



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년12월01일
(11) 등록번호 10-1795949
(24) 등록일자 2017년11월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08B 1/00 (2006.01) A23L 1/308 (2006.01)
C08B 37/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08B 1/00 (2013.01)
A23L 33/21 (2016.08)
(21) 출원번호 10-2016-0089840
(22) 출원일자 2016년07월15일
심사청구일자 2016년07월15일
(56) 선행기술조사문헌
US5705216 A
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
경상대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
양재경
경상남도 진주시 강변길 31, 103동 402호 (가좌동, 가호 에일린의 뜰 아파트)
정지영
경상남도 사천시 향촌1길 15-9, 가동 403호 (향촌동, 에이스빌라)
(74) 대리인
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 이예리

(54) 발명의 명칭 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법

(57) 요약

본 발명은 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법에 관한 것으로서, 상기 식이섬유는 목질원료 칩에 폭쇄처리 및 알칼리 화합물과 과산화수소를 동시에 처리함으로써 시중 판매되는 식이섬유 제품에 비해 식이섬유의 물리적 특성인 수분흡착력과 Oil 흡수력을 증가시켜 장건강 중에서도 특히 배변활동 등을 원활하게 할 수 있는 효과를 제공한다.

대표도 - 도3



(52) CPC특허분류

C08B 37/0003 (2013.01)

A23V 2002/00 (2013.01)

A23V 2200/32 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

Biotechnology and Bioengineering. 2002, 제77권 제6호 제678-684면.

KR100785367 B1

KR100888492 B1

JP2005087987 A

The American Journal of Chinese Medicine 2006 제34권 제1호 제87-97면.

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 S211315L010140

부처명 산림청

연구관리전문기관 산림청

연구사업명 임업기술연구개발

연구과제명 목질 유래 기능성 섬유소 및 복합체의 생산·이용 기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 경상대학교 산학협력단

연구기간 2015.06.17 ~ 2016.06.16

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

소나무를 분쇄하여 칩(Chip)을 준비하는 단계(제1단계);

상기 칩을 5 내지 9일 동안 실온에서 자연건조 시키는 단계(제2단계);

상기 자연건조 시킨 칩을 폭쇄처리하는 단계(제3단계);

상기 폭쇄처리된 칩에 40 내지 120℃에서 3 내지 7 중량% 농도의 수산화나트륨(NaOH) 및 2 내지 6 중량% 농도의 과산화수소를 동시에 처리하는 단계(제4단계); 및

상기 수산화나트륨 및 과산화수소가 처리된 칩에 산을 처리하여 중화시키는 단계(제5단계);를 포함하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 제3단계는,

상기 자연건조 시킨 칩을 200 내지 250℃에서 15 내지 35 kg/cm²의 수증기 압력으로 30초 내지 15분 동안 폭쇄처리하는 것을 특징으로 하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

청구항 1에 있어서,

상기 산은,

초산(CH₃COOH), 황산(H₂SO₄) 및 염산(HCl)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 제5단계는,

상기 수산화나트륨 및 과산화수소가 처리된 칩에 8 내지 12 중량% 농도의 산을 처리하여 중화시키는 것을 특징으로 하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법.

청구항 10

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 식이섬유는 사람의 효소계에 의해서는 소화될 수 없는 섬유상 물질을 총칭하며, 대부분 식물에 의해 만들어진 비전분계 물질로 구성된다. 가장 중요한 식이섬유로 거론되는 것이 셀룰로오스, 헤미셀룰로오스, 리그닌, 펙틴 및 검류 등이 있다. 인체의 장 및 대사성 질환의 발생 방지에 크게 관여하는 것으로 알려져 크게 주목받아 왔으며, 최근 각종 새로운 식이섬유원 탐색을 위한 활발한 연구가 수행되고 있다.

[0003] 식이섬유는 식품산업에서 젤리 등의 디저트 제품, 캔디 등의 기호식품, 잼 등의 보조식품을 비롯하여 음료, 유제품, 저장성 유제품 등에 기능성 재료로서 주로 사용되고 있다. 최근에는 기능성 화장품, 건강보조식품 및 의약품 전구체 등으로의 수요가 급격히 늘고 있다.

[0004] 최근 급격한 수요에 대응하여 증기 폭쇄법, 알칼리 처리법 등이 연구되고 있으나, 식이섬유의 물리적 특성을 개선하기 위한 처리법에 대해서는 현재 진무한 실정이다.

[0005] 따라서 식이섬유 제조방법에 있어서, 소화관 운동 촉진, 장건강 촉진 등에 영향을 줄 수 있는 처리법에 대해 연구 개발하는 것이 시급한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2012-0073730호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은 목질원료에 폭쇄처리 및 알칼리 화합물과 과산화수소를 동시에 처리함으로써 식이섬유의 물리적 특성인 수분흡착력과 Oil 흡수력을 증가시켜 생리활성 기능 중 장건강에 효과적인 식이섬유 제조방법을 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 목질원료를 분쇄하여 칩(Chip)을 준비하는 단계(제1단계); 상기 칩을 수침지 또는 자연건조 시키는 단계(제2단계); 상기 수침지 또는 자연건조 시킨 칩을 폭쇄처리하는 단계(제3단계); 상기 폭쇄처리된 칩에 알칼리 화합물 및 과산화수소를 처리하는 단계(제4단계); 및 상기 알칼리 화합물 및 과산화수소가 처리된 칩에 산을 처리하여 중화시키는 단계(제5단계);를 포함하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법을 제공한다.

[0009] 또한 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 것을 특징으로 하는, 목질원료를 이용한 식이섬유를 제공한다.

발명의 효과

[0010] 본 발명에 따른 제조방법에 따라 제조된 식이섬유는 시중에 판매되는 식이섬유 제품에 비해 수분흡착력과 Oil 흡수력을 증가시킴으로써 장건강 중에서도 특히 배변활동 등을 원활하게 할 수 있는 효과를 제공한다.

