션)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
최한수

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 하혜경

(54) 발명의 명칭 **해조류 건조 분말을 이용하여 AITC를 함유하는 항균 소재를 제조하는 방법**

(57) 요약

본 발명은 해조류를 이용하여 항균 소재를 제조하는 방법에 관한 것으로서, 특히 해조류를 건조하여 파쇄하는 단계와; 해조류 분말을 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 투입하여, 해조류 분말과 초임계 또는 아임계 이산화탄소 상호 간의 접촉 반응을 이용하여 해조류 분말로부터 지질 성분을 추출하는 단계와; 지질 성분을 포함하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 지질 성분이 제거된 해조류 분말을 회수하는 단계와; 회수한 해조류 분말을 AITC 용액과 혼합하는 단계와; 여과 과정을 거쳐 AITC가 도포된 해조류 분말을 수득하는 단계를; 포함하여 이루어지는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC를 함유하는 항균 소재를 제조하는 방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

에비 아메리아 시아한

부산 남구 용소로 45, A동 1404호 (대연동, 부경대
학교대연캠퍼스)

우희철

부산광역시 남구 분포로 111, 133동 406호(용호동,
LG메트로시티)

특허청구의 범위

청구항 1

해조류를 건조하여 파쇄하는 단계와;

해조류 분말을 추출기 내부에 채우는 단계와;

초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 투입하여, 해조류 분말과 초임계 또는 아임계 이산화탄소 상호 간의 접촉 반응을 이용하여 해조류 분말로부터 지질 성분을 추출하는 단계와;

지질 성분을 포함하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와;

지질 성분이 제거된 해조류 분말을 회수하는 단계와;

회수한 해조류 분말을 AITC(Allylisothiocyanate) 용액과 혼합하는 단계와;

여과 과정을 거쳐 AITC(Allylisothiocyanate)가 도포된 해조류 분말을 수득하는 단계를;

포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC(Allylisothiocyanate)를 함유하는 향균 소재를 제조하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 이산화탄소는 20 내지 30 MPa 범위 내로 가압한 다음, 40 내지 60℃ 범위 내에서 가열하여 생성되는 것을 특징으로 하는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC(Allylisothiocyanate)를 함유하는 향균 소재를 제조하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 해조류 분말과 AITC(Allylisothiocyanate) 용액은 1:2 중량비로 혼합되는 것을 특징으로 하는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC(Allylisothiocyanate)를 함유하는 향균 소재를 제조하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 해조류는 다시마, 미역, 모자반, 톳 중에서 선택되는 어느 하나로 이루어지는 것을 특징으로 하는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC(Allylisothiocyanate)를 함유하는 향균 소재를 제조하는 방법.

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 해조류를 이용하여 향균 소재를 제조하는 방법에 관한 것으로서, 특히 해조류를 건조하여 파쇄하는 단계와; 해조류 분말을 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 투입하여, 해조류 분말과 초임계 또는 아임계 이산화탄소 상호 간의 접촉 반응을 이용하여 해조류 분말로부터 지질 성분을 추출하는 단계와; 지질 성분을 포함하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 지질 성분이 제거된 해조류 분말을 회수하는 단계와; 회수한 해조류 분말을 AITC 용액과 혼합하는 단계와; 여과 과정을 거쳐 AITC가 도포된 해조류 분말을 수득하는 단계를; 포함하여 이루어지는 해조류 건조 분말을 이용하여 AITC를 함유하는 향균 소재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

고추냉이의 뿌리를 갈아서 짓이길 때 가수 분해 효소인 미로시나제(Myrosinase)의 작용으로 배당체인 시니그린

(Sinigrin)이 분해되어 생성되는 AITC(Allylisothiocyanate 또는 이소티오시안산 알릴)는 낮은 농도에서도 다양한 병원균을 저해시키는 성분을 포함하는 휘발성 물질로 향균 효과가 매우 뛰어난 것으로 알려져 있다.

