



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년07월07일
(11) 등록번호 10-0967509
(24) 등록일자 2010년06월24일

(51) Int. Cl.

C07H 3/04 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2003-0036253

(22) 출원일자 2003년06월05일

심사청구일자 2008년03월14일

(65) 공개번호 10-2003-0095296

(43) 공개일자 2003년12월18일

(30) 우선권주장

JP-P-2002-00166299 2002년06월06일 일본(JP)

(뒷면에 계속)

(56) 선행기술조사문헌

Carbohydrate Research, Vol. 239, 1993, pp. 197-207*

EP0841397 A*

JP10-304881 A

Carbohydrate Research, Vol. 50, 1976, pp. 152-157

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

가부시끼가이샤 하야시바라 세이부쓰 가가꾸 겐꾸조

일본국 오카야마쎄 오카야마시 기타구 시모이시이 1쥬메 2-3

(72) 발명자

니시모토도모유키

일본국오카야마쎄오카야마시시모이시1쥬메2-3, 가부시끼가이샤하야시바라세이부쓰가가꾸겐꾸조내

구보타미치오

일본국오카야마쎄오카야마시시모이시1쥬메2-3, 가부시끼가이샤하야시바라세이부쓰가가꾸겐꾸조내

후쿠다시게하루

일본국오카야마쎄오카야마시시모이시1쥬메2-3, 가부시끼가이샤하야시바라세이부쓰가가꾸겐꾸조내

(74) 대리인

김기중, 서장찬, 최재철

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 장봉호

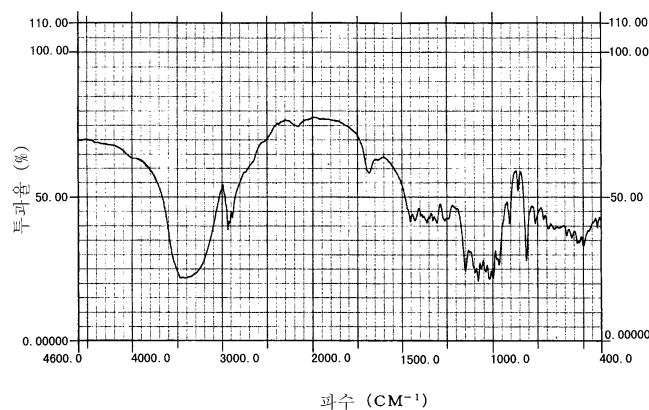
(54) 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는당질 및 이들의 제조 방법 및 용도

(57) 요약

흡습성이 낮고, 유동성을 상실하기 어려운 안정한 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질 및 그것들의 제조 방법 및 용도를 제공하는 것을 과제로 한다.

그 해결 수단으로서, 융점이 119℃ 내지 123℃인 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 함유하는 용액으로부터 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 결정석출시켜, 이것을 채취하는 것을 특징으로 하는 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 또는 이것을 함유하는 당질의 제조 방법, 비정질 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 수분 존재하에서 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드로 변환하는 방법, 및 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질을 함유시킨 각종 조성물을 확립함으로써 상기 과제를 해결한다.

대표도 - 도1



(30) 우선권주장

JP-P-2003-00009056 2003년01월17일 일본(JP)

JP-P-2003-00129801 2003년05월08일 일본(JP)

특허청구의 범위

청구항 1

융점이 119℃ 내지 123℃인 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드.

청구항 2

제1항에 있어서, CuK α 선을 X선으로 하는 분말 X선 회절법으로 분석했을 때, 적어도, 회절각(2θ) 13.4° , 17.4° , 19.7° 및 22.3° 에서 피크를 가진 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 시차 주사 열량계로 분석했을 때, 118℃ 내지 138℃의 범위에서 흡열 피크를 가진 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드.

청구항 4

제1항에 있어서, 결정이 1함수 결정인 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- [0005] 본 발명은, 융점이 119℃ 내지 123℃인 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질 및 이들의 제조 방법과 용도, 또한, 비정질 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드로 변환하는 방법에 관한 것이다.
- [0006] 특허문헌 1: 일본국 특개평10-304881호 공보
- [0007] 비특허 문헌 1: C. K. Lee 등, 『Carbohydrate Research』, 제50권, 152 페이지 내지 157 페이지(1976년)
- [0008] 비특허 문헌 2: R. W. Bassily 등, 『Carbohydrate Research』, 제239권, 197 페이지 내지 207 페이지(1993년)
- [0009] α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 글루코오스와 갈락토오스가 α, α -1,1 결합한 비환원성의 2당이며, α, α -트레할로오스(이하, 간단히 「트레할로오스」라 함.)의 이성체이다. 이 당질에 관해서는, 유기합성에 의해 얻어진 것이 비특허 문헌 1 및 비특허 문헌 2에 개시되어 있고, 게다가, 비특허 문헌 2에 있어서는 융점이 165℃ 내지 170℃인 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 1함수 결정에 대해서도 기재되어 있다. 그러나, 그 제조 방법은 번잡한 유기합성이며 수율도 낮고, 대량으로 조제하는 것이 어려우므로, 그 공업적 생산은 물론이고 용도개발에 대해서는 전혀 검토되어 있지 않았다. 그 후, 본 출원과 동일한 출원인에 의해, 트레할로오스 포스포릴라아제를 이용한 효소법에 의한 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 합성이 특허문헌 1에 개시되어, 대량 제조의 길이 열렸다.
- [0010] α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 맛의 질이 양호한 감미를 가지고, 또한, 침투압 조절성, 보습성, 광택 부여성, 기타 당의 결정 방지성, 전분노화 방지성 등의 여러 가지 성질을 가지고, 또한, 충치 방지성, 비피더스균 증식 촉진성, 미네랄 흡수 촉진성 등의 기능도 겸비하고 있으므로, 음식물, 기호물, 사료, 이료, 화장품, 의약 부외품, 의약품 등으로, 또, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등의 각종 조성물에서의 용도가 기대되고 있다. 그러나 비정질의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 그 자체는 물론이고 이것을 함유하는 당질에 있어서는 흡습성이 크고, 분위기 중의 수분을 흡수하여 용이하게 고결(固結)하거나, 조해(潮解)하거나, 또한 유동성을 상실하기 쉬운 등, 안정성에 문제가 있었다. 그 때문에, 여러 가지 유용성이 기대되면서도 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 각종 분야에서의 응용은 상당히 진전되지 않는다는 것이 지금까지의 상황이었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0011] 본 발명은, 흡습성이 낮고, 유동성을 상실하기 어려운 안정한 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질 및 그것들의 제조 방법 및 용도를 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

- [0012] 본 발명자들은, 흡습성이 낮고, 고결이나 조해를 일으키기 어려우며, 유동성을 쉽게 상실하지 않으며, 보존 안정성이 우수한 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 확립하는 것을 목적으로 하여 예의 연구 중, 상기한 효소법에 의해 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 결정(이하, 간단히 「결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드」라 함.)을 얻어서 그 물리화학적 성질을 조사한 결과, 의외로, 이 결정의 융점이 119℃ 내지 123℃이며, R. W. Bassily 등에 의해 비특허 문헌 2에 개시되어 있는 결정과는 전혀 다른 것을 발견하였다. 이 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 함유하는 용액으로부터 결정석출시키거나, 비정질 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 고체를 수분 존재하에서 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드로 변환시켜서 얻을 수 있는 신규의 결정이다.
- [0013] 이 결정은, CuK α 선을 X선으로 하는 분말 X선 회절법으로 분석했을 때, 적어도, 회절각(2 θ) 13.4° , 17.4° , 19.7° 및 22.3° 에서 피크를 가진 결정이다.
- [0014] 또한, 이 결정은, 시차 주사(示差走査) 열량계로 분석했을 때, 약 118℃ 내지 약 138℃의 범위에서 흡열 피크를

가진 결정이다. 더욱이, 이 결정은 칼피셔법으로 그 수분함량을 분석했을 때, 결정의 결합수로서 1합수(含水)에 상당하는 수분이 검출되고, 또한, KBr 정제법으로 적외선 흡수 스펙트럼을 측정했을 때, 도 1에 나온 스펙트럼을 나타내는 결정이다.

[0015] 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 제조 방법에 대해서 설명하는데, 원료로서 사용하는 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 유래는 묻지 않으며, 예를 들면, 유기 합성법, 발효법, 효소법 등에 의해 제조된 것이어도 좋고, 또한, 미생물, 동식물 등의 천연물로부터의 추출법에 의해 제조된 것이어도 좋다. 일반적으로는, 안전성이나 경제성의 관점에서, 효소법에 의해 제조된 것이 바람직하고, 예를 들면, 특허문헌 1에 기재되어 있는, 기질로서의 β -D-글루코오스-1-인산[당(糖) 공여체]과 D-갈락토오스(당 수용체)에 트레할로오스 포스포릴라아제를 작용시켜서 얻게 되는 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 적절하게 사용할 수 있다.

[0016] 본 발명은, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 원료로서 사용하더라도, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 자체의 제조 방법에 관한 발명이 아니므로, 이와 같은 제조 방법의 상세한 것은 여러 가지 정보로부터 알 수 있고, 효소법에 의한 그 개략을 설명하면 아래와 같다.

[0017] α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 제조하기 위해서 사용하는 트레할로오스 포스포릴라아제는, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 생성능력을 가진 트레할로오스 포스포릴라아제이면 좋고, 예를 들면, 특허문헌 1에 개시된, 더어모아나에로븀(Thermoanaerobium) 속(屬)에 속하는 미생물인 더어모아나에로븀 브로키이(Thermoanaerobium brockii)(ATCC 35047) 유래의 트레할로오스 포스포릴라아제가 높은 내열성을 가진 효소이어서 효소반응을 비교적 고온에서 할 수 있으므로, 효소반응을 효율적으로 실시할 수 있음과 아울러 미생물 오염을 회피할 수 있는 이점을 가지고 있다. 상기 특허문헌 1에 개시된 트레할로오스 포스포릴라아제는 아래에 나타내는 이화학적 성질을 가진 효소이다.

[0018] (1) 작용

[0019] (a) 무기 인산 존재하에서 트레할로오스를 분해해서 D-글루코오스 및 β -D-글루코오스-1 인산을 생성한다.