도면의 간단한 설명

- [0011] 도 1은 실험에 사용된 증기폭쇄 처리 장치(pilot plant)를 나타낸 사진이고,
 도 2는 당분석에 사용된 알디톨 아세테이트 유도체 표준품의 크로마토그램을 나타낸 도면이며,
 도 3은 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 육안적 변화를 나타낸 도면이고,
 도 4는 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 추출물 함량 변화를 나타낸 도면이며,
 도 5는 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 회분 함량 변화를 나타낸 도면이고,
 도 6은 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 단백질 함량 변화를 나타낸 도면이며,
 도 7은 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 리그닌 함량 변화를 나타낸 도면이고,
 도 8은 폭쇄처리 조건에 따른 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 탄수화물 함량 변화를 나타낸 도면이며,
 도 9는 폭쇄처리 조건에 따른 소나무 (*Pinus densiflora*) 칩의 α -cellulose 함량 변화를 나타낸 도면이고,
 도 10은 소나무(*Pinus densiflora*) 칩의 폭쇄처리 조건에 따른 물질 밸런스(mass balance)를 나타낸 도면이며,
 도 11은 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 리그닌 추출에 있어서 알칼리 농도, 과산화수소 농도 및 반응온도에 따른 반응모델의 3차원 반응표면그래프를 나타낸 도면이고,
 도 12는 귀리, 글루코만난, 차전자피 및 제조된 섬유소를 나타낸 도면이며,
 도 13은 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 수분흡착력 및 오일 흡수력에 있어서 알칼리 농도, 과산화수소 농도 및 반응온도에 따른 반응모델의 3차원 반응표면그래프를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0012] 이하, 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- [0013] 본 발명의 발명자들은 목질원료에 폭쇄처리 및 알칼리 화합물과 과산화수소를 동시에 처리함으로써 얻어지는 식 이섬유는 시중에 판매되는 제품에 비해 수분흡착력과 Oil 흡수력을 증가시킴으로써 장건강 중에서도 특히 배변 활동 등을 원활하게 할 수 있음을 밝혀내어 본 발명을 완성하였다.
- [0014] 본 발명은, 목질원료를 분쇄하여 칩(Chip)을 준비하는 단계(제1단계); 상기 칩을 수침지 또는 자연건조 시키는 단계(제2단계); 상기 수침지 또는 자연건조 시킨 칩을 폭쇄처리하는 단계(제3단계); 상기 폭쇄처리된 칩에 알칼리 화합물 및 과산화수소를 처리하는 단계(제4단계); 및 상기 알칼리 화합물 및 과산화수소가 처리된 칩에 산을 처리하여 중화시키는 단계(제5단계);를 포함하는, 목질원료를 이용한 식이섬유 제조방법을 제공한다.
- [0015] 상기 목질원료는, 소나무, 참나무, 편백나무, 상수리나무, 갈참나무, 졸참나무, 신갈나무, 굴참나무 및 떡갈나무로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0016] 상기 제2단계는, 상기 칩을 0.5 내지 1.5일 동안 수침지 시킬 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0017] 상기 제2단계는, 상기 칩을 5 내지 9일 동안 실온에서 자연건조 시킬 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0018] 상기 제3단계는, 상기 수침지 또는 자연건조 시킨 칩을 200 내지 250℃에서 15 내지 35 kg/cm²의 수증기 압력으로 30초 내지 15분 동안 폭쇄처리 할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0019] 상기 제4단계는, 상기 폭쇄처리된 칩을 40 내지 120℃에서 3 내지 7 중량% 농도의 알칼리 화합물 및 2 내지 6 중량% 농도의 과산화수소 처리할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0020] 상기 알칼리 화합물은, 수산화나트륨(NaOH), 수산화칼륨(KOH) 및 아황산나트륨(Na₂SO₃)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0021] 상기 산은, 초산(CH₃COOH), 황산(H₂SO₄) 및 염산(HCl)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0022] 상기 제5단계는, 상기 알칼리 화합물 및 과산화수소가 처리된 칩에 8 내지 12 중량% 농도의 산을 처리하여 중화시킬 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0023] 또한 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 것을 특징으로 하는, 목질원료를 이용한 식이섬유를 제공한다.

[0024] 이하, 하기 실시예에 의해 본 발명을 보다 상세하게 설명한다. 다만, 이러한 실시예에 의해 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

[0025] <실시예 1> 소나무의 폭쇄처리 및 알칼리 처리에 따른 식이섬유 제조

[0026] 1. 공시재료

[0027] 본 발명에 사용된 공시재료는 소나무(*Pinus densiflora*)를 사용하였으며, 폭쇄처리를 위한 시료는 2 cm × 3 cm의 크기의 칩을 이용하였고, 상기 시료를 7일 동안 실온에서 자연건조 또는 1일 동안 증류수에 함침 시킨 후 사용하였으며, 분석시료는 60℃ 항온건조기에서 48시간 건조 후 윌리스 밀로 분쇄한 다음 40 mesh pass/80 mesh on 크기의 시료를 사용하였다.

[0028] 2. 폭쇄처리

[0029] 폭쇄처리는 50 L 반응조(reaction vessel)가 장착된 파일럿 플랜트 규모(pilot plant scale) 수준의 폭쇄 시스템에서 수행하였으며, 폭쇄처리 조건은 원료의 건조상태, 반응시간을 달리하여 8가지 조건으로 설정하여 수행하였다.

[0030] 폭쇄처리 조건은 25 kg/cm² (225℃)의 수증기 압력으로 1분(*Ro* 3.68), 3분(*Ro* 4.16), 7분(*Ro* 4.53), 및 13분(*Ro* 4.79) 동안 각각 처리하였고, 폭쇄처리된 시료는 60℃ 항온건조기에서 48시간 건조시켰다.

[0031] 변수들을 통합하여 단일변수로 나타낼 수 있는 엄격계수(이하 'severity factor', log *Ro*)는 하기 수학적 식 1로 나타낼 수 있다.

[0032] [수학적 식 1]

$$Ro = \int_0^t \exp[(Tr - Tb) / 14.75] dt$$

[0033]

[0034] 상기 *Ro*, *t*, *Tr*, *Tb*, 및 14.75는 각각 반응 세로좌표, 반응시간, 머무름 온도(Retention temperature, ℃), 100℃에서 기저온도(base Temperature at 100℃), 및 활성화에너지 수치를 나타낸 것이다.

[0035] 하기 표 1은 자연건조(Air-dry) 및 수침지(Water impregnation)된 소나무 칩의 폭쇄처리 조건을 나타낸 것이다.

표 1

[0036]

Sample number	Temperature (℃)	Condition	Reaction time (min)	Severity factor(log <i>Ro</i>)
1	225	Air-dry	1	3.68
2	225	Air-dry	3	4.16
3	225	Air-dry	7	4.53
4	225	Air-dry	13	4.79
5	225	Water impregnation	1	3.68
6	225	Water impregnation	3	4.16
7	225	Water impregnation	7	4.53
8	225	Water impregnation	13	4.79

[0037] 3. 알칼리 처리

[0038] 상기 폭쇄처리하여 건조된 시료를 118℃의 온도에서 NaOH 농도 6.4 중량%, 및 과산화수소 농도 4.1 중량%를 처리하였다.

[0039] 4. 중화 처리

[0040] 알칼리처리된 시료는 여과하여 잔사와 액으로 분리하였고, 상기 잔사는 pH 7이 될 때까지 초산 농도 10 중량%와

증류수로 세척하여 식이섬유를 제조하였다.

[0041] <실험예 1> 간벌목 및 피해목에 적합한 폭쇄처리 조건 탐색

[0042] 1 Severity value 모델링 적용에 따른 폭쇄처리 조건 도출

[0043] 도 3을 참조하면, 고정된 온도 조건에서 시료의 건조 상태와 반응시간을 달리하여 8가지 조건으로 설정된 Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 육안적 변화를 나타내고 있다.

[0044] A-severity factor 3.68, A-severity factor 4.16, A-severity factor 4.53, 및 A-severity factor 4.79는 소나무 칩을 기건상태로 7일 동안 자연 건조시킨 후, 동일한 온도(225℃)에서 시간을 1분, 3분, 7분, 및 13분으로 달리하여 폭쇄처리하였다.