[0003] 이러한 AITC는 고추냉이 뿐 아니라 갯이나 무 등의 매운맛 성분에도 포함되어 있는데 고추의 매운맛과 달리 휘발성이 크고 분해가 빨라 매운맛이 쉽게 소실되며 물에 대한 용해도가 낮은 특징이 있다. 이 때문에 AITC의 향균 기능을 적절하게 이용하기 위해서는 잠재적인 물질을 통해 AITC 분자를 물리적으로 포집하여 이러한 한계를 극복할 수 있어야 한다.

[0004] 이를 위하여, 근자 AITC를 함유하고 있는 고추냉이 추출물을 환상올리고당이라는 사이클로 텍스트린으로 감싸거나, 또는 AITC를 함유하고 있는 고추냉이 추출물에 글리세린 지방산 에스테르와 같은 계면활성제와 물을 혼합하여 수중유형 제제화된 향미생물성 조성물을 제조하는 방법이 제안되고 있다. 이들 각 방법은 AITC 성분을 용이하게 포집하거나 또는 휘발을 최대한 억제함에 그 목적을 두고 있으나 이를 구현하기 위해서는 다양한 중간 물질이 필요할 뿐 아니라 그 과정이 매우 복잡한 단점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2003-0031910호, 대한민국 공개특허 제2011-0024135호, 일본 공개특허 특개평06-192018호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 제안된 것으로서, 본 발명의 목적은 광범위한 식품에 적용할 수 있는 AITC를 함유하는 향균 소재를 친환경적으로 제조할 수 있는 방법을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명은 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 해조류를 건조하여 파쇄하는 단계와; 해조류 분말을 추출기 내부에 채우는 단계와; 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 내부로 투입하여, 해조류 분말과 초임계 또는 아임계 이산화탄소 상호 간의 접촉 반응을 이용하여 해조류 분말로부터 지질 성분을 추출하는 단계와; 지질 성분을 포함하는 초임계 또는 아임계 이산화탄소를 추출기 외부로 배출시키는 단계와; 지질 성분이 제거된 해조류 분말을 회수하는 단계와; 회수한 해조류 분말을 AITC 용액과 혼합하는 단계와; 여과 과정을 거쳐 AITC가 도포된 해조류 분말을 수득하는 단계들; 포함하여 이루어지는 것을 그 기술적 특징으로 한다.

[0008] 상기 이산화탄소는 20 내지 30 MPa 범위 내로 가압한 다음, 40 내지 60℃ 범위 내에서 가열하여 생성되는 것이 바람직하다.

[0009] 상기 해조류 분말과 AITC 용액은 1:2 중량비로 혼합될 수 있다.

[0010] 상기 해조류는 다시마, 미역, 모자반, 톳 중에서 선택되는 어느 하나로 이루어질 수 있다.

발명의 효과

[0011] 본 발명은 손쉽게 구할 수 있는 해조류를 이용하여 AITC를 함유하고 있는 소재를 제조한다는 점에서 매우 종전 방법에 비해 매우 경제적이며, 해조류에 함유되어 있는 지질 성분을 이산화탄소를 이용하여 제거한다는 점에서 인체에 무해하고 친환경적이라는 장점이 있다.

[0012] 또한, 본 발명은 해조류 분말의 다공 조직에 AITC를 흡착시켜 일체화하는 방법을 제공한다는 점에서 AITC 성분이 가지는 향균 효과를 극대화할 수 있는 소재를 용이하게 구현할 수 있도록 해준다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 본 발명의 실시를 위한 개략적인 흐름도.

도 2는 본 발명에 있어서 해조류에 함유되어 있는 지질을 제거하기 위한 개략적인 장치 구성도.

도 3a 및 도 3b 각각은 지질이 제거되지 않은 해조류 시료와 지질이 제거된 해조류 시료의 표면을 측정된 SEM 사진.