[0020] (b) β -D-글루코오스-1 인산과 D-글루코오스로부터 트레할로오스와 무기 인산을 생성하고, 더욱이 β -D-글루코오스-1 인산을 당 공여체로 하여 다른 당질에 글루코실기의 전이를 촉매한다.

[0021] (2) 분자량

[0022] SDS-겔 전기 영동법에서 $88,000 \pm 5,000$ 달톤.

[0023] (3) 등전점(pI)

[0024] 앰폴라인 함유 전기 영동법에서 5.4 ± 0.5 .

[0025] (4) 최적 온도

[0026] pH 7.0, 30분간 반응에서 70℃ 부근에서 최적 온도를 가진다.

[0027] (5) 최적 pH

[0028] 60℃, 30분간 반응에서 pH 7.0 내지 7.5 부근에서 최적 pH를 가진다.

[0029] (6) 온도 안정성

[0030] pH 7.0에서 1시간 유지의 조건에서 60℃ 부근까지 안정.

[0031] (7) pH 안정성

[0032] 4℃, 24시간 유지의 조건에서 pH 약 6.0 내지 9.0에서 안정

[0033] (8) 활성촉진, 안정화

[0034] 이 효소활성은 1mM의 디티오드레이톨에 의해 촉진된다.

[0035] (9) 저해

[0036] 이 효소활성은, 1mM Cu^{++} , Pb^{++} , Zn^{++} , Hg^{++} , Mg^{++} 또는 Mn^{++} 에 의해서 저해된다.

[0037] 트레할로오스 포스포릴라아제를 이용해서 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 제조하는 효소반응에 있어서는, 통상, β -D-글루코오스-1 인산을 당 공여체로 하고, 또한 D-갈락토오스를 당 수용체로 하여, 여기에 트레할로오스

포스포릴라아제를 작용시킴으로써 D-갈락토오스에 글루코실기를 전이하여 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 생성한다. 당 공여체로서의 β-D-글루코오스-1 인산은, 시판품을 그대로 사용해도 좋고, 또한 무기질의 인산 및/또는 그 염의 존재하에서, 트레할로오스 포스포릴라아제, 말토오스 포스포릴라아제, 수크로오스 포스포릴라아제, 셀로비오스 포스포릴라아제 등의 포스포릴라아제를, 이들의 기질로서의 당질에 작용시켜 생성시킬 수도 있다. α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 생성율은, 효소반응에 사용하는 기질의 종류, 농도, 반응 조건 등에 따라 다르지만, 일례로서, 무기 인산 존재하에서 10%(w/w)의 트레할로오스와 5%(w/w)의 D-갈락토오스를 기질로서 사용했을 경우의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 생성율은 원료 고형물당 30%(w/w) 정도이다.

[0038] 또한, 얻어지는 반응액 중의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함량을 향상시키기 위한 미생물, 효소 등을 사용하는 D-글루코오스 분해 제거법이나, 생성한 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 순도를 높이기 위한 효모 발효법, 또한, 알칼리 처리법, 막 여과법, 칼럼 크로마토그래피법 등에 의해 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 순도를 높일 수 있다. 더욱이, 필요에 따라서, 통상적인 방법에 의해 여과, 탈색, 탈염 등의 정제 공정을 거친 후, 농축하고, 건조하여 시럽상 또는 분말상 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질로 할 수도 있다. 이렇게 해서 얻어진 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질은, 통상, α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 고형물당 5 ~ 99.9%(w/w) 함유하고 있다.

[0039] 본 발명의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드는, 상기한 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 다음에 설명하는 적당한 용매에 용해하여 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 용액, 구체적으로는, 그 과포화 용액으로 하고, 이 과포화 용액으로부터 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 결정석출시킨다. 이 때 사용하는 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 용액의 고형분당의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 순도, 고형분 농도, 용매의 종류, 온도 등은 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 과포화 용액을 얻게 되는 한 특히 제한은 없다. 본 발명의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 제조 방법에서 사용하는 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하는 용액의 형태는, α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 결정이 생성하는 형태, 즉, 용해해 있는 상태이면 좋고, 부분적으로 불용물이 혼재한 현탁상이어도 좋다. 더욱이, α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하는 분말을 흡습시켜서 분말 표면이 조해(潮解)한 용액상이어도 좋다. α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 용해하는 용매로서는, 통상, 물이 적절하게 사용되지만, 필요에 따라서, 메탄올, 에탄올, 아세톤, 피리딘 등의 물과 상용성을 가진 용매, 또는, 이들 1종 또는 2종 이상의 유기용매와 물을 조합해서 이용하는 것도 마음대로이다.

[0040] 본 발명의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 제조 방법은, 예를 들면, 고형물당, 순도 60%(w/w) 이상, 농도 65 내지 90%(w/w)의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 용액을 조정관(助晶罐)에 넣고, 필요에 따라서, 0.1 내지 20%(w/w)의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 종정(種晶) 공존하에서, 온도 95℃ 이하, 바람직하게는, 10 내지 90℃의 범위에서, 교반하면서 서냉하여 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하는 매스킷트로 한다. 또한, 감압 농축하면서 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 결정석출시키는 연속 결정 석출법을 채용하는 것도 유리하게 실시할 수 있다. 매스킷트로부터 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 또는 이것을 함유하는 함밀(含蜜) 결정을 제조하는 방법으로서, 예를 들면, 분밀법(分蜜法), 블록 분쇄법, 유동 조립법(造粒法), 분무 건조법 등의 공지의 방법을 채용하면 좋다.

[0041] 분밀법(分蜜法)의 경우에는, 통상, 매스킷트를 바스켓형 원심분리기에 넣고, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드와 밀(蜜)(모액)을 분리하고, 필요에 따라서는 이 결정에 소량의 냉수를 분무하여 세정해서 불순물을 제거함으로써 보다 고순도의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 제조할 수 있다. 분무 건조법의 경우에는, 통상, 농도 70 내지 85%(w/w), 결정 석출율 5 내지 60% 정도의 매스킷트를, 예를 들면, 고압 펌프에서 노즐로부터 분무, 또는 회전원반으로 분무하고, 결정 분말이 용해하지 않는 온도, 예를 들면, 60 내지 100℃의 열풍으로 건조하고, 이어서, 20 내지 60℃의 온풍에서 약 1 내지 약 48시간 숙성함으로써 저흡습성의 함밀(含蜜) 결정을 용이하게 제조할 수 있다.

[0042] 또한, 블록 분쇄법의 경우에는, 통상, 수분 5 내지 20%(w/w), 결정 석출율 10 내지 60%(w/w) 정도의 매스킷트를, 약 0.1 내지 약 7일간 정치해서 전체를 블록 상으로 결정석출, 고화시키고, 이것을 분쇄 또는 절삭 등의 방법에 의해 분말화하여 건조함으로써 저흡습성의 함밀 결정을 용이하게 제조할 수 있다.

[0043] 또한, 본 발명의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 다른 제조 방법은, 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드로부터 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 제조하는 방법이다. 이 방법은, 수분 존재하에서, 온도 약 20 내지 약 60℃로 컨트롤한 환경하에서, 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하는 분말을 약 0.1 내지 약 7일간, 정치 또는 교반하면서 비결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드로 변환시켜, 이것을 그대로, 또는, 분쇄 또는 절삭 등에 의해서 재분말화해서 건조함으로써 저흡습성의 결

정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 또는 이것을 함유하는 당질을 용이하게 제조할 수 있다. 또한, 이 방법에 있어서의, "수분 존재하"라 함은, 비정질 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함수결정으로 변환하기 위해서 필요한 수분이 공급되는 환경이면 특히 제한은 없으며, 통상은, 상대 습도를 약 50 내지 약 70%로 컨트롤한 환경을 말한다.

[0044] 이렇게 해서 얻어지는 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은, 통상, 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 고형물당 50%(w/w) 이상, 바람직하게는, 60~99.99%(w/w) 함유하고 있다.

[0045] 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은, 고체상, 분말상태로 흡습성이 현저하게 낮고, 취급이 용이하며, 안정하고, 더욱이 맛의 질이 양호한 감미를 가지며, 침투압 조절성, 보습성, 광택 부여성, 기타 당의 결정 방지성, 전분노화 방지성 등의 여러 가지 성질을 가지고, 또한, 충치 방지성, 비피더스균 증식 촉진성, 미네랄 흡수 촉진성 등의 기능을 가지므로, 널리 음식물, 기호물, 사료, 이료, 화장품, 의약 부외품, 의약품 등에, 더욱이 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등의 각종 조성물에 유리하게 이용할 수 있다.

[0046] 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은, 그대로 감미 부여를 위한 조미료로서 사용할 수 있다. 필요한 경우에는, 예를 들면, 가루엣, 포도당, 말토오스, 트레할로오스, 수크로오스, 이성화당, 벌꿀, 메이플 슈거, 소르비톨, 말티톨, 락티톨, 디히드로칼콘, 스테비오시드, α -글리코실스테비오시드, 레바우디오시드, 글리시리진, L-아스파르틸-L-페닐알라닌 메틸 에스테르, 수크랄로오스, 아세솔 K, 사카린, 글리신, 알라닌 등과 같은 기타의 감미료의 1종 또는 2종 이상과 적당한 비율로 혼합해서 사용할 수 있다. 또한, 필요하면, 텍스트린, 전분, 락토오스 등의 1종 또는 2종 이상의 증량제와 적당한 비율로 혼합해서 사용할 수도 있다.

[0047] 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질의 정미(呈味)는, 신맛, 짠맛, 떼은맛, 감미, 쓴맛 등의 다른 정미를 가진 각종 물질과 잘 조화하고, 내산성, 내열성도 크므로, 음식물 일반의 감미 부여, 정미 개량에, 또한 품질 개량 등에 유리하게 이용할 수 있다.

[0048] 상기 각종 음식물로서는, 예를 들면, 간장, 분말간장, 된장, 분말된장, 모로미, 히시오, 후리카케, 마요네즈, 드레싱, 식초, 삼베초, 초밥용 분말초, 츄카노모토소, 텐즈유, 멘즈유, 소스, 케첩, 단무지 믹스, 배추절임 믹스, 불고기의 소스, 커리 루우, 스투 믹스, 수프 믹스, 맛국물 믹스, 복합 조미료, 미린, 신미린, 테이블 슈거, 커피 슈거 등의 각종 조미료를 예시할 수 있다.