[0045] 또한 W-severity factor 3.68, W-severity factor 4.16, W-severity factor 4.53, 및 W-severity factor 4.79는 소나무 칩을 1일 동안 증류수에 함침 후, 동일한 온도(225℃)에서 시간을 1분, 3분, 7분, 및 13분으로 달리하여 폭쇄처리하였다.

[0046] 소나무 칩을 13분 이상(severity factor 5이상) 폭쇄처리 하였을 때, 약간의 탄화된 상태를 나타내있는 바, 소나무 칩에 적합한 폭쇄처리 조건은 severity factor 3.5 ~ 5.0 범위임을 알 수 있으며, 도 3을 참조하면, 소나무 칩은 severity factor 값이 증가할수록 갈색 또는 짙은 암갈색을 나타냈으나, 건조 또는 함침에 따른 차이는 육안으로 나타나지 않았다.

[0047] CIE L*a*b*색좌표는 L*, a*, b*로 표시되며, 가장 표준적인 색차식으로서 널리 이용되고 있다. L*은 명도, a*는 red와 green의 정도, b*는 yellow와 blue의 정도를 나타내는 입체좌표로서, 명도를 나타내는 L*의 수치가 100에 가까우면 white(모든 빛을 반사하는 색, 광원의 색), 0에 가까우면 black(모든 빛을 흡수하는 색)을 나타내고, red와 green의 정도를 나타내는 a*의 수치가 +쪽이면 red, -쪽이면 green, yellow와 blue의 정도를 나타내는 b*의 수치가 +쪽이면 yellow, -쪽이면 blue를 나타낸다.

[0048] 2. 색차 분석

[0049] 색차분석은 각 시료를 펠렛으로 조제한 후, 분광광도계(Elrepho spectrophotometer, L&W, sweden)를 이용하여 L*, a*, b* 및 ΔE*값 (CIE L*a*b* system)으로 분석하였다. 색좌표의 평균값은 서로 다른 위치에서 5번 반복 실시하였으며, ΔE*의 색차식은 하기 수학적 2에 의하여 계산하였다.

[0050] [수학적 2]

$$[0051] \Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

[0052] 표 2는 Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 색차변화를 나타내었다.

[0053] 자연건조된 소나무 칩을 A-severity factor 3.68, A-severity factor 4.16, A-severity factor 4.53, 및 A-severity factor 4.79의 조건으로 각각 처리하였을 때, L*값은 각각 51.1, 47.5, 44.7, 및 38.3, a*값은 각각 8.6, 10.1, 10.6, 및 11.1, b*값은 각각 20.0, 22.9, 21.7, 및 20.8을 나타내었고, 폭쇄처리되지 않은 소나무 칩(L*: 77.7, a*: 6.1, b*: 26.8)에 비해 L*값은 크게 감소하는 수치를 나타냈으나, a*값은 증가하는 수치를 나타냈고, b*값은 큰 경향을 나타내지 않았다.

[0054] 수침지된 소나무 칩을 W-severity factor 3.68, W-severity factor 4.16, W-severity factor 4.53, 및 W-severity factor 4.79의 조건으로 각각 처리하였을 때, L*값은 각각 61.6, 53.7, 51.4, 및 42.4, a*값은 각각 6.5, 8.5, 8.9, 및 9.9, b*값은 각각 19.5, 21.8, 21.6, 및 20.4을 나타내었고, 폭쇄처리 되지 않은 소나무 칩의 L*: 77.7, a*: 6.1, b*: 26.8 값에 비해 L*값은 크게 감소하는 수치를 나타냈으나, a*값은 증가하는 수치를 나타냈고, b*값은 일정한 경향을 나타내지 않았다.

[0055] 색차성분(L*, a*, b*)간의 최소 제곱근 거리로 계산하여, 색차를 나타내는 ΔE*는 자연건조된 소나무 칩을 A-severity factor 3.68, A-severity factor 4.16, A-severity factor 4.53, 및 A-severity factor 4.79의 조건으로 각각 처리하였을 때, 각각 28.8, 32.0, 35.0, 및 41.4, 수침지된 소나무 칩을 W-severity factor 3.68, W-severity factor 4.16, W-severity factor 4.53, 및 W-severity factor 4.79의 조건으로 각각 처리하였을 때, 각각 18.8, 25.9, 28.2, 및 37.3으로 severity factor가 증가할수록 색차 변화가 크게 나타내었다.

[0056] 또한, 표 2를 참조하면, 폭쇄처리 전 소나무 칩의 자연건조 또는 수침지에 따른 변화는 육안으로는 나타나지 않았지만, 색차변화는 수침지 후, 폭쇄처리했을 때보다 자연건조 후, 폭쇄처리 했을 때 색차변화가 크게

나타났다.

[0057] 일반적으로, 열분해에 따른 색의 변화는 추출물과 리그닌 등에 기인한다고 알려져 있으며, 함침 후 폭쇄처리 하였을 때보다 건조 후 폭쇄처리 하였을 때 소나무 칩에 함유된 추출물과 리그닌에 영향을 크게 미침을 알 수 있다.

표 2

Severity factor(log Ro)	L*	a*	b*	ΔE*
Pine (Raw material)	77.7 ± 0.9 a	6.1 ± 0.5 f	26.8 ± 0.6 a	
A-severity factor 3.68	51.1 ± 0.5 d	8.6 ± 0.1 de	20.0 ± 0.1 ef	28.8 e
A-severity factor 4.16	47.5 ± 0.3 e	10.1 ± 0.2 c	22.9 ± 0.2 b	32.0 d
A-severity factor 4.53	44.7 ± 0.3 f	10.6 ± 0.1 b	21.7 ± 0.3 c	35.0 c
A-severity factor 4.79	38.3 ± 0.6 h	11.1 ± 0.2 a	20.8 ± 0.5 d	41.4 a
W-severity factor 3.68	61.6 ± 0.7 b	6.5 ± 0.2 f	19.5 ± 0.3 f	18.8 h
W-severity factor 4.16	53.7 ± 0.6 c	8.5 ± 0.0 e	21.8 ± 0.4 c	25.9 g
W-severity factor 4.53	51.4 ± 0.2 d	8.9 ± 0.1 d	21.6 ± 0.3 c	28.2 f
W-severity factor 4.79	42.4 ± 0.1 g	9.9 ± 0.1 c	20.4 ± 0.3 de	37.3 b

[0059] <실험예 2> Severity value 모델링에 따라 steam explosion처리된 원료의 화학적 특성평가

[0060] 1. 추출물 함량 측정

[0061] 원통 여과지(Thimble filter)에 시료 2 ~ 5 g을 투입 후 조립된 속슬렛 추출기(Soxhlet extractor)에 삽입하고 끓이는 플라스크(boiling flask)에 190 프루프 에틸 알코올(proof ethyl alcohol, DAEJUNG CHEMICALS & METALS Co., Ltd)을 투입한 후 시간당 6 ~ 10 siphon cycle의 속도로 24시간 동안 추출하였다. 추출물이 제거된 잔사는 추출물 함량 측정, 탄수화물 함량 측정 및 리그닌 함량 측정을 위한 분석 시료로 사용하였다. 추출물 함량(중량%)은 하기 수학적식3에 의하여 계산하였다.