도 4a 및 도 4b 각각은 AITC standard 가스 크로마토그램 및 지질이 제거된 해조류 시료의 가스 크로마토그램.

도 5는 Escherichia coli에 대한 AITC의 치사 효과를 보여주는 그래프.

도 6은 Salmonella typhimurium에 대한 AITC의 치사 효과를 보여주는 그래프.

도 7은 Bacillus cereus에 대한 AITC의 치사 효과를 나타낸 그래프.

도 8은 Staphylococcus aureus에 대한 AITC의 치사 효과를 나타내는 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 본 발명에 따른 바람직한 실시 예들을 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 살펴본다. 본 발명의 실시 예들을 설명함에 있어 본 발명의 기술적 특징과 직접적인 관련성이 없거나, 또는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 자명한 사항에 대해서는 그 상세한 설명을 생략하기로 한다.
- [0015] 도 1에 개시된 것과 같이 본 발명은 기본적으로, 해조류를 건조하여 파쇄하는 단계와, 해조류에 함유되어 있는 지질 성분을 제거하는 단계와, 지질 성분이 제거된 해조류 분말을 AITC 용액과 혼합하는 단계와, 혼합물에서 해조류 분말을 여과하는 단계를 포함하여 이루어지는 특징이 있다. 이를 상세하게 살펴본다.
- [0016] 먼저, 해조류를 준비하여 건조한 다음에 파쇄하여 분말로 만든다. 건조 방법과 건조 정도, 그리고 분말의 정도는 일률적으로 정해지는 것이 아니라, 해조류의 종류와 투입되는 해조류의 양에 따라 적절하게 변경 적용될 수 있음은 자명하다. 해조류는 다시마, 미역, 모자반, 톳 중의 어느 하나가 될 수 있다. 다만, 이는 단지 하나의 예시일 뿐 해조류로 구분되는 것이면 무방하다.
- [0017] 해조류 분말이 준비되면, 해조류에 함유되어 있는 지질 성분을 제거한다. 본 발명은 해조류 분말로부터 지질 성분을 제거함에 있어 도 2에 개시되어 있는 것과 같은 장치를 이용하는 방법을 제안한다. 이 방법은 초임계 상태의 이산화탄소를 이용하는 것으로서 보다 구체적으로 살펴본다.
- [0018] 준비된 해조류 분말을 추출기(50) 내부에 채워 넣는다. 상기 추출기(50)는 후술할 초임계 이산화탄소와 해조류 분말이 상호 간에 원활하게 접촉하는 공간이다. 추출기의 용량은 다양하게 변경될 수 있다.
- [0019] 해조류 분말의 적당 양이 추출기(50) 내부에 채워지면, 초임계 아임계 이산화탄소를 해조류 분말이 담겨져 있는 추출기(50) 내부로 주입한다. 상기 초임계 이산화탄소는 20 내지 30 MPa 범위 내로 가압한 다음, 40 내지 60℃ 범위 내에서 가열하여 생성되는 것이 바람직하다.
- [0020] 초임계 이산화탄소(이하 이산화탄소)는 압축, 액화, 가열 과정을 순차적으로 거쳐 만들어지며 이러한 과정은 본 출원인의 대한민국 공개특허 제2012-119671호, 대한민국 공개특허 제2012-118189호 등에 상세하게 개시되어 있으므로 이에 대한 설명은 생략한다. 미설명 도면부호 10, 20, 30, 40, 60 각각은 이산화탄소 탱크, 냉각기, 고압 펌프, 열 교환기, 온도 측정 장치이다.
- [0021] 추출기(50) 내부로 이산화탄소가 주입되면, 이산화탄소는 추출기 내부에 채워져 있던 해조류 분말과 접촉하게 된다. 해조류 분말이 이산화탄소와 무수히 접촉하는 과정에서 해조류에 함유되어 있던 지질 성분은 이산화탄소와 반응하며 제거되고, 지질 성분이 제거된 해조류 분말만이 추출기(50) 내부에 남게 된다. 접촉 시간은 해조류 분말의 양을 감안해야 하므로 일률적으로 결정하기보다는 여러 가지를 종합적으로 감안해서 결정하는 것이 바람직하다.
- [0022] 이산화탄소가 추출기(50)로부터 모두 배출되면, 추출기에 남아있는 해조류 분말을 회수한다. 회수된 해조류 분말은 당초 해조류 분말에서 지질 성분이 제거된 정제 상태를 이루게 된다. 지질 성분을 포함하는 이산화탄소는 분리기(70)에서 분리되며, 그 과정에서 미세 유량 조절 밸브에 의해 초임계 상태에서 해제된다.
- [0023] 도 3a 및 도 3b 각각은 지질이 제거되지 않은 해조류 분말 시료와 지질이 제거된 해조류 분말 시료의 표면을 측정한 SEM(Scanning Electron Microscope)사진을 보여준다. 이에 의하면, 초임계 이산화탄소 추출을 통해 지질이 제거된 해조류 분말의 시료 표면이 지질이 제거되지 않은 상태의 해조류 분말 시료에 비해 더욱 거칠음을 알 수 있다. 즉, 지질이 제거된 해조류 표면은 다공성 구조를 형성하게 되며, 이에 따라 지질이 제거되지 않은 해조류보다 더 많은 양의 AITC를 흡수할 수 있게 되는 것이다.