[0049] 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은, 예를 들면, 센베이, 아라레, 오코시, 떡류, 만두, 우이로, 팔소류, 양갱, 물 양갱, 킁고쿠, 젤리, 카스테라, 눈깔사탕 등의 각종 일본식 과자, 빵, 비스킷, 크래커, 쿠키, 파이, 푸딩, 버터 크림, 커스터드 크림, 슈크림, 와플, 스펀지 케이크, 도넛, 초콜렛, 츄잉검, 카라멜, 캔디 등의 양과자, 아이스 크림, 샤베트 등의 빙과, 과실의 시럽절임, 얼음꿀 등의 시럽류, 플라워 페이스트, 땅콩 페이스트, 후르츠 페이스트, 스프레드 등의 페이스트류, 잼, 마말레이드, 시럽절임, 당과 등의 과실, 야채의 가공 식품류, 후쿠진즈케, 베타라즈케, 센마이즈케, 라료오즈케 등의 절인 야채류, 햄, 소시지 등의 축육 제품류, 어육 햄, 피시 소시지, 어묵, 오뎅, 튀김 등의 어육제품, 성게, 물오징어의 젓, 초 다시마, 말린 오징어, 미린 조미 복어말림 등의 각종 진미류, 김, 산나물, 말린 오징어, 작은 물고기, 조개 등으로 제조되는 츠쿠다니류, 콩자반, 포테이토 샐러드, 다시마 말이 등의 반찬식품, 유제품, 어육, 축육, 과실, 야채의 병조림, 통조림류, 청주, 합성 술, 리큐어, 양주 등의 주류, 홍차, 커피, 코코아, 주스, 탄산음료, 락트산 음료, 유산균 음료 등의 청량 음료수, 푸린 믹스, 핫케이크 믹스, 즉석 팔죽, 즉석 수프 등의 즉석식품, 더욱이 이유식, 치료식, 드링크제, 쌀밥, 국수 종류, 냉동 식품 등의 각종 음식물에서의 감미 부여, 정미개량, 또한, 물성 개량 등에 유리하게 이용할 수 있다.

[0050] 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 우수한 보습성을 가지므로, 용액계, 가용화계, 유화계, 분말 분산계, 물-기름 2층계, 물-분체 2층계, 물-기름-분말 3층계 등의 어떠한 제형(劑型)의 화장품이나 의약 부외품 원료로서도 유리하게 이용할 수 있다. 또한, 이들 화장품이나 의약 부외품의 용도도 임의로 할 수 있는데, 예를 들면, 화장수, 로션, 유액, 크림, 연고, 개제, 현탁제, 에멀션, 페이스트, 코스메틱, 고형, 반고형, 분말, 고형분말, 젤리, 겔, 에어로졸, 트로치, 팩, 페이스 마스크 등의 형태로, 기초 화장품, 세정용 화장품, 화장수, 크림, 유액, 팩, 파운데이션, 백분 타분, 입술 연지, 눈썹 화장품, 향수, 목욕용 화장품, 욕(浴)용제, 구강 화장품, 태닝 화장품·자외선 차단 화장품, 메이크업 화장품, 페이스 화장품, 화장 기름, 방향 화장품, 보디용 화장품, 두발용 화장품, 세발용 화장품, 비누, 약용 비누, 세제, 치약, 입안 청량제, 액취 방지제, 텐카분, 욕모·양모제, 면도용제, 자외선 차단제, 더욱이는, 염증, 감염증, 알레르기, 아토피

피, 궤양, 종상 등의 각종 질환의 예방, 치료제 등으로서 이용할 수 있다.

[0051] 구체적으로는, 세안 크림, 세안 폼, 클렌징 크림, 클렌징 밀크, 클렌징 로션, 클렌징 오일, 마사지 크림, 콜드 크림, 모이스처 크림, 모이스처 로션, 유액, 화장수, 리퀴드 파운데이션, 파우더 파운데이션, 립스틱, 립크림, 팩, 애프터 셰이빙 크림, 로션, 애프터 셰이빙 로션, 자외선 차단 크림, 태닝 오일, 보디 샴푸, 헤어 샴푸, 헤어 린스, 헤어 트리트먼트, 양모료(養毛料), 욱모료, 코스메틱, 헤어 크림, 헤어 리퀴드, 세트 로션, 헤어 스프레이, 헤어 무스, 헤어 다이, 헤어 브리치, 컬러 린스, 컬러 스프레이, 퍼머넌트 웨이브액, 프레스 파우더, 루스파우더, 아이 세도우, 핸드 크림, 탈모 크림, 오데코롱, 디오더런트 욱용제, 바스 오일, 입안 청량제, 입안 향기제, 양치질제, 마우스 워쉬, 치약, 외상치료용 연고, 향균 크림, 스테로이드 연고, 부엌용 세제 등으로서 사용할 수 있다.

[0052] 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 안정한 당질이므로, 통상, 화장품이나 의약 부외품에 사용되는 당질, 혈행 촉진 작용을 가진 물질, 항염증 작용을 가진 물질, 항균작용을 가진 물질, 보습작용을 가진 물질, 미백 작용을 가진 물질, 항산화 작용을 가진 물질, 감광소, 자외선 흡수 작용을 가진 물질, 자외선 산란 작용을 가진 물질, 유화 작용을 가진 물질로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상의 물질과 임의의 조합 및/또는 배합 비율로 사용할 수 있다.

[0053] 또한, 필요에 따라서, 예를 들면, 화장품 원료 기준, 화장품 원료의 성분 기준, 화장품 종별 배합 규격, 의약 부외품 원료규격, 일본 약국방(日本藥局方), 일본 약국방의 의약품 규격, 의약품 첨가물 규격, 일본 약국방의 생약규격, 식품 첨가물 공정서 등에 수록 기재된 성분 및 『최신 화장품 과학, 개정 증보 II』, 일본국의 주식회사 藥事日報사 발행(평성4년 7월 10일 발행) 혹은 『최신 화장품학』, 일본국의 주식회사 南山堂 발행(평성14년 1월 18일 발행) 등에 기재되어 있는, 상기 작용을 가진 성분, 및/또는 상기 작용을 가진 성분 이외의 통상적인 의약품, 의약 부외품, 화장품 등에 사용되는 물질이나 그 배합 처방에 준하여, 예를 들면, 의약품, 부형제, 기재, 에몰리엔트제, 냉감제, 수렴제, 분산제, 가용화제, 용제, 알칼리제, 점도 조절제, 증점제, 기포제, 소포제, 착향제, 착색제, 안정제, 방부제, 살균제, 퇴색 방지제, 산화 방지제, 모발 처리제, 습윤제, 모발 보호제, 대전 방지제, 조제, 용제, 용해제, 용해 보조제, 유동화제, 현탁제, 완충제, 감미제, 청량화제, 교미제, 결합제, 흡착제, 분사제, 코우팅제, 조작제, 충전제, 연화제, 조정제, 금속 봉쇄제, 퇴색 방지제, 유지, 유용성 고분자, 무기 및 유기안료, 실리콘 또는 플루오르 화합물로서 처리된 무기 및 유기안료, 유기염료 등의 색제, 루민 등의 감광 색소, 왁스, 땀 제거제, 소취제, 주름 방지제, 피지 억제제, 항지루제(抗脂漏劑), 각질 박리제, 진통제, 향플라스민제 등의 성분으로부터 선택되는 1종 또는 2종 이상을 적당히 사용하는 것도 마음대로이다.

[0054] 그 외, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 가축, 가금, 물고기 등의 사육 동물을 위한 사료, 이료 등의 기호성을 향상시킬 목적으로 사용할 수도 있다. 그 외에, 고상, 페이스트상, 액상 등의 형태로, 담배, 치약, 입술 연지, 립크림, 내복액, 정제, 트로치, 간유 드롭, 입안 청량제, 입안 향기제, 양치질제 등의 기호물, 의약품 등에의 감미제로서, 또는 정미 개량제, 교미제로서, 더욱이, 품질 개량제로서 유리하게 이용할 수 있다.

[0055] 또한, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 α -D-갈락토실기를 가진 당질이므로, 마찬가지로 α -D-갈락토실기를 가진 갈락토비오스, 멜리비오스 또는 라피노오스의 경우와 마찬가지로, 예를 들면, 제암, 내추럴 킬러(NK) 세포의 활성화, 아토피성 피부염의 개선, 면역 부활(賦活), 병원성 대장균 0-157 베로독소의 중화, 간성 뇌증 치료, 소정액의 냉동 보존 안정화, 이식용 장기 수송시의 안정화 등의 작용 효과 및 이들 분야에의 용도가 기대되며, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 이들 목적으로 사용하는 것도 유리하게 실시할 수 있다.

[0056] 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 품질 개량제, 안정제로서, 유효성분의 활성 등을 상실하기 쉬운 각종 생리활성 물질 또는 이것을 함유하는 건강식품, 화장품, 의약 부외품, 의약품 등에도 유리하게 적용할 수 있다. 예를 들면, 인터페론- α , 인터페론- β , 인터페론- γ , 종양괴사 인자- α , 종양괴사 인자- β , 매크로파아지 유주(遊走)저지 인자, 콜로니 자극 인자, 트랜스퍼 팩터, 인터류킨-1, 인터류킨-2, 인터류킨-6, 인터류킨-12 및 인터류킨-15 등의 사이토카인 함유액, 인슐린, 성장 호르몬, 프롤락틴, 에리트로포이에틴, 조직 플라스미노겐액티베이터, 난세포 자극 호르몬, 태반 호르몬 등의 호르몬 함유액, BCG 백신, 일본 뇌염 백신, 홍역 백신, 폴리오 생백신, 두묘, 파상풍 독소이드, 허브 향독소, 인간 면역 글로블린 등의 생물체제 함유액, 페니실린, 에리트로마이신, 클로람페니콜, 테트라사이클린, 스트렙토마이신, 황산 가나마이신 등의 항생 물질 함유액, 티아민, 리보플라빈, L-아스코르브산, 간유, 카로티노이드, 에르고스테롤, 토코페롤 등의 비타민 함유액, 리파아제, 엘라스타아제, 우로키나아제, 프로테아제, β -아밀라아제,

이소아밀라아제, 글루카나아제, 락타아제 등의 효소 함유액, 약용 인삼 엑스, 자라 엑스, 클로렐라 엑스, 알로에 엑스, 프로폴리스 엑스 등의 엑스류, 바이러스, 유산균, 효모 등의 생균, 로알제리 등의 각종 생리활성 물질에 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질을 적당량 배합함으로써 그것들의 유효성분의 활성을 상실함이 없이, 안정하고 고품질의 건강식품, 화장품, 의약 부외품 및 의약품 등을 용이하게 제조할 수 있다.