[0062] [수학적식 3]

[0063] 추출물 (중량%) = {(시료의 무게 - 추출 후 잔사무게)/시료의 무게} × 100

[0064] 도 4를 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 추출물 함량 변화를 나타내었다.

[0065] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 19.9 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 26.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 30.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 26.6 중량%로 severity factor 4.53 처리조건까지는 추출물 함량이 증가하는 경향을 나타냈으나, severity factor 4.79의 처리조건에서는 감소한 경향을 나타내었다.

[0066] 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 13.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 15.8 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 19.3 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 25.4 중량%로 severity factor 값이 증가할수록 추출물 함량이 증가하는 경향을 나타내었다.

[0067] 자연건조 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 20 ~ 30.6 중량% 범위를 나타냈고, 수침지 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 추출물 함량은 13.0 ~ 25 중량% 범위로, 폭쇄처리시 소나무 칩의 수분 보유상태가 추출물 함량에 영향을 미치는 것으로 확인되었다.

[0068] 2. 회분 함량 측정

[0069] 전건시료 2 g을 정칭하여 도가니에 넣고 600 ± 25℃의 전기로에서 24시간 동안 완전히 탄화시켜서 회분 함량을 측정하였다. 회분함량(중량%)은 하기 수학적식 4에 의하여 계산하였다.

[0070] [수학적식 4]

- [0071] 회분 (중량%) = (회분의 무게/시료의 무게) × 100
- [0072] 도 5를 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 회분 함량 변화를 나타내었다.
- [0073] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 1.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 1.1 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 0.8 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 0.5 중량%로 severity factor 값이 증가할수록 회분 함량은 감소하는 경향을 나타냈으나, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량에서만 통계적으로 유의한 경향을 나타내었다.
- [0074] 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 1.2 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 1.2 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 1.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량은 0.7 중량%로 severity factor 값이 증가할수록 큰 변화를 나타내지 않았으나, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 회분 함량에서만 통계적으로 유의한 경향을 나타내었다.
- [0075] 자연건조 후 severity factor 3.68 ~ 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때, 소나무 칩의 회분 함량은 0.5 ~ 1.6 중량% 범위를 나타냈으며, 수침지 후 severity factor 3.68 ~ 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때 소나무 칩의 회분함량은 0.7 ~ 1.2 중량%의 범위로 폭쇄처리시 소나무 칩의 수분 보유량은 회분 함량에 큰 영향을 미치지 않았으나, severity factor 4.79이상의 조건에서는 회분 함량에 영향을 미침을 알 수 있다.
- [0076] 3. 단백질 함량 측정
- [0077] 시료(80 메쉬 사이즈, 질소 약 0.2 ~ 20 중량% 함유) 100 mg을 CHN analyzer (CE Instruments, EA1110, UK)을 사용하여 질소 분석을 하였다. 단백질 함량, 중량%는 하기 수학적 식 5에 의하여 계산하였다.
- [0078] [수학적 식 5]
- [0079] 단백질 (중량%) = 질소함량 × 6.25
- [0080] 도 6을 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 단백질 함량 변화를 나타내었다.
- [0081] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.8 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.4 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.0 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 0.6 중량%로 severity factor 값이 증가할수록 단백질 함량은 감소하는 경향을 나타냈으나, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량에서만 통계적으로 유의한 경향을 나타내었다.
- [0082] 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 1.1 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량은 0.7 중량%로 severity factor 값이 증가할수록 큰 변화를 나타내지 않았으나, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 단백질 함량에서 통계적으로 유의한 경향을 나타내었다.
- [0083] 자연건조 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때 소나무 칩의 단백질 함량은 0.6 ~ 1.8 중량%, 수침지 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때 소나무 칩의 단백질 함량은 0.7 ~ 1.1 중량%로 폭쇄처리시 소나무 칩의 수분 보유량은 단백질 함량에 큰 영향을 미치지 않았으나, severity factor 4.79이상의 조건에서는 단백질 함량에 영향을 미침을 알 수 있다.
- [0084] 4. 리그닌 함량 측정
- [0085] 리그닌 함량은 시험관(16 × 100 mm)에 탈지된 공시재료 300 mg과 12 M H₂SO₄ 3 mL를 첨가하여 gel화가 일어나도록 1분 동안 교반하였다. Gel화된 시료가 들어있는 시험관을 항온수조(30 ± 1℃)에 넣고 2시간 반응시켜 전 가수분해 하였다.

- [0086] 전 가수분해가 끝난 시료를 250 mL 플라스크에 옮기고 시료의 손실이 없도록 시험관의 시료를 79 mL의 증류수로 씻어 내고, 내부표준 물질인 이노시톨 용액(inositol solution, 5 g/ 250 mL) 5 mL를 첨가한 후 오토클레이브 (121 ± 3℃)에 넣고 1시간 동안 가수분해 시켰다. 가수분해된 시료는 감압 여과하여, 잔사 무게를 측정을 하였다. 리그닌 함량은 하기 수식식 6에 의하여 계산하였다.
- [0087] [수식식 6]
- [0088] $\text{리그닌 (중량\%)} = (\text{잔사의 무게/탈지 시료의 무게}) \times 100$
- [0089] 도 7을 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 리그닌 함량 변화를 나타낸 것이다.
- [0090] 자연건조 후, 폭쇄처리된 소나무 칩은 A-severity factor 3.68, A-severity factor 4.16, A-severity factor 4.53, A-severity factor 4.79으로 severity factor 값이 증가함에 따라 리그닌 함량이 각각 31.6 중량%, 35.7 중량%, 40.7 중량%, 44.1 중량%로 증가하는 경향을 나타냈으며, 수침지 후, 폭쇄처리된 소나무 칩 또한 W-severity factor 3.68, W-severity factor 4.16, W-severity factor 4.53, W-severity factor 4.79조건으로 severity factor값이 증가함에 따라 리그닌 함량이 각각 30.4 중량%, 31.7 중량%, 36.0 중량%, 37.9 중량%로 증가하는 경향을 나타내었다.
- [0091] 자연건조 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때, 소나무 칩의 리그닌 함량은 31.6 ~ 44.7 중량%, 수침지 후 severity factor 3.68 ~ severity factor 4.79조건으로 폭쇄처리 하였을 때 소나무 칩의 리그닌 함량은 30.4 ~ 37.9 중량%로, 수침지 후 폭쇄처리를 하였을 때 보다 자연건조된 상태로 폭쇄처리를 하였을 때, 리그닌 함량에 미치는 영향이 큰 것으로 확인되었다.
- [0092] 5. 탄수화물 함량 측정
- [0093] 탄수화물(cellulose 및 hemicellulose) 함량은 미국재료시험협회(American society for testing and materials; ASTM) standard E 1821 - 96에 의거하여 알디톨 아세테이트(alditol acetate)법에 따라 가스크로마토그래피(gas chromatography; 이하 'GC')로 분석하였다.
- [0094] (1) 가수분해
- [0095] 시험관(16 × 100 mm)에 탈지된 공시재료 300 mg과 12 M H₂SO₄ 3 mL를 첨가하여 gel화가 일어나도록 1분 동안 교반하였다. Gel화된 시료가 들어있는 시험관을 항온수조(30 ± 1℃)에 넣고 2시간 반응시켜 전 가수분해 하였다.
- [0096] 전 가수분해가 끝난 시료를 250 mL 플라스크에 옮기고 시료의 손실이 없도록 시험관의 시료를 79 mL의 증류수로 씻어 내고, 내부표준 물질인 이노시톨 용액(inositol solution, 5 g/ 250 mL) 5 mL를 첨가한 후 오토클레이브 (121 ± 3℃)에 넣고 1시간 동안 가수분해 시켰다. 가수분해 된 시료는 감압 여과하여, 잔사와 액으로 분리시켰다.
- [0097] (2) 아세틸화
- [0098] 시험관(18 × 150 mm)에 가수분해 액 1,000 ± 1 uL를 옮겨 담고, 수산화암모늄(ammonium hydroxide) 250 ± 1 uL와 수소화붕소칼륨 용액(potassium borohydride solution, 0.15 g/mL) 500 ± 1 uL를 첨가한 후, 항온수조 (40 ± 1℃)에 넣고 90분간 반응시켰다. 반응 후 빙초산(glacial acetic acid) 500 ± 25 uL를 시험관에 첨가하고 10분정도 냉각시켰다.
- [0099] 반응액은 새로운 시험관(18 × 150 mm)에 400 ± 1 uL씩 옮긴 다음 1-메틸이미다졸(1-methylimidazole) 500 ± 5 uL, 아세트산 무수물(acetic anhydride) 2.0 ± 0.1 mL를 첨가하여 30분간 반응시킨 후, 증류수 5.0 ± 0.1 mL를 첨가하였다.
- [0100] 10분간 반응 후, 상등액 5.0 ± 0.1 mL를 제거한 후 디클로로메탄(dichloromethane) 2.0 ± 0.1 mL를 첨가하여 최소 15분 동안 반응 시키고 3.5 M 수산화칼륨(potassium hydroxide) 5.0 ± 0.1 mL를 첨가하여 층이 생길 때까지 반응시켰다. Dichloromethane 층의 alditol acetate는 GC(gas chromatography) 분석용 시료로 사용하였다.
- [0101] (3) 당분석을 위한 alditol acetate의 GC(gas chromatography) 분석 조건
- [0102] 상기 조건으로 조제한 alditol acetate는 GC(GC 6500, YL instrument, KOREA)에 DB-225 (15 m × 0.25 mm id,