[0024] 초임계 이산화탄소과의 접촉에 의해 해조류 분말에서 지질이 제거되면, 이 해조류 분말을 AITC 용액과 혼합한다. 여기에서 AITC 용액이란, AITC 성분을 함유하고 있는 용액을 지칭하는 것으로서 시중에 판매되는 통상적인 AITC 용액이면 족하다. 다만, 본 발명은 해조류 분말과 AITC 용액을 혼합함에 있어 그 중량비가 1:2 이상이 될 수 있도록 제한한다. 즉, AITC 용액은 해조류 분말에 대하여 적어도 그 중량비가 2배 이상이 되도록 하는 것인데, 이는 항균 활성도를 감안한 것이다. 다만, 어느 정도까지 AITC 용액의 중량비를 증가시킬지 여부는 필요한 항균 활성도를 감안해서 결정할 일이다.

[0025] 혼합 과정을 거쳐 AITC 성분이 해조류 분말의 다공 조직에 흡착되면, 이들 혼합물을 여과시켜 해조류 분말만을 걸러낸다. 여과 과정에 사용되는 필터는 여러 다양한 필터 중에서 임의 선택하여 사용할 수 있다. 이에는 통상적인 거름 종이(paper filter)가 포함됨은 물론이다.

[0026] 이러한 과정을 거치면 최종적으로 AITC 성분이 일체화된 해조류 분말이 얻어진다. 본 발명에 따라 얻어지는 결과물은 종래와 달리 고상의 분말 형태로 이루어진다는 점에서 그 취급이 뛰어나며, 나아가 AITC 성분이 해조류의 다공 조직에 흡착되어 일체화된 구조를 이룬다는 점에서 식품 전반에 걸쳐 항균 소재로서 적용이 가능한 장점이 있다.

[0027] 도 4a 및 도 4b 각각은 AITC standard 가스 크로마토그램 및 지질이 제거된 해조류 분말 시료의 가스 크로마토그램을 보여준다. 각각에서 알 수 있듯이 AITC 성분이 해조류 분말에 효율적으로 흡착됨을 알 수 있다.

[0028] 본 발명에 따라 얻어지는 해조류 분말을 이용하여 *Staphylococcus aureus*, *Bacillus cereus*, *Escherichia coli*, *Salmonella typhimurium*의 4가지 균에 대해 항균 실험을 수행하였다. 각 균들은 적절한 배지에 접종하여 24시간 배양한 후, 균의 농도를 UV/vis spectrometer를 이용하여 540nm에서 흡광도를 측정하였고, 균 현탁액의 농도를 일정하게 하기 위하여 0.5 McFarland standard를 통해 총 균수를 측정하였다. 멸균수를 사용하여 각각의 배지(100 μ l)를 10^{-8} - 10^{-1} 단계로 희석한 다음, 희석 배수에 따라 배지에 2개씩 도말하였다.