본 발명에서 말하는 조성물은, 경구적 또는 비경구적으로 이용되는 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품 외에, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등의 각종 조성물을 포함한다.

[0057] 또한, 이들 조성물에, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 또는 이것을 함유하는 당질을 함유시키는 방법은, 그 제품이 완성될 때까지의 공정에서 함유시키면 좋은데, 예를 들면, 혼화, 용해, 침지, 침투, 살포, 도포, 분무, 주입, 고화 등의 공지의 방법이 적당히 선택된다. 이들 각종 조성물에 배합하는 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 양은, 통상, 조성물 전체 중량당 0.01%(w/w) 이상, 바람직하게는 0.1%(w/w) 이상, 보다 바람직하게는 1~99.99%(w/w)로 한다.

[0058] 이어서 실험에 의해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명한다.

[0059] [실험 1] <트레할로오스 포스포릴라아제의 생산>

[0060] 탄소원으로서 0.5%(w/v) 글루코오스 대신에 0.5%(w/v) 트레할로오스를 사용한 것 이외는 모두 『ATCC 캐탈로그 오브 박테리아 앤드 박테리오파아지즈, 제 18판』(American Type Culture Collection 발행, 1992년), 452 내지 456 페이지에 기재한 더어모아나에로븀 브로키이 배지의 조제법에 따라서 조제한 배지를 100ml 용량의 내압 보틀에 100ml씩 넣은 후, 더어모아나에로븀 브로키이(ATCC 35047)를 접종하고, 60℃에서 48시간 정치배양한 것을 종(種)배양액으로 하였다.

[0061] 용량 11L의 스테인리스 보틀 4개에, 종배양에서 사용한 것과 동일한 조성의 배지를 약 10L씩 넣어서, 가열 멸균하고 냉각해서 60℃로 한 후, 상기 종배양액을 이 배지 체적당 1%(v/v) 접종하고, 60℃에서 약 40시간 정치배양하였다.

[0062] 전체 배양액 약 40L을 원심분리하여 배양 균체 92g을 얻었다. 이 균체를 10mM 인산 완충액에 현탁하고, 초음파 파쇄한 후, 원심분리해서 균체 파쇄 상청을 얻었다. 배양액 ml 당의 트레할로오스 포스포릴라아제 활성은 0.3 단위/ml이었다. 이 균체 파쇄 상청을 UF막 농축함으로써 트레할로오스 포스포릴라아제를 ml당 약 30 단위 함유하는 농축 효소액 약 360ml을 얻었다.

[0063] 그리고 트레할로오스 포스포릴라아제 활성은 다음과 같이 해서 측정하였다. 즉, 기질로서 1.0%(w/v) 트레할로오스를 함유하는 20mM 인산 완충액(pH 7.0) 2ml에 효소액 0.2ml을 가하고 60℃에서 30분간 반응시킨 후, 반응액 0.5ml을 100℃에서 10분 가열해서 반응을 정지시켰다. 이 반응 정지액에 D-글루코오스 옥시다아제/퍼옥시다아제 시약 0.5ml을 첨가하여 교반하고, 40℃에서 30분 방치한 후, 5N-염산 2.5ml을 첨가하고 교반한 후, 525nm에 있어서의 흡광도를 측정하였다. 트레할로오스 포스포릴라아제 활성 1 단위는, 상기 반응 조건하에서 1분간당 1 μ mol의 D-글루코오스를 생성하는 효소량으로 정의하였다.

[0064] [실험 2] <트레할로오스 포스포릴라아제의 정제>

[0065] 실험 1에서 얻어진 농축 효소액 300ml을 10mM 인산 완충액(pH 7.0)에 대하여 24시간 투석하고 원심분리해서 불용물을 제거하였다. 그 투석액 상청(380ml)을 『DEAE-토요퍼얼 650 겔』(일본국의 Tosoh 주식회사제)을 사용한 이온 교환 칼럼 크로마토그래피(겔량 380ml)에 사용하였다.

[0066] 트레할로오스 포스포릴라아제를 DEAE-토요퍼얼 650 겔에 흡착시키고, 식염 농도가 0M로부터 0.5M까지 상승하는 리니어 그라디언트(식염수)에 의해 칼럼으로부터 용출시켰다. 식염농도 약 0.1M에서 용출되는 효소활성 획분을 회수한 후, 이 획분을 아래의 방법으로 더욱 정제하였다. 1.5M 황산 암모늄을 함유하는 10mM 인산 완충액(pH 7.0)에 대하여 투석하고, 그 투석액을 원심분리해서 불용물을 제거한 다음에, 『부틸-토요퍼얼 650 겔』(일본국의 Tosoh 주식회사제)을 사용하는 소수 칼럼 크로마토그래피(겔량 100ml)를 하였다. 흡착한 트레할로오스 포스포릴라아제를 황산 암모늄 농도 1.5M로부터 0.5M까지 저하하는 리니어 그라디언트에 의해 칼럼으로부터 용출시켜 효소활성 획분을 회수하였다. 이어서, 『울토로겔 AcA44』(프랑스, 세푸라콜사제)를 사용해서 겔 여과 크로마토그래피(겔량 300ml)를 하여 칼럼으로부터 용출한 효소활성 획분을 회수하였다.

[0067] 이상의 정제 수단에 의해 얻어진 정제 효소 표품의 회수율은 트레할로오스 포스포릴라아제 활성 환산으로 균체

과쇄 상청에 대하여 약 25%이며, 정제 효소 제품의 비활성은, 단백질 mg당 78.2 단위이었다.

[0068] 정제 효소 제품을 농도 7.5%(w(w/v))의 폴리아크릴아미드를 함유하는 겔 전기영동에 의해 이 효소 제품의 순도를 검정한 결과, 단일의 단백 밴드를 가진 고순도 제품이였다.

[0069] [실험 3] < α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 조제>

[0070] 트레할로오스를 4.5%(w/w), D-갈락토오스를 2.5%(w/w) 및 5mM의 인산 2수소 나트륨을 함유하는 수용액을 pH 5.0으로 조정하고, 여기에 실험 2의 방법으로 조제한 정제 트레할로오스 포스포릴라아제를 트레할로오스 1g당 17 단위가 되도록 가하고 60℃에서 96시간 반응시켰다. 이 반응액을 90℃에서 30분간 가열하여 효소를 실험시킨 후, 냉각하였다. 이 반응액 중의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 순도를 조사하기 위해서 반응액의 일부를 건조(乾固)하여 피리딘에 용해한 후, 트리메틸실릴화하고, 가스 크로마토그래피(이하, 『GC』라 약칭한다.)에 사용하였다. GC 칼럼은 2% 실리콘 OV-17/크로모조르브 W(지·엘·사이언스 주식회사제)를 충전한 스테인레스 칼럼(3mm ϕ ×2m), 캐리어 가스는 질소 가스를 유량 40ml/분, 칼럼 오븐 온도는 160℃로부터 320℃까지 7.5℃/분의 승온속도로 하고, 검출은 수소염 이온화 검출기를 이용해서 분석한 결과, 이 반응액은 고형분당 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 약 30%(w/w) 함유하고 있었다. 이 반응액에 시판의 빵 효모를 고형물 중량당 습중량으로 30%가 되도록 첨가하고, 농도 1M의 수산화 나트륨 수용액을 사용해서 반응액을 pH 5 내지 6으로 제어하면서 27℃에서 6시간 유지하여 반응액 중의 D-글루코오스를 자화(資化)시켰다. 그 후, 빵 효모를 원심분리에 의해 제거하고, 얻어지는 상청을 농도 1M의 수산화 나트륨 수용액을 사용해서 pH 7.5로 조정한 후, 『응용 당질 과학회지』, 제 42권, 231 내지 236 페이지(1995년)에 기재한 방법에 의해 조제한 바실루스 sp.(Bacillus sp.) T3 유래의 트레할라아제를 고형물 1그램당 10 단위 가하고, 45℃에서 24시간 반응시켜 용액 중의 트레할로오스를 D-글루코오스로 가수분해하였다. 이어서, 얻어진 반응액을 약 100℃로 가열하고, 입상의 수산화 나트륨을 소량씩 나누어서 첨가하고, pH를 10 내지 11로 유지하면서 약 100℃에서 1시간 유지하여 D-글루코오스 등의 환원당을 분해하였다.

[0071] 얻어지는 용액을 염산으로 중화한 후, 통상적인 방법에 따라서 활성탄으로 탈색하고, 여과하여 H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 더욱 농축해서 고형물 농도 약 80%(w/w)의 시럽을 원료 고형물당 수율 약 25%로 얻었다. GC 법으로 분석한 결과, 이 시럽 중에는, 고형분당 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 88.1%(w/w), 글리세롤을 7.5%(w/w), 트레할로오스를 1.0%(w/w) 및 그 밖의 당질을 3.4%(w/w) 함유하고 있었다. 이 시럽을 유리판 위에 펼쳐서 항온기 내에 넣고, 상압하에서 40℃에서 2일간 방치한 결과, 도 2의 사진에 나온 바와 같은 기둥형상의 결정상 물질이 생성되었다. 이 결정상 물질을 함유하는 시료의 전체량을 유리제 유발(乳鉢)에 넣고, 또한, 100ml의 85%(v/v) 에탄올 수용액을 가하여 결정상 물질을 깨뜨리면서 세정하였다. 이것을 유리제 필터 위로 옮기고, 흡인 여과하여 필터 위에 남은 결정상 물질을 다시 100ml의 85%(v/v) 에탄올 수용액으로 세정하고, 흡인 여과하였다. 필터 위의 결정상 물질을 회수하고, 40℃에서 16시간진공건조하여 분말상의 결정상 물질을 원료 고형분당 수율 약 17%로 얻었다. 얻어진 결정상 분말을 GC법으로 분석한 결과, 고형분당 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 98.4%(w/w) 함유하고 있었다.