0.25 um film) 컬럼을 장착하여 분석하였다.

[0103] 인젝터 온도는 200℃로 하였으며, 디텍터 온도는 250℃로 하였다. 캐리어가스는 헬륨을 사용하였으며, 분석조건은 190℃에서 1분 동안 유지, 220℃까지 분당 10℃로 승온, 및 220℃에서 14분 동안 유지하였다.

[0104] 표준품은 글루코스(glucose), 자일로스(xylose), 갈락토스(galactose), 만노오스(mannose) 및 아라비노오스(arabinose)(시그마 알드리치, 미국)를 사용하였으며, 당의 중량%는 표준품의 머무름시간과 각 피크들의 면적비를 비교하여 계산하였고, 표준품의 크로마토그램과 머무름시간은 도 2와 표 3에 나타내었다.

표 3

단당류	알디톨 아세테이트 유도체	머무름시간(min.)
Arabinose	Arabinitol acetate	4.1333
Xylose	Xylitol acetate	4.6617
Mannose	Mannitol acetate	6.7142
Galactose	Galactitol acetate	7.1100
Glucose	Glucitol acetate	7.5542
Inositol	Inositol acetate	7.9817

[0106] 도 8을 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 탄수화물 함량 및 당조성 변화를 나타내고 있다.

[0107] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 38.4 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 32.4 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 35.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 37.0 중량%를 나타내었다. 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 29.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 23.5 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 20.4 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 glucose 함량은 31.0 중량%를 나타내었다.

[0108] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 0.9 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 1.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 0.5 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose는 검출되지 않았다. 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 1.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 1.2 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose 함량은 1.0 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 galactose는 검출되지 않았다.

[0109] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 3.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 3.5 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 1.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 0.9 중량%를 나타내었다. 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 3.8 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 2.7 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 2.8 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 mannose 함량은 1.0 중량%를 나타내었다.

[0110] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.5 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.2 중량%를 나타내었다. 자연건조 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.5 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.3 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.3 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 xylose 함량은 0.2 중량%를 나타내었다.

나타내었다.

[0111] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 1.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.6 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.3 중량%를 나타내었다. 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.6 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.3 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.2 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 arabinose 함량은 0.3 중량%를 나타내었다.

[0112] 자연건조 또는 수침지 후 폭쇄처리된 소나무 칩의 탄수화물의 당조성에 있어서, glucose가 가장 높은 비율을 차지하고 있으며, mannose, galactose, xylose 및 arabinose 순으로 함유되어 있는 것을 확인하였다. 소나무 칩의 탄수화물 함량은 severity factor 값이 증가할수록 감소하는 경향을 나타냈으며, 이는 galactose, mannose, xylose 및 arabinose 함량 감소에 기인함을 알 수 있다.

[0113] 자연건조 후 폭쇄처리를 하는 경우, A-severity factor 4.16 ~ A-severity factor 4.79의 조건에서는 탄수화물 함량에 유의한 차이를 나타내지 않았으나, 수침지 후 W-severity factor 4.16 ~ W-severity factor 4.79의 조건으로 폭쇄처리를 하는 경우, severity factor 값에 따른 유의한 차이를 나타내었다.

[0114] 6. α-cellulose 함량 측정

[0115] Holocellulose 1 g과 17.5 중량% 수산화나트륨 25 mL을 200 mL 비커에 투입한 후, 20 °C에서 4분간 유리봉으로 저으면서 반응시킨 후, 30분 동안 방치 하였고, 이후 증류수 25 mL 첨가하였다. 1분간 계속 저어준 후, 다시 20°C 항온수조에서 5분간 반응시키고, 유리필터(glass filter)로 흡인 및 여과하였다.

[0116] 여과액은 재여과(재여과 처리는 5분 이내 완료)하고, 유리봉으로 눌러 짜면서 증류수로 세정하였으며, 세정한 잔사에 10 중량% 초산 40 mL 붓고 5분 반응 후 여과하였고, 증류수 1 L로 세정하였다. 페놀프탈레인 중성으로 종말점을 체크하였고, 105°C에서 건조하여 칭량하였다.

[0117] 도 9를 참조하면, Severity factor(log Ro)조건에 따라 폭쇄처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량 변화를 나타내고 있다.

[0118] 자연건조 후 A-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 18.8 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 21.7 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 22.0 중량%, 자연건조 후 A-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 22.8 중량%를 나타내었다.

[0119] 수침지 후 W-severity factor 3.68조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 17.9 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.16조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 18.2 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.53조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 15.9 중량%, 수침지 후 W-severity factor 4.79조건으로 처리된 소나무 칩의 α-cellulose 함량은 20.6 중량%로 폭쇄처리에 따라 α-cellulose 함량이 증가하는 경향을 나타내었다.