[0029] 먼저, 첨부된 도 5는 *Escherichia coli*에 대한 AITC의 치사 효과를 보여주는 그래프로써, 해조류 분말에 흡착된 AITC가 시간에 따라 *Escherichia coli*의 성장을 저해하는 정도를 보여준다. 이에 의하면, 초기 24시간에 AITC의 50%가 방출되어 counts/mL의 감소가 나타나는데, 24시간 이후 AITC의 농도가 증가함에 따라 *Escherichia coli* 수가 현저히 감소함을 알 수 있다.

[0030] 도 6은 *Salmonella typhimurium*에 대한 AITC의 치사 효과를 보여주는 그래프로서, 건조된 해조류 분말에 흡착된 AITC가 시간에 따라 *Salmonella typhimurium*의 성장을 저해하는 정도를 보여준다. 초기 24시간에 AITC의 발산으로 counts/mL가 감소하는데, 24시간 이후 AITC의 농도가 증가할수록 *Salmonella typhimurium*가 성장하는 수가 급격하게 감소함을 알 수 있다.

[0031] 도 7은 *Bacillus cereus*에 대한 AITC의 치사 효과를 나타낸 그래프이며, 도 8은 *Staphylococcus aureus*에 대한 AITC의 치사 효과를 나타내는 그래프이다. 이에 의하면, 초기 4 ~ 12시간까지 모든 조건에서 AITC의 효과가 명확히 나타나지 않으나, 24시간 이후부터 치사 효과가 나타나며, 72시간이 되었을 때 많은 양의 균이 급격하게 감소함을 확인할 수 있다.

[0032] 상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예들에 한정하여 설명하였으나 이는 단지 예시일 뿐이며, 본 발명은 이에 한정되지 않고 여러 다양한 방법으로 변경되어 실시될 수 있으며, 나아가 개시된 기술적 사상에 기초하여 별도의 기술적 특징이 추가되어 실시될 수 있음은 자명하다 할 것이다.