[0072] [실험 4] <분말 X선 회절에 의한 분석>

[0073] 실험 3에서 얻은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 결정상 분말을 시료로 하고, 분말 X선 회절장치(상품명 『가이거폴렉스 RAD-II X』, 일본국의 理學電機 주식회사 제조)를 사용하여 CuK α 선을 X선으로 하는 분말 X선 회절법으로 분석함으로써, 적어도 회절각(2 θ) 13.4°, 17.4°, 19.7° 및 22.3°에서 피크를 가진 X선 회절 스펙트럼(도 3)을 얻었다. 이 X선 회절장치에 부속되는 컴퓨터 프로그램 『RuLand법에 의한 결정화도 해석 프로그램』을 이용하여 이 분말의 결정화도를 계산한 결과, 약 72.5%이었다. 이들 결과로부터, 이 분말은 CuK α 선을 X선으로 하는 분말 X선 회절법으로 분석했을 때, 적어도 회절각(2 θ) 13.4°, 17.4°, 19.7° 및 22.3°에서 피크를 가진 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드인 것이 밝혀졌다.

[0074] [실험 5] <수분측정>

[0075] 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말을 시료로 하고, 칼피셔법으로 수분을 측정한 결과, 그 수분은 5.4%(w/w)이었다. 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 1합수 결정으로서의 이론 수분값이 5%(w/w)이므로, 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드는 1합수 결정인 것으로 결론되었다.

[0076] [실험 6] <융점 측정>

[0077] 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말을 시료로 하고, 융점측정 장치(상품명 『MP-21』, 야마토 과학 주식회사 제조)를 사용해서 융점을 측정한 결과, 그 융점은 119℃ 내지 123℃인 것이 밝혀졌다. 이

값은 비특허 문헌 2에 개시된 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 결정의 융점인 165℃ 내지 170℃인 것과는 분명히 다르므로, 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 비특허 문헌 2에 개시된 결정은 전혀 다른 것이라고 할 수 있다.

[실험 7] <적외선 흡수 스펙트럼 측정>

실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말을 시료로 하고, 적외 분광 광도계(상품명 『FTIR-8200』, 일본국의 주식회사 島津제작소 제조)를 사용하여 KBr 정제법(錠劑法)으로 측정한 결과, 도 1에 나타내는 적외선 흡수 스펙트럼이 얻어졌다.

[실험 8] <시차 주사 열량계(DSC)에 의한 분석>

실험 3에서 얻은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 결정상 분말 4.4mg을 알루미늄 용기에 넣어서 밀봉하고, 시차 주사(示差走査) 열량계(상품명 『DSC 2200』, 세이코 인스트루먼트 주식회사 제조)를 사용해서 DSC 분석을 하였다. DSC 분석은, 30℃로부터 200℃까지의 온도범위에서 매분 10℃씩 승온시키는 온도 프로그램에 의해서 하였다. 얻어진 분석 결과를 도 4에 나타내었다. 이 분말은 상기 조건하에서 DSC 분석했을 때, 약 118℃ 내지 약 138℃의 범위에서 흡열 피크를 가진 것이 밝혀졌다.

[실험 9] <물에 대한 포화농도>

증류수 10ml에, 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말을 과잉량 넣고, 25℃ 또는 40℃에서 48시간 교반한 후, 수용액중의 미용해물을 0.45 μ m 필터로써 여과하여 제거하고, 여액(포화용액)을 각각 회수하였다. 얻어진 2종류의 포화용액의 수분량을 『식품 위생검사 지침』(일본국 후생성 감수, (社)일본 식품위생 협회 출판, 1991년)에 기재한 건조 조제법(助劑法)을 이용해서 측정함으로써 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 포화농도를 구하였다. 그 결과, α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 물에 대한 포화농도는, 무수물 환산으로, 25℃에서 68.9%(w/w), 40℃에서 71.8%(w/w)인 것이 밝혀졌다.

삭제

[실험 10] <결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 흡습 시험>

미리 정밀하게 저울로 무게를 달아 둔 복수의 알루미늄제 칭량(稱量) 캔에, 실험 3에서 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말을 약 0.5g씩 넣어서 각각 정밀하게 무게를 저울로 달고, 그 전체 중량으로부터 칭량 캔의 중량을 뺀 중량을 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말의 시험 개시 중량으로 하였다. 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말이 들어 있는 칭량 캔을 미리 상대습도 33% 내지 90%로 조습(調濕)해 둔 유리제 데시케이터에 각각 넣고, 소정의 습도로 유지하면서 25℃에서 1일 내지 7일간 보존하였다. 흡습 시험 종료 후, 각 칭량 캔의 무게를 정밀하게 저울로 달고, 시험 개시 중량에 대한 중량 증가분을 계산하여 흡습량(%)을 구하였다. 또한, 흡습 시험중, 결정 분말의 성상을 육안 관찰하였다. 그것들의 결과를 표 1에 정리하였다.

[표 1]

상대 습도 (%)	보존 1일		보존 2일		보존 3일		보존 7일	
	흡습량 (%)	성상	흡습량 (%)	성상	흡습량 (%)	성상	흡습량 (%)	성상
90	6.9	일부 조해	11.8	일부 조해	19.2	조해	42.1	조해
84	3.2	고결	4.4	고결	6.1	고결	11.0	고결
75	0.1	변화없음	0.1	변화없음	0.1	변화없음	0.2	변화없음
60	0.1	변화없음	0.1	변화없음	0.1	변화없음	0.2	변화없음
53	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.1	변화없음
43	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.0	변화없음
33	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.0	변화없음	0.0	변화없음

표 1의 결과로부터 명백한 바와 같이, 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말은 상대습도 90% 및 84%의 보존 조건하에서는 흡습하고, 조해 또는 고결했지만, 상대습도 75% 이하의 보존 조건하에서는 흡습하지 않고, 결정 분말의 성상에 변화가 보여지지 않았다. 이 결과와, 후술하는 실험 11의 표 2에 나타내는 비정질 α -D-글루

코실 α-D-갈락토시드 분말의 흡습 시험 결과를 대비하면, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말은 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말에 비하여 흡습하기 어려운 안정한 결정 분말인 것을 알 수 있다.

[실험 11] <비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 흡습 시험>

실험 3에서 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말을 물에 용해해서 농도 30 % (w/w) 수용액으로 한 후, 동결 건조하여 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말을 조제하였다. 얻어진 비정질 분말을 실험 10의 방법과 마찬가지로 하여 복수의 알루미늄 칭량 캔에 넣고, 미리 상대습도 43% 내지 90%로 조습해 둔 유리제 데시케이터에 각각 넣고 소정의 습도로 유지하면서 25℃에서 1일 내지 7일간 보존하였다. 흡습 시험 종료 후, 실험 10과 마찬가지로 하여 흡습량(%)을 구하였다. 또한, 흡습 시험중, 각각의 분말의 성상을 육안 관찰하였다. 그리고 보존 7일째의 시료에 대해서는 실험 4에 기재한 분말 X선 회절법에 의해 각각의 분말의 성상을 확인하고, 결정이 나타난 것은 그 결정화도를 측정하였다. 그것들의 결과를 표 2에 정리하였다.

[표 2]

상대 습도 (%)	보존 1일		보존 7일			결정화도 (%)
	흡습량 (%)	성상	흡습량 (%)	성상		
		육안 관찰		육안 관찰	X선 회절법	
90	13.2	일부 조해	36.2	조해	-	-
60	3.1	표면이 습윤	2.0	고화	1함수 결정	71
53	3.5	표면이 습윤	1.8	고화	1함수 결정	67
43	4.5	고결	6.3	고결	비정질	-

표 2의 결과로부터 명백한 바와 같이, 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말과는 다르고, 상대습도 43~90%의 보존 조건하에서 현저하게 흡습하고 고결, 습윤, 고화 또는 조해하여, 분말의 성상이 경시적으로 크게 변화되는 것이 밝혀졌다. 상세하게는, 상대습도 60% 및 53%의 보존 조건하에서는, 보존 1일째에 있어서 분말 표면이 습윤하고, 보존 7일째에는 분말 전체가 고화해 있었다. 고화한 시료를 분석한 결과, 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드가 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 1함수 결정으로 변화되어 있는 것이 밝혀졌다. 이 결정의 용점을 측정한 결과, 119℃ 내지 123℃이었다. 또한, 상대습도 43%에서는, 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말은 흡습하여 분말 전체가 고결하여 있었지만, 비정질의 상태는 유지되어 있었다. 그리고 본 실험에서 생성한 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 결정은 수분을 흡수해서 결정으로 변환한 것, 및 그 X선 해석의 패턴이 실험 4에서 측정한 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 1함수 결정의 그것과 일치한 것으로부터 1함수 결정이라고 결론지었다.

이상의 결과로부터, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말은 상대습도 75% 이하의 조건하에서 실질적으로 흡습하지 않고 성상이 안정하여, 취급이 용이한 것이 밝혀졌다. 즉, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말은 종래의 비정질 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말에 비하여 우수한 내흡습성을 가지고 있는 것이 밝혀졌다.

이하, 실시예 A에 의해 본 발명의 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드의 제조 방법을 설명한다.

[실시예 A-1] <결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말>

트레할로오스를 5%(w/w), D-갈락토오스를 2.5%(w/w) 및 5mM의 인산 2수소 나트륨을 함유하는 수용액을 pH 5.0로 조정하고, 여기에 실험 1의 방법으로 조제한 트레할로오스 포스포릴라아제를 트레할로오스 1g당(當) 15 단위가 되도록 첨가하여, 60℃에서 72시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 95℃에서 30분간 가열하여 효소를 실활시킨 후, 온도 45℃로 냉각하고, pH를 7.5로 조정하고, 여기에 바실루스 sp.(Bacillus sp.) T3 유래의 트레할라아제(일본국의 주식회사 林原 생물화학 연구소 제조)를 고형물 1 그램당 10 단위 가하고, 45℃에서 24시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 90℃에서 30분간 가열하고 효소를 실활시킨 후, 시판 빵 효모를 고형물 중량당 습중량으로 5%가 되도록 가하고, 1N-수산화 나트륨 용액을 사용해서 반응액을 pH 5 내지 6으로 제어하면서 27℃에서 6시간 유지하여 반응액 중의 D-글루코오스를 자화(資化)시켰다. 빵 효모를 원심분리에 의해 제거한 상청을, 통상적인 방법에 따라, 활성탄으로 탈색하고, 여과하여 H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 더욱 농축함으로써 고형물 농도 약 45%(w/w)의 당액을 얻었다.