[0120] 7. 최적의 폭쇄처리 조건

[0121] 도 10은 소나무 칩의 자연건조 또는 수침지 후 severity factor 모델링에 따라 폭쇄처리에 따른 mass balance를 도식적으로 나타낸 결과이다.

[0122] 소나무 칩 100 g(cellulose 31.4 g (α-cellulose 17.5 g), hemicellulose 19.7 g, lignin 32.3 g)을 자연건조 후 폭쇄처리할 경우, severity 3.68의 조건에서는 α-cellulose 18.8 g, severity 4.16의 조건에서는 α-cellulose 21.7 g, severity 4.53의 조건에서는 α-cellulose 22.0 g, severity 4.79의 조건에서는 α-cellulose 22.8 g을 각각 획득하였다.

[0123] 소나무 칩 100 g을 (cellulose 31.4 g (α-cellulose 17.5 g), hemicellulose 19.7 g, lignin 32.3 g) 수침지 후, 폭쇄처리할 경우, severity 3.68의 조건에서는 α-cellulose 17.9 g, severity 4.16의 조건에서는 α-cellulose 18.2 g, severity 4.53의 조건에서는 α-cellulose 15.9 g, severity 4.79의 조건에서는 α-cellulose 20.6 g을 각각 획득하였다.

[0124] 따라서, 소나무 칩으로부터 α-cellulose를 획득하기 위한 폭쇄처리 조건은 자연건조 후 severity 4.79의 조건이 가장 적합함을 알 수 있다.

[0125] <실험예 3> 폭쇄처리된 원료로부터 α-cellulose 추출

[0126] 1. 공시재료

[0127] 본 실험에 사용된 공시재료는 소나무 (*Pinus densiflora*) 칩을 7일 동안 실온에서 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리하여, 윌리스 밀로 분쇄한 다음 40 mesh pass/80 mesh on 크기의 시료를 사용하였다.

[0128] 2. 리그닌 추출 조건의 최적화를 위한 반응표면 분석법 실험 계획

[0129] 리그닌 추출 조건의 최적화를 위한 실험 계획은 중심합성계획법(central composite design)에 따라 리그닌 추출의 주요 변수로 작용하는 독립변수(인자)를 알칼리 농도(X_1), 과산화수소 농도(X_2), 및 추출 온도(X_3)로 하였으며, 표 4과 같이 실험범위를 코드화하여 총 18번의 실험으로 설계하였다.

[0130] 표 4는 독립변수인 알칼리 농도, 과산화수소 농도 및 추출온도의 코드화를 나타내었다.

표 4

Independent variable	Unit	symbol	Coded levels				
			-2	-1	0	1	-3
Alkali concentration	%	X_1	3	4	5	6	7
H ₂ O ₂ concentration	%	X_2	2	3	4	5	6
Temperature	℃	X_3	40	60	80	100	120

[0132] 상기 요인에 의해 영향을 받는 종속변수(반응변수)는 리그닌 함량으로 하여, 회귀분석에 사용하였다. 하기 수학적 식 7은 유도된 2차회귀식이다.

[0133] [수학적 식 7]

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j=1}^3 \beta_{ij} X_i X_j$$

[0134] Y 는 반응변수를 나타내며, β_0 , β_i , β_{ii} 및 β_{ij} 는 각각 회귀분석에 따른 회귀계수(regression coefficient)이고, X_i 과 X_j 는 독립변수를 의미한다. 모든 반응 변수는 다중회귀분석(multiple regression analysis)과 분산분석(ANOVA)을 통하여 회귀식을 통한 반응모델의 적합성을 검증하였으며, 통계 분석 및 반응모델의 3차원 반응표면그래프는 통계 분석 시스템(statistical analysis system; 이하'SAS', institute 미국)을 이용하여 나타내었다.

[0136] 회귀분석 결과 최적점이 최대점 혹은 최소점이 아닌 안장점(saddle point)일 경우에는 능선분석을 통하여 최적점을 유도하였다.

[0137] 표 5는 반응표면분석을 위한 알칼리 처리 조건의 실험 설계를 나타내었다.

표 5

	Independent variable		
	Alkali concentration (X_1 , %)	H ₂ O ₂ concentration (X_2 , %)	Temperature (X_3 , ℃)
A	-1(4)	-1(3)	-1(60)
B	1(6)	-1(3)	-1(60)
C	-1(4)	1(5)	-1(60)
D	1(6)	1(5)	-1(60)
E	-1(4)	-1(3)	1(100)

F	0(5)	-1(3)	-1(60)
G	-1(4)	1(5)	1(100)
H	1(6)	1(5)	1(100)
I	-2(3)	0(4)	0(80)
J	2(7)	0(4)	0(80)
K	0(5)	-2(2)	0(80)
L	0(5)	2(6)	0(80)
M	0(5)	0(4)	-2(40)
N	0(5)	0(4)	2(120)
O	0(5)	0(4)	0(80)
P	0(5)	0(4)	0(80)
Q	0(5)	0(4)	0(80)
R	0(5)	0(4)	0(80)

[0139] 3. 리그닌 함량 측정

[0140] 리그닌 함량은 시험관(16 × 100 mm)에 탈지된 공시재료 300 mg과 12 M H₂SO₄ 3 mL를 첨가하여 gel화가 일어나도록 1분 동안 교반하였다. Gel화된 시료가 들어있는 시험관을 항온수조(30 ± 1℃)에 넣고 2시간 반응시켜 전 가수분해 하였다.

[0141] 전 가수분해가 끝난 시료를 250 mL 플라스크에 옮기고 시료의 손실이 없도록 시험관의 시료를 79 mL의 증류수로 씻어 내고, 내부표준 물질인 이노시톨 용액(inositol solution, 5 g/ 250 mL) 5 mL를 첨가한 후 오토클레이브(121 ± 3℃)에 넣고 1시간 동안 가수분해 시켰다. 가수분해된 시료는 감압 여과하여, 잔사 무게를 측정을 하였으며, 리그닌 함량은 상기 수학적 식 6에 의해 계산되었다.

[0142] 4. 반응표면분석 기법을 이용한 최적 후처리 조건 도출

[0143] 주성분분석과 상관관계 분석결과를 바탕으로, 폭쇄처리 원료의 탈리그닌에 영향을 미치는 인자로 알칼리(NaOH) 농도 및 반응온도를 선정하였으며, 리그닌 추출을 위한 알칼리 처리에 도움을 주는 과산화수소(H₂O₂)농도를 반응 표면분석(Response Surface analyzing Method; 이하 'RSM')을 위한 실험 설계의 인자로 부가적으로 적용하였다.

[0144] 알칼리 농도의 범위는 3 ~ 7 중량%, 과산화수소의 범위는 2 ~ 6 중량%, 반응온도의 범위는 40 ~ 120℃로 설정하였으며, 각 인자의 수준은 5수준으로 구분하였다.

[0145] 표 6은 반응표면분석 실험계획에 따른 18구간의 실험조건별 고형분 수율, 리그닌 함량 및 cellulose 함량을 나타낸 결과이다.