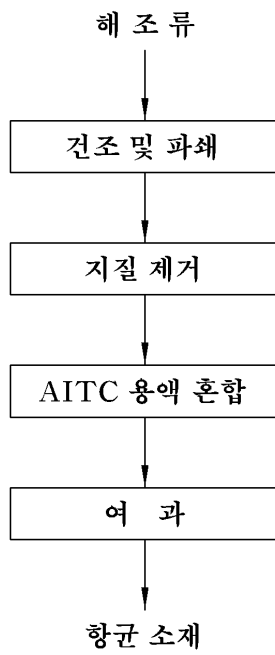
부호의 설명

[0033] 10 : 이산화탄소 탱크 50 : 추출기

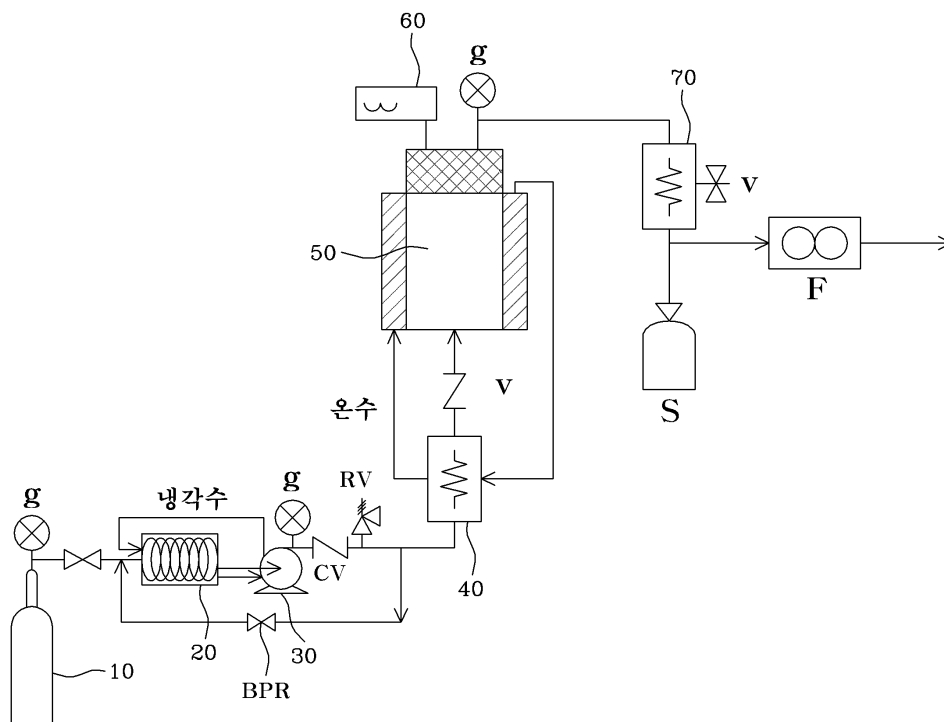
70 : 분리기

도면

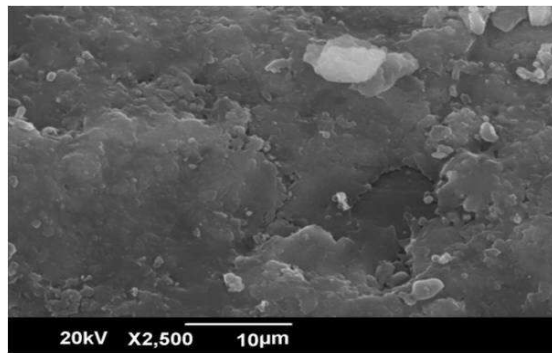
도면1



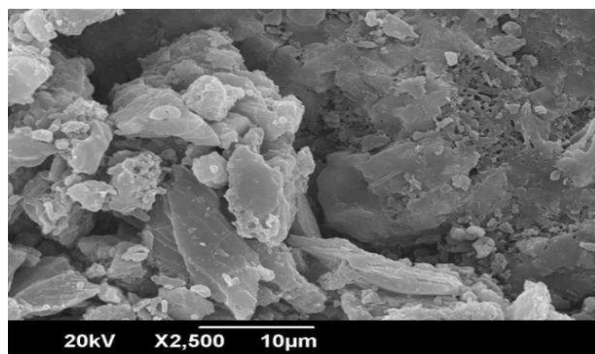
도면2



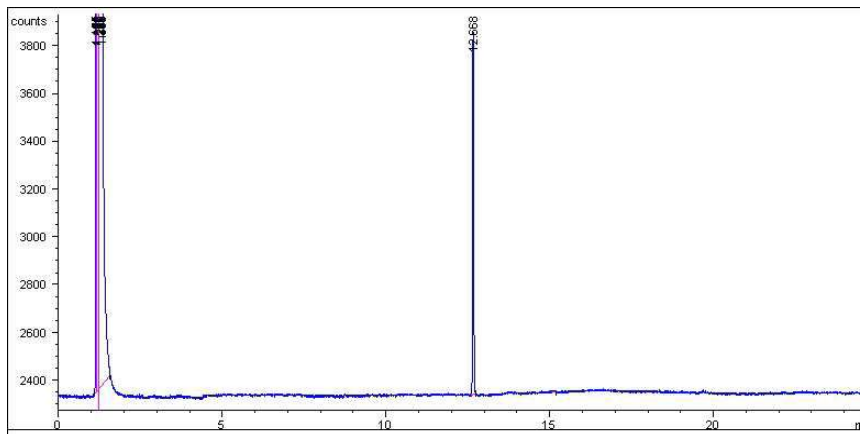
도면3a



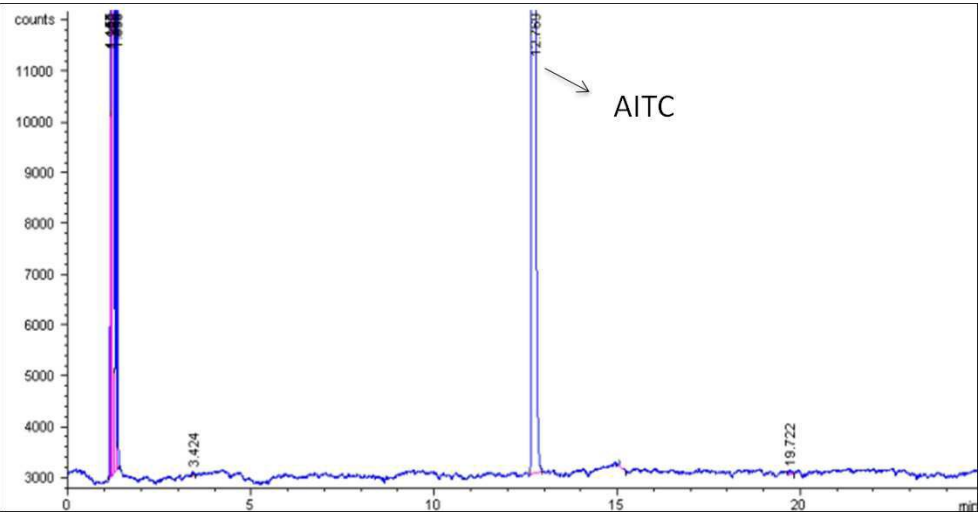