이 당액 중의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유율을 높이기 위해서, 알칼리 금속형 강산성 캐타이온 교환 수지(롬·앤드·하스·저팬 주식회사제, 상품명 『XT-1016』, Na형, 가교도 4%)를 사용하고, 물에 현탁해서 내

경 3cm, 길이 1m의 재킷 부착 스테인레스제 칼럼 4개에 충전하고 직렬로 연결하여, 수지층 전장(全長)이 약 4m 이 되도록 하였다. 칼럼 내 온도를 40℃로 유지하면서, 당액을 수지에 대하여 5%(v/v) 가하고, 여기에 40℃의 온수를 SV 0.15의 유속으로 흘려서 분획하여 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 고함유 획분을 채취하고, 이것을 농도 약 85%(w/w)로 농축해서 결정 석출기에 넣고, 종정으로서의 본 발명의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 1 함수 결정 분말을 약 1%(w/w) 가하여 교반하면서 서냉함으로써 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 결정석출시켰다. 이어서, 바스켓형 원심분리기에서 분밀(分蜜)하고, 결정을 소량의 물로 스프레이해서 세정하여 건조함으로써, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말을 원료 고형물당 수율 약 10%로 얻었다.

[0100] 이 제품은, 고형물당 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 약 99%(w/w) 함유하는 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말이며, 융점을 측정한 결과, 119℃ 내지 123℃이었다.

[0101] 이 제품은 흡습성이 낮고, 취급이 용이하며, 실질적으로 환원성을 나타내지 않아 안정하고, 맛의 질이 양호한 감미, 적당한 점도, 보습성을 가지므로, 감미제, 정미 개량제, 안정제, 비피더스균 증식 촉진제, 미네랄 흡수 촉진제 등으로서, 널리 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등 각종 조성물에 유리하게 이용할 수 있다.

[0102] [실시에 A-2] <결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말>

[0103] 트레할로오스 및 D-갈락토오스를 각각 5%(w/w) 및 5mM의 인산 2수소 나트륨을 함유하는 수용액을 pH 5.0로 조정하고, 여기에 실험 1의 방법으로 조제한 트레할로오스 포스포릴라아제를 트레할로오스 1g당 15 단위가 되도록 첨가하고, 60℃에서 72시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 95℃에서 30분간 가열하여 효소를 실활시킨 후, 45℃로 냉각하고 pH를 7.5로 조정하고, 여기에 바실루스 sp.(Bacillus sp.) T3 유래의 트레할라아제(일본국의 주식회사 林原 생물화학 연구소 제조)를 고형물 1 그램당 10 단위 가하고, 45℃에서 24시간 반응시켰다. 그 반응액에 수산화 나트륨을 첨가해서 pH 10 이상의 알칼리성으로 유지하면서 100℃에서 가열한 후, 냉각하고, 통상적인 방법에 따라서 활성탄으로 탈색, 여과하고, H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 더욱 농축함으로써, 고형물 농도 약 45%(w/w)의 당액을 얻었다.

[0104] 이 당액의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유율을 높이기 위해서, 실시에 A-1에 기재한 알칼리 금속형 강산성 캐타이온 교환 수지에 의한 칼럼 분획을 하여 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 고함유 획분을 채취하고, 이것을 정제하고, 더욱이 농도 약 85%(w/w)로 농축해서 결정 석출기에 넣고, 종정으로서의 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 1함수 결정 분말 약 2%(w/w)를 가해서 서냉하여 결정 석출을 약 10%의 마스크트를 얻었다. 이 마스크트를 건조탑 위의 노즐로부터 150kg/cm²의 고압으로 분무하였다. 이와 동시에, 80℃의 열풍을 건조탑의 상부로부터 송풍하여, 저부에 설치한 이송 그물 컨베이어 위에 포집하고, 컨베이어 아래로부터 40℃의 온풍을 보내면서 절망 컨베이어 위에 포집한 결정 분말을 건조탑 밖으로 서서히 이동시켜 꺼내었다. 이 꺼낸 결정 분말을 숙성탑에 충전해서 온풍을 보내면서 10시간 숙성시켜 결정화와 건조를 완료함으로써, 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말을 원료 고형물당 수율 약 12%로 얻었다.

[0105] 이 제품은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 고형물당 약 98% 함유하는 분말이며, 융점을 측정한 결과, 119℃ 내지 123℃이고, DSC 분석에서 약 118℃ 내지 약 138℃의 범위에서 흡열 피크를 나타내었다. 또한, 이 제품은 흡습성이 낮고, 취급이 용이하며, 환원성이 없고, 안정하며, 맛의 질이 양호한 감미, 적당한 점도, 보습성을 가지므로, 감미제, 정미 개량제, 안정제, 비피더스균 증식 촉진제, 미네랄 흡수 촉진제 등으로서, 널리 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등 각종 조성물에 유리하게 이용할 수 있다.

[0106] [실시에 A-3] <결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질 분말>

[0107] 트레할로오스 4%(w/w), D-갈락토오스 6%(w/w) 및 5mM의 인산 2수소 나트륨을 함유하는 수용액을 pH 5.0로 조정하고, 여기에 실험 1의 방법으로 조제한 트레할로오스 포스포릴라아제를 트레할로오스 1g당 20 단위가 되도록 첨가하여, 60℃에서 72시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 95℃에서 30분간 가열하여 효소를 실활시킨 후, 온도 45℃로 냉각하고, pH를 7.5로 조정하고, 거기에 바실루스 sp.(Bacillus sp.) T3 유래의 트레할라아제(일본국의 주식회사 林原 생물화학 연구소 제조)를 고형물 1 그램당 20 단위 가하여 45℃에서 24시간 반응시킨 후, 온도 27℃로 냉각하였다. 계속해서 시판 빵 효모를 고형물 중량당 습중량으로 10%가 되도록 가하고, 1N-수산화 나트륨 용액을 사용해서 이 반응액을 pH 5 내지 6으로 제어하면서 27℃에서 12시간 유지하여 반응액 중의 D-글루코오스를 자화시켰다. 빵 효모를 원심분리에 의해 제거한 후, 얻어지는 상청을 통상적인 방법에 따라서 활성탄으로 탈색하고, 여과하여 H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 더욱 농축함으로써, 고형물 농도

약 45%(w/w)의 당액을 얻었다. 이 당액의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유율을 높이기 위해서, 실시예 A-1에 기재한 알칼리 금속형 강산성 캐타이온 교환 수지에 의한 칼럼 분획을 하여 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 획분을 채취하고, 이것을 농도 약 85%(w/w)로 농축해서 결정 석출기에 넣고, 종정으로서의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 1함수 결정 분말 약 1%를 혼합한 후, 배트(vat)에서 25℃에서 5일간 정치해서 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 결정석출 고화시키고, 이어서 절삭기에서 분쇄하고, 건조하여 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 분말을 원료 고형물당 수율 약 13%로 얻었다.

[0108] 이 제품은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 고형물당 약 88% 함유하는 분말상 당질이고, DSC 분석에서 약 118℃ 내지 약 138℃의 범위에서 흡열 피크를 나타내었다. 이 특징은 용점 119℃ 내지 123℃을 가진 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 특징과 일치하고 있었다.

[0109] 또한, 이 제품은 흡습성이 낮아 취급이 용이하며, 환원성이 거의 없고, 안정하며, 맛의 질이 양호한 감미, 적당한 점도, 보습성을 가지므로, 감미제, 정미 개량제, 안정제, 비피더스균 증식 촉진제, 미네랄 흡수 촉진제 등으로서, 널리 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등 각종 조성에 유리하게 이용할 수 있다.

[0110] [실시예 A-4] <결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 분말>

[0111] 트레할로오스를 10%(w/w), D-갈락토오스를 5%(w/w) 및 5mM의 인산 2수소 나트륨을 함유하는 수용액을 pH 5.0로 조정하고, 여기에 실험 1의 방법으로 조제한 트레할로오스 포스포릴라아제를 트레할로오스 1g당 30 단위까지 되도록 첨가하고, 60℃에서 90시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 95℃에서 30분간 가열하여 효소를 실활시킨 후, 온도 45℃로 냉각하고 pH를 7.5로 조정하고, 거기에 바실루스 sp.(Bacillus sp.) T3 유래의 트레할라아제(일본국의 주식회사 林原 생물화학 연구소 제조)를 고형물 1그램당 20 단위 가하고 45℃에서 24시간 반응시켰다. 얻어진 반응액을 90℃에서 30분간 가열하여 효소를 실활시킨 후, 냉각하고, 통상적인 방법에 따라서 활성탄으로 탈색하고, 여과하여 H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 더욱 농축함으로써, 고형물 농도 약 45%(w/w)의 당액을 얻었다. 이 당액의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유율을 높이기 위해서, 실시예 A-1에 기재한 알칼리 금속형 강산성 캐타이온 교환 수지에 의한 칼럼 분획을 하여 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 획분을 채취하고, 통상적인 방법에 따라서 활성탄으로 탈색하고, 여과하여 H형 및 OH형 이온교환 수지에 의해 탈염해서 정제하고, 진공건조하고, 분쇄하여 얻어진 비정질 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 분말을 알루미늄제 배트에 펼쳐 25℃에서 상대습도 60%의 항온 조습실에 5일간 정치하여 분말 중의 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 결정화함으로써, 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 분말을 원료 고형물당 수율 약 20%로 얻었다.

[0112] 이 제품은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 고형물당 약 70% 함유하는 분말상 당질이며, DSC 분석에서 약 118℃ 내지 약 138℃의 범위에서 흡열 피크를 나타내었다. 이 특징은 용점 119℃ 내지 123℃을 가진 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 특징과 일치하고 있었다.

[0113] 또한, 이 제품은, 흡습성이 낮아 취급이 용이하며, 맛의 질이 양호한 감미, 적당한 점도, 보습성을 가지므로, 감미제, 정미 개량제, 안정제, 비피더스균 증식 촉진제, 미네랄 흡수 촉진제 등으로서, 널리 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등 각종 조성에 유리하게 이용할 수 있다.

[0114] 이어서, 실시예 B에 의해 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 또는 이것을 함유하는 당질을 함유시킨 조성에 대해서 설명한다.