[0146] 최대 고형분 수율은 M조건(알칼리(NaOH) 농도 5 중량%, 과산화수소 농도 4 중량%, 반응온도 40 ℃)에서 59.0 중량%로 가장 높게 나타났고, 최소 고형분 수율은 C조건(알칼리(NaOH) 농도 6 중량%, 과산화수소 농도 5 중량%, 반응온도 60℃)에서 13.2 중량%로 가장 낮게 나타났다.

[0147] 최대 리그닌 함량은 I조건(알칼리(NaOH) 농도 3 중량%, 과산화수소 농도 4 중량%, 반응온도 80℃)에서 22.0 중량%로 가장 높게 나타났고, 최소 리그닌 함량은 H조건(알칼리(NaOH) 농도 6 중량%, 과산화수소 농도 5 중량%, 반응온도 100℃)에서 13.2 중량%로 가장 낮게 나타났다.

[0148] 최대 cellulose 함량은 H조건(알칼리(NaOH) 농도 6 중량%, 과산화수소 농도 5 중량%, 반응온도 100℃)에서 96.0 중량%로 가장 높게 나타났고, 최소 cellulose 함량은 c조건(알칼리(NaOH) 농도 6 중량%, 과산화수소 농도 5 중량%, 반응온도 60℃)에서 76.0 중량%로 가장 낮게 나타났다.

[0149] 중심점(알칼리(NaOH) 농도 5 중량%, 과산화수소 농도 4 중량%, 반응온도 80℃)으로 처리된 O조건, P조건, Q조건, R조건에서 고형분 수율은 50.2 ~ 51.1 중량%, 리그닌 함량은 11.3 ~ 12.7 중량%, cellulose 함량은 85.6 ~89.7 중량%의 범위를 나타냈다.

[0150] 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩에 대한 최적 리그닌 추출조건을 도출하기 위하여 반응표면 분석 및 ANOVA 분석(statistical analysis system, SAS institute U.S.A)은 리그닌 함량 결과(표 6)를 바탕으로 실시하였다.

[0151] 도 11은 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 알칼리 처리에 있어서, 알칼리 농도(X_1), 과산화수소 농도(X_2), 및 반응시간(X_3)이 리그닌 함량에 미치는 영향을 알아보기 위하여 SAS 프로그램을 사용하여 3차원 반응표면그래프로 나타낸 결과이다.

[0152] 도 11(a)는 리그닌 추출에 있어서 반응온도 및 과산화수소 농도의 영향(알칼리(NaOH) 농도 6.4 중량% 고정), 도 11(b)는 리그닌 추출에 있어서 알칼리(NaOH) 농도 및 반응온도의 영향(과산화수소 농도 4.1 중량% 고정), 도 11(c)는 리그닌 추출에 있어서 알칼리(NaOH) 농도 및 과산화수소 농도(반응온도 118.4℃ 고정)의 영향을 나타내었다.

[0153] 예측된 정상점은 최소점(minimum point)으로, 이때의 조건은 알칼리(NaOH) 농도 6.4 중량%, 과산화수소 농도 4.1 중량% 및 반응온도 118.4℃으로 예측되었다.

표 6

	Independent variable			Response variable		
	Alkali concentration (X_1 , %)	H ₂ O ₂ concentration (X_2 , %)	Temperature (X_3 , °C)	Solid recovery (%)	Lignin content (%)	Cellulose content (%)
A	-1(4)	-1(3)	-1(60)	53.3	17.8	89.7
B	1(6)	-1(3)	-1(60)	51.4	14.3	83.5
C	-1(4)	1(5)	-1(60)	13.2	13.2	76.1
D	1(6)	1(5)	-1(60)	51.4	12.6	87.7
E	-1(4)	-1(3)	1(100)	44.4	11.4	89.7
F	0(5)	-1(3)	-1(60)	44.9	6.4	87.7
G	-1(4)	1(5)	1(100)	43.7	5.6	83.5
H	1(6)	1(5)	1(100)	44.9	3.6	96.0
I	-2(3)	0(4)	0(80)	54.7	22.0	79.3
J	2(7)	0(4)	0(80)	47.3	10.1	89.7
K	0(5)	-2(2)	0(80)	51.4	14.5	83.5
L	0(5)	2(6)	0(80)	52.9	17.1	85.6
M	0(5)	0(4)	-2(40)	59.0	27.6	77.2
N	0(5)	0(4)	2(120)	39.9	6.9	81.4
O	0(5)	0(4)	0(80)	51.1	11.3	89.7
P	0(5)	0(4)	0(80)	50.2	12.7	85.6
Q	0(5)	0(4)	0(80)	50.7	11.8	87.4
R	0(5)	0(4)	0(80)	50.5	12.0	89.5

[0155] 표 6 및 도 11의 결과를 바탕으로 다중회귀분석과 분산 분석을 통해 다음과 같은 2차 다항방정식(수학식 8)을 유도하였으며, 2차 다항방정식에 관한 회귀분석과 분산분석(ANOVA) 결과는 표 7에 나타내었다.

[0156] [수학식 8]

$$Y_1 = 105.487500 - 13.806250X_1 - 10.743750X_2 - 0.602513X_3 + 1.012500X_1^2 + 0.737500X_1X_2 + 0.950000X_2^2 - 0.018125X_1X_3 - 0.014375X_2X_3 + 0.003281X_3^2$$

[0158] 표 7은 최적 리그닌 추출조건 반응모델에 대한 분산분석(ANOVA)을 나타내었다.

[0159] 종속변수에 영향을 미치는 1차 항인 알칼리(NaOH) 농도(X_1), 과산화수소 농도(X_2), 및 반응온도(X_3)의 P-value는 각각 0.4252, 0.8732 및 0.0614로 반응온도 인자에서 가장 유의적인 수준을 나타내어 리그닌 함량에 반응온도가 가장 영향을 미치는 것으로 나타났다.

[0160] 반응모델의 적합도를 나타내는 R^2 (결정계수)는 0.7740으로 이는 유도된 2차 다항방정식이 실험된 조건 안에서의 반응을 77.4 중량% 설명할 수 있다는 의미이며, 모델의 타당성(Lack of fit)은 $p < 0.0022$ 에서 유의하였다. 따라서 유도된 2차 다항방정식은 최적 리그닌 추출조건에 반응값 예측에 적합함을 알 수 있다.

표 7

Term	Sum of squares	Degrees of freedom	F-value	P-value
X ₁	97.930625	4	5.41	0.4252
X ₂	25.333125	4	1.16	0.8732
X ₃	355.980625	4	1.55	0.0614
Linear	408.711875	3	8.04	0.0085
Quadratic	27.631361	3	0.54	0.6658
Lack of fit	129.178750	5	-	0.0022
Pure error	-	1	-	-
R ²	0.7740			
Morphology	Minimum point			

<실험예 4> 후처리 적용에 따라 생산된 α-cellulose의 화학적 특성 평가

1. 공시재료

본 발명에 사용된 공시재료는 소나무(*Pinus densiflora*) 칩을 7일 동안 실온에서 자연건조 후, severity 4.79의 조건으로 폭쇄처리하고, 알칼리(NaOH 농도 6.4 중량%), 과산화수소(H₂O₂ 농도 4.1 중량%) 및 반응온도 118℃ 조건 하에서 처리한 후 윌리스 밀로 분쇄한 다음 40 mesh pass/80 mesh on 크기의 시료를 사용하였다.