도면3b



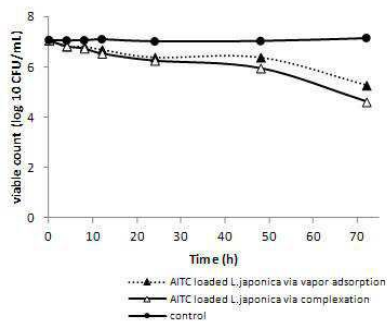
도면4a



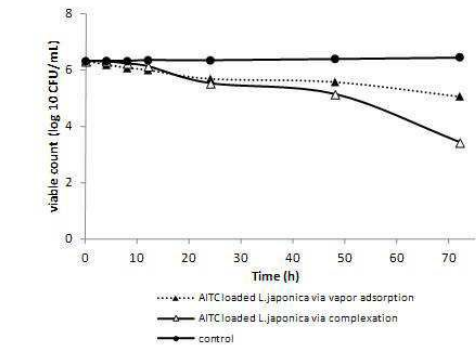
도면4b



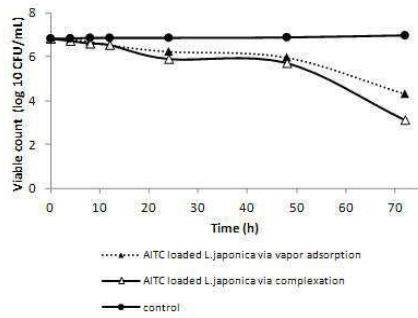
도면5



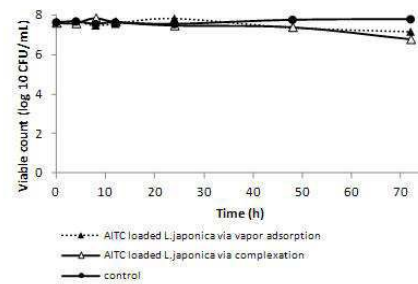
도면6



도면7



도면8



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1 내지 4

【변경전】

AITC

【변경후】

AITC(Allyl isothiocyanate)