[0115] [실시예 B-1] <감미제>

[0116] 실시예 A-2의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 1 중량부에 대하여, α -글리코실스테비오시드(일본국의 東洋精糖 주식회사 제조, 상품명 α -G 스위트) 0.05 중량부를 가해서 균일하게 혼합해서 분말 감미제를 제조하였다.

[0117] 이 제품은 상품의 감미로, 설탕의 약 2배의 감미를 가지고, 칼로리는 감미도당(當) 설탕의 약 2분의 1이다. 따라서, 이 제품은 저칼로리 감미료로 하여 칼로리의 섭취를 제한하고 있는 사람, 예를 들면, 비만인, 당뇨병자용의 저칼로리 음식물에 맛을 낼 때에 적절하게 이용할 수 있다. 또한, 이 제품은 충치 유발균에 의한 산의 생성도 적고, 불용성 글루칸의 생성도 적으므로, 충치를 억제하는 음식물 등의 맛을 낼 때에도 적절하게 이용할 수 있다.

- [0118] [실시예 B-2] <하드 캔디>
- [0119] 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 20 중량부에 대하여, 환원 맥아당 물엿[수분 25%(w/w)] 80 중량부 및 적당량의 물을 가해서 혼합하여 용해하고, 감압하에서 수분이 2%(w/w) 미만인 때까지 농축하고, 여기에 시트르산 1 중량부 및 적당량의 레몬 향료와 착색료를 혼화하고, 이어서, 통상적인 방법에 따라서 성형해서 하드 캔디를 제조하였다.
- [0120] 이 제품은 상품의 감미를 가지고, 흡습성이 적으며, 끈적거림을 일으키기 어려운 씹는 느낌이 좋은 하드 캔디이다.
- [0121] [실시예 B-3] <츄잉 검>
- [0122] 실시예 A-3의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 4 중량부에 대하여, D-글루코오스 3 중량부와, 연해질 정도로 가열 용융한 츄잉 검 베이스 2 중량부를 첨가해서 혼합하고, 또한 적당량의 박하 향료를 혼합한 후, 통상적인 방법에 따라서 물에 의해 섞어 개어서 성형하여 츄잉 검을 제조하였다. 이 제품은 텍스처와 풍미가 모두 우수한 제품이다.
- [0123] [실시예 B-4] <초콜렛>
- [0124] 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 15 중량부에 대하여, 카카오 페이스트 40 중량부, 카카오 버터 10 중량부, 수크로오스 10 중량부 및 전지 분유 15 중량부를 가해서 혼합하고, 리파이너를 통과시켰다. 그리고 입도를 내린 후, 콘체에 넣어, 레시틴 0.5 중량부를 가해서 50℃에서 2주야 혼련하였다. 이어서, 통상적인 방법에 따라 성형기에 부어 넣고, 성형 고화해서 초콜렛을 제조하였다.
- [0125] 이 제품은, 패트 블룸, 슈거 블룸의 우려가 없고, 혀에 올렸을 때의 녹는 상태와 풍미가 모두 양호하다.
- [0126] [실시예 B-5] <커스터드 크림>
- [0127] 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 400 중량부에 대하여, 콘스타치 500 중량부, 말토오스 500 중량부 및 식염 5 중량부를 가하여, 체(sieve)를 통과시켜서 충분히 혼합하고, 또한 계란 1,400 중량부를 가해서 교반하고, 여기에 비등한 우유 5,000 중량부를 서서히 첨가한 후, 약한 불에 올려서 교반을 계속하여 콘스타치가 완전히 호화(糊化)해서 전체가 반투명하게 되었을 때 불을 멈추고, 이어서, 냉각해서 소량의 바닐라 향료를 가해서 커스터드 크림을 제조하였다.
- [0128] 이 제품은 매끈매끈해서 광택을 가지고, 감미가 지나치게 강하지 않고 맛이 좋다.
- [0129] [실시예 B-6] <우이로>
- [0130] 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 70 중량부에 대하여, 쌀가루 90 중량부, 콘스타치 20 중량부, 설탕 20 중량부, 분말차 1 중량부 및 물 적당량을 가해서 혼련한 후, 이것을 용기에 넣어서 60분간 쪄서 분말차 우이로를 제조하였다. 이 제품은 광택이 나고, 맛이 양호하며, 풍미도 좋은 것이었다. 또한, 전분의 노화도 억제되어 장기간 안정하였다.
- [0131] [실시예 B-7] <베타라즈케>
- [0132] 실시예 A-3의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 1 중량부에 대하여, 말토오스 3 중량부, 감초 제제 0.05 중량부, 말산 0.008 중량부, 글루탐산나트륨 0.07 중량부, 소르브산 칼륨 0.03 중량부 및 폴루란 0.2 중량부를 균일히 혼합해서 베타라즈케 믹스를 제조하였다. 무 30kg을 통상적인 방법에 따라서 식염에 걸절입한 다음에 설탕으로 중절입한 것을, 위에서 얻은 베타라즈케 믹스 4kg으로 조제한 조미액에 담가서 베타라즈케를 제조하였다.
- [0133] 이 제품은 껍질이 윤기 있고, 향기도 양호하며, 적당한 감미를 가지고, 씹는 맛도 좋았다.
- [0134] [실시예 B-8] <유산균 음료>
- [0135] 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 100 중량부에 대하여, 탈지 분유 175 중량부 및 락토수크로오스 고풍유 분말(일본국의 주식회사 林原상사 판매, 등록상표 『乳果 올리고』) 50 중량부를, 물 1,200 중량부에 용해하고, 65℃에서 30분간 살균하여 40℃로 냉각 후, 여기에, 통상적인 방법에 따라, 유산균 스타터를 30 중량부 식균(植菌)하고, 37℃에서 8시간 배양해서 유산균 음료를 얻었다.
- [0136] 이 제품은 올리고 당을 함유하고, 유산균을 안정하게 유지할 뿐만 아니라, 비피더스균 증식 촉진 작용을 가진

풍미 양호한 유산균 음료이다.

[0137] [실시예 B-9] <비누>

[0138] 중량비 4대 1의 우지 및 야자 기름을 통상적인 비누화·염석법에 사용해서 얻어지는 니트 소프 96.5 중량부에, 실시예 A-3의 방법으로 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질 1.5 중량부, L-아스코르브산 2-글루코시드 0.5 중량부, 백당 0.5 중량부, 당전이 루틴(일본국의 東洋精糖 주식회사 판매, 상품명 「αG 루틴」) 0.5 중량부, 말티톨 1 중량부, 감광소 201호 0.0001 중량부와, 적당량의 향료를 가하고, 균일히 혼합한 후, 틀에 부어 넣고, 냉각·고화시켜 비누를 제조하였다.

[0139] 이 제품은 L-아스코르브산 2-글루코시드에 의한 미백 효과가 우수하고, 또한, α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질을 함유하고 있으므로, 사용 후에도 피부가 땅기지도 않아 사용감이 우수한 비누다.

[0140] [실시예 B-10] <입욕제>

[0141] 황산 나트륨 44 중량부, 탄산수소 나트륨 14 중량부, 탄산나트륨 7 중량부, 숙신산 21 중량부, A-4의 방법으로 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질 5 중량부와 적당량의 활택제, 색소 및 향료를 가하고, 균일히 혼합한 후, 타정(打錠)해서 입욕제를 제조하였다.

[0142] 이 제품은 욕조에 넣으면 발생하는 탄산 가스에 의한 혈행촉진 효과가 우수하고, 또한, α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질을 함유하고 있으므로, 입욕 후에도 피부가 끈적거리는 일도 없고, 보습성도 좋으며, 사용감이 우수한 욕용제이다.

[0143] [실시예 B-11] <헤어 토닉>

[0144] 에탄올 50 중량부, 폴리옥시에틸렌(8몰) 올레이트 1.5 중량부, 히노키티올 0.1 중량부, 글리시리진 1.0 중량부, 감광소 301호 0.01 중량부, 트레할로오스 5 중량부, 실시예 A-1의 방법으로 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말 8 중량부, 에틸파라벤 0.1 중량부, 향료 0.05 중량부, 정제수 적당량을 가해서, 통상적인 방법에 의해 헤어 토닉을 조제하였다.

[0145] 이 제품은 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하고 있으므로 보습성이 우수하고, 사용 후에도 피부가 끈적거리는 일도 없고, 사용감이 우수한 헤어 토닉이다.

[0146] [실시예 B-12] <자외선 차단용 겔>

[0147] 약 55℃로 가온한 적당량의 정제수에, 폴리아크릴산계 고분자(일본국의 住友 精化 주식회사 판매, 상품명 「아쿠엣쿠 HV505」) 1.0 중량부를 분산시키고, 40℃ 이하로 냉각 후, L-아스코르브산 2-글루코시드 2.0 중량부를 적당량의 물에 용해한 것을 첨가하고, 수산화 칼륨 0.9 중량부를 가해서 pH 6.3으로 하였다. 여기에, 실시예 A-2의 방법으로 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 분말 1.0 중량부, 진한 글리세린 6.0 중량부, 1,3-부틸렌글리콜 2.0 중량부, 디프로필렌글리콜 3.0 중량부, 소르비톨 1.3 중량부, 폴리에틸렌글리콜(400) 1.5 중량부, 1,2-헨단디올 3.1 중량부를 첨가해서 용해하고, 정제수를 가해서 총량을 100 중량부로 하여 자외선 차단용 겔을 조제하였다.

[0148] 이 제품은 미백 효과가 우수한 겔 화장품이다. 또한, 이 제품은 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드를 함유하고 있으므로 보습성이 우수하다. 그리고 디프로필렌글리콜과 폴리에틸렌글리콜을 배합하고, pH를 5.9~7.0 사이로 유지함으로써 L-아스코르브산 2-글루코시드를 배합한 겔에서 보이는 도포 후의 물방울이나 때의 발생도 없고, 투명하며 칠하는 기분도 좋고, 도포 후의 끈적거림이 없어 사용감이 우수하다. 또한, 이 제품은 장기간 보존해도 pH 변화, 점도저하, 착색이 나타나지 않는 안정한 겔이다.

[0149] [실시예 B-13] <화장수>

[0150] 글리시리진산 디칼륨 0.2 중량부, 시트르산 0.1 중량부, 시트르산 나트륨 0.3 중량부, 실시예 A-4의 방법으로 얻은 결정 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질 2.0 중량부, 에탄올 5.0 중량부, 감광소 201호 0.0001 중량부, 에틸파라벤 0.1 중량부, 물을 가해서 총량을 100 중량부로 해서 혼합 용해하여 화장수를 조제하였다.

[0151] 이 제품은 α-D-글루코실 α-D-갈락토시드 함유 당질을 함유하고 있으므로, 보습성이 우수함과 아울러, 피부에 대한 자극성이 낮으므로, 과민증을 우려함이 없이 피부 거칠음, 피부 자극이나 가려움의 예방 등에 이용할 수 있다. 또한, 피부에 도포해도 끈적거리는 감이 없어 사용감이 우수한 화장수이다.

[0152] [실시예 B-14] <린스>

- [0153] 유동 파라핀 2.5 중량부, 미리스트산 0.5 중량부, 세탄올 1.5 중량부, 모노스테아르산 글리세린 3 중량부, 라우로일글루탐산 폴리옥시에틸렌옥틸 도데실 에테르 디에스테르 1 중량부, 피로글루탐산 이소스테아르산 폴리옥시에틸렌글리세릴 0.5 중량부를 가열 혼합한 것에, 실시예 A-3의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질 3 중량부, 1,3-부틸렌글리콜 3 중량부, 감광 색소 301호 0.01 중량부, 라우로일-L-리진 2.5 중량부, 지방산 1-아르기닌에틸피롤리돈카르복시산염 0.5 중량부, 염화 스테아릴트리메틸암모늄 0.5 중량부, 당전이 루틴 0.1 중량부, 피롤리돈카르복시산 나트륨 1 중량부, 센브리 엑스 1 중량부에 정제수 74 중량부를 첨가해서 가열 혼합한 것을 혼합하고, 통상적인 방법에 의해, 유화해서 린스를 조제하였다.
- [0154] 이 제품은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 함유 당질을 함유하고 있으므로, 글리세린을 사용하고 있지 않은데도 불구하고 보습성이 우수함과 아울러, 끈적거리는 감이 없는 사용감이 우수한 린스이다.
- [0155] [실시예 B-15] <스킨 크림>
- [0156] 실시예 A-1의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 4 중량부에 대하여, 모노스테아르산 폴리옥시에틸렌글리콜 2 중량부, 자기 유화형 모노스테아르산 글리세린 5 중량부, α -글리코실루틴 2 중량부, 유동 파라핀 1 중량부, 트리옥탄산 글리세릴 10 중량부 및 방부제의 적당량을 가하고, 이것을 통상적인 방법에 따라서 가열 용해하고, 또한 1,3-부틸렌글리콜 5 중량부 및 정제수 66 중량부를 가하여 호모게나이저에서 유화하고, 적당량의 향료를 가해서 교반 혼합하여 스킨 크림을 제조하였다.
- [0157] 이 제품은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 함유하고 있으므로, 보습성이 우수하고, 퍼짐이 좋은 크림으로서, 자외선 차단, 피부 미화제, 색백제 등으로서 유리하게 이용할 수 있다.
- [0158] [실시예 B-16] <치약>
- [0159] 실시예 A-2의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 12 중량부에 대하여, 제2 인산 칼슘 45 중량부, 라우릴 황산 나트륨 1.5 중량부, 글리세린 25 중량부, 폴리옥시에틸렌소르비탄라우레이트 0.5 중량부, 사카린 0.02 중량부, 방부제 0.05 중량부 및 물 16 중량부를 혼합해서 치약을 얻었다.
- [0160] 이 제품은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 함유하고 있으므로, 적당한 점도를 가지고, 사용감이 우수하며, 게다가, 광택, 세정력도 양호한 치약이다.
- [0161] [실시예 B-17] <경관 영양제>
- [0162] 실시예 A-1의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 80 중량부와, 건조 난황 190 중량부, 탈지 분유 209 중량부, 염화 나트륨 4.4 중량부, 염화 칼륨 1.85 중량부, 황산 마그네슘 4 중량부, 티아민 0.01 중량부, 아스코르브산 나트륨 0.1 중량부, 비타민 E 아세테이트 0.6 중량부 및 니코틴산 아마이드 0.04 중량부로 된 배합물을 조제하였다. 이 배합물을 25g씩 라미네이트 알루미늄제 소포에 충전하고, 히트 실해서 제품을 얻었다.
- [0163] 이 제품은 1자루분을 약 150 내지 300ml의 물에 용해해서 영양 보급액으로 하여 경관(經管) 방법에 의해, 비강, 식도, 위 등에 투여해서 사용한다.
- [0164] [실시예 B-18] <외상치료용 연고>
- [0165] 매크로골(400) 450 질량부, 카르복시비닐 폴리머 3 질량부, 폴루란 1 질량부, 이소프로판올 400 질량부에 대하여 글루콘산 클로로헥시딘액 1 질량부를 가해서 진공 혼합 교반하고, 여기에 실시예 A-1의 방법으로 얻은 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 분말 70 질량부, 수산화 나트륨 3 질량부, 정제수 77 질량부를 첨가해서 혼합하여 적당한 퍼짐성, 부착성을 가진 외상치료용 연고를 얻었다.
- [0166] 이 제품은 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드를 함유하고 있으므로, 보습성이 우수하고, 사용 후 끈적거리는 일도 없고, 도포하는 기분도 좋으며, 창면에 직접 도포하거나, 거즈 등에 도포하는 등으로 해서 환부에 사용함으로써 베인 상처, 생채기, 화상, 무좀, 동상 등의 외상을 치료할 수 있다.

발명의 효과

- [0167] 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질은 현저하게 흡습성이 낮은 우수한 특징을 가지고 있다. 따라서 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질은 흡습성이 낮고, 고결이나 조해를 일으키기 어려우며, 유동성을 쉽사리 상실하지 않고, 보존 안정성이 우수하다. 또한, 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드 및 이것을 함유하는 당질은 상품의 감미를 가진 감미제, 정미 개량제, 품질 개

량제, 보디 부여제, 점도 조절제, 보습제, 광택 부여제 등으로서, 더욱이는 영양 보급제 등으로서, 널리 음식물, 화장품, 의약 부외품, 의약품, 생활 용품, 농림수산 용품, 시약, 화학공업 용품 등의 각종 조성물에 유리하게 이용할 수 있다.

[0168] 또한, 본 발명의 제조 방법 및 변환방법에 의하면, 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드와 이것을 함유하는 당질을 공업적으로 대량으로, 또한 염가로 제조할 수 있다.

[0169] 이와 같이, 본 발명은, 식품, 화장품, 의약 부외품, 의약품 분야뿐만 아니라, 생활 용품, 농림수축산 용품, 시약, 화학공업 용품 등의 각종 분야에 공헌하는 바, 실로 다대한 의의가 있는 발명이다.

도면의 간단한 설명

[0001] 도 1은 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 적외선 흡수 스펙트럼이다.

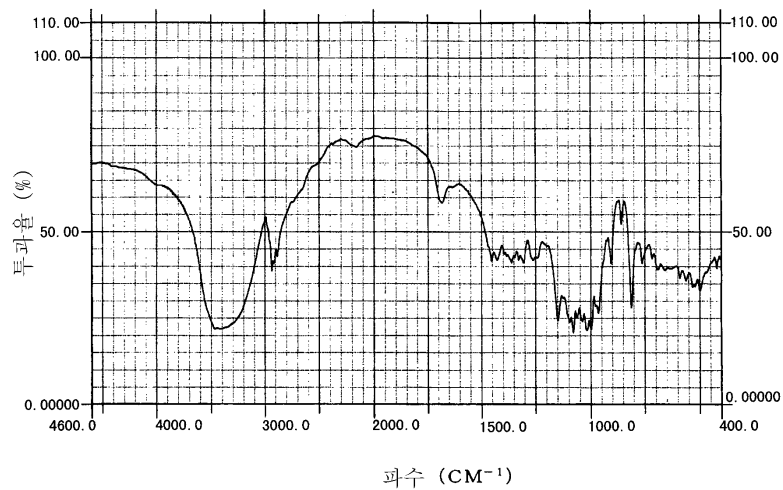
[0002] 도 2는 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 기둥형상 결정 사진이다.

[0003] 도 3은 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 분말 X선 회절 스펙트럼이다.

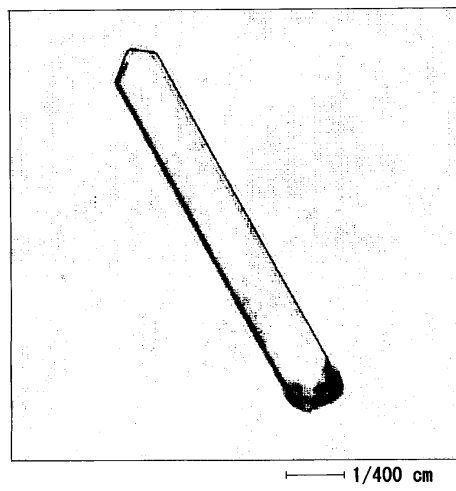
[0004] 도 4는 본 발명의 결정 α -D-글루코실 α -D-갈락토시드의 시차 주사 열량계 분석 도이다.

도면

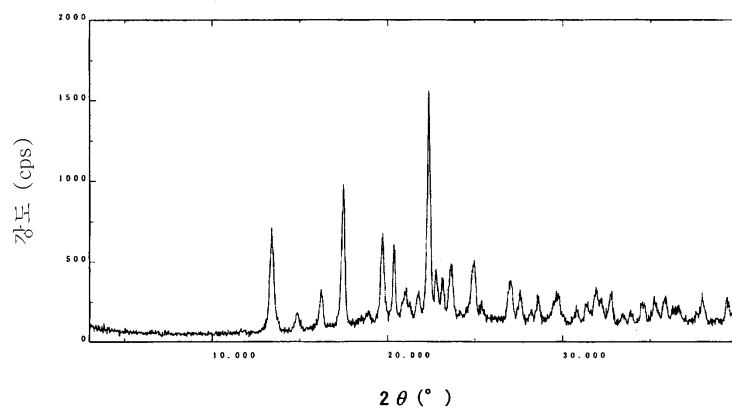
도면1



도면2



도면3



도면4