2. 제조된 α-cellulose의 물리적 특성 개선을 위한 반응표면분석법 실험 계획

제조된 섬유소의 물리적 특성(수분흡착력 및 오일 흡수력) 개선을 위한 실험 계획은 알칼리 처리조건의 실험 계획과 동일하게 실시하였다.

3. 수분흡착력 측정

시료 1 g을 50 mL 원심분리용 시험관에 넣고 증류수 20 mL를 첨가한 후, 10분 동안 교반 하였고, 이후에 12시간 동안 실온에서 방치하였다. 반응 후, 3000 rpm으로 25분간 원심분리하고, 상등액을 제거한 후 펠렛의 무게를 측정하였다.

4. 오일 흡수력 측정

시료 1 g을 50 mL 원심분리용 시험관에 넣고 해바라기유 또는 옥수수유 20 mL를 첨가한 후, 10분 동안 교반 하였고, 이후에 12시간 실온에서 방치하였다. 반응 후, 3000 rpm으로 25분간 원심분리하고, 상등액을 제거한 후 펠렛의 무게를 측정하였다.

5. 피드백에 의한 식품첨가물 규격 완성을 위한 제조공정 개선

표 8은 반응표면분석 실험계획에 따른 18구간의 실험조건별 수분흡착력 및 오일 흡수력을 나타낸 결과이다. 최대 수분흡착력 및 오일 흡수력은 H조건(알칼리(NaOH) 농도 6 중량%, 과산화수소 농도 5 중량%, 반응온도 100℃)에서 각각 18.7 g water/g, 및 15.4 g oil/g으로 나타났고, 최소 수분흡착력은 A조건(알칼리(NaOH) 농도 4 중량%, 과산화수소농도 3 중량%, 반응온도 60℃)에서, 오일 흡수력은 M조건(알칼리(NaOH) 농도 5 중량%, 과산화수소농도 4 중량%, 반응온도 40℃)에서 각각 11.0 g water/g, 및 9.0 g oil/g으로 나타났다.

중심점(알칼리(NaOH) 농도 5 중량%, 과산화수소 농도 4 중량%, 반응온도 80℃)으로 처리된 O조건, P조건, Q조건, R조건에서 수분흡착력은 11.4 ~ 12.0 water/g, 오일 흡수력은 13.1 ~ 13.5 g oil/g의 범위를 나타내었다.

최적 수분흡착력 및 오일 흡수력 개선을 위한 알칼리 추출조건을 도출하기 위하여 실시한 반응표면 분석 및 ANOVA 분석은 표 13의 수분흡착력 및 오일 흡수력 결과를 바탕으로 실시하였다.

도 13은 자연건조 후 Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 처리된 소나무 칩의 알칼리 처리에 있어서, 알칼리(NaOH) 농도 (X₁), 과산화수소 농도 (X₂), 및 반응시간(X₃)이 수분흡착력 및 오일 흡수력에 미치는 영향을 알아보기 위하여 SAS 프로그램을 사용하여 3차원 반응표면그래프로 나타낸 결과이다.

[0176] 도 13(a)는 수분흡착력에 있어서 알칼리(NaOH) 농도 및 반응온도의 영향(과산화수소 농도 4.1 중량% 고정)을 나타낸 반응표면그래프로, 예측된 정상점은 최대점(maximum point)을 나타냈으며, 이때의 조건은 알칼리(NaOH) 농도 6.0 중량%, 과산화수소 농도 4.5 중량% 및 반응온도 112.7℃로 예측되었다.

[0177] 도 13(b)는 오일 흡수력에 있어서 알칼리(NaOH) 농도 및 과산화수소 농도(반응온도 75.7℃ 고정)의 영향을 나타낸 반응표면그래프로, 예측된 정상점은 안장점(saddle point)을 나타냈으며, 이때의 조건은 알칼리(NaOH) 농도 4.3 중량%, 과산화수소 농도 2.9 중량% 및 반응온도 75.7℃로 예측되었다.

[0178] 앞서 리그닌 추출조건에서 예측된 최적 조건 (알칼리(NaOH) 농도 6.4 중량%, 과산화수소 농도 4.1 중량% 및 반응온도 118.4℃)과 비교하였을 때, 리그닌 제거 정도는 수분흡착력에 관여하는 것으로 예상되나, 오일 흡수력에는 크게 관여하지 않음을 알 수 있다.

표 8

[0179]

	Independent variable			Response variable	
	Alkali concentration (X ₁ , %)	H ₂ O ₂ concentration (X ₂ , %)	Temperature (X ₃ , °C)	Water holding capacity (g water/g)	Oil holding capacity (g oil/g)
A	-1(4)	-1(3)	-1(60)	11.0	9.5
B	1(6)	-1(3)	-1(60)	12.6	9.9
C	-1(4)	1(5)	-1(60)	13.1	10.0
D	1(6)	1(5)	-1(60)	13.8	10.5
E	-1(4)	-1(3)	1(100)	12.9	12.2
F	0(5)	-1(3)	-1(60)	17.4	13.0
G	-1(4)	1(5)	1(100)	12.4	13.4
H	1(6)	1(5)	1(100)	18.7	15.4
I	-2(3)	0(4)	0(80)	11.7	9.2
J	2(7)	0(4)	0(80)	15.2	12.3
K	0(5)	-2(2)	0(80)	10.8	9.9
L	0(5)	2(6)	0(80)	13.8	9.6
M	0(5)	0(4)	-2(40)	12.5	9.0
N	0(5)	0(4)	2(120)	14.2	13.0
O	0(5)	0(4)	0(80)	11.4	13.4
P	0(5)	0(4)	0(80)	11.6	13.5
Q	0(5)	0(4)	0(80)	12.0	13.2
R	0(5)	0(4)	0(80)	12.0	13.1

[0180] 표 8과 도 13의 수분흡착력 결과를 바탕으로 다중회귀분석과 분산 분석을 통해 다음과 같은 2차 다항방정식(수학식 9)을 유도하였으며, 2차 다항방정식에 관한 회귀분석과 분산분석(ANOVA) 결과는 표 9에 나타내었으며, 보다 상세하게는, 표 9는 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭채처리된 소나무 칩의 최적 수분흡착력 개선 조건에 대한 분산분석을 나타내었다.

[0181] [수학식 9]

[0182]

$$Y_1 = -20.495417 + 5.035417 X_1 + 5.007083 X_2 + 0.162854 X_3 - 0.601667 X_1^2 + 0.162500 X_1 X_2 - 0.851667 X_2^2 + 0.011875 X_1 X_3 + 0.015625 X_2 X_3 - 0.001348 X_3^2$$

[0183] 종속변수에 영향을 미치는 1차 항인 알칼리(NaOH) 농도(X₁), 과산화수소 농도(X₂), 및 반응온도(X₃)의 P-value는 각각 0.0267, 0.0156 및 0.0015로 반응온도 인자에서 가장 유의적인 수준을 나타내어 수분흡착력에 가장 큰 영향을 미치는 것을 알 수 있다.

[0184] 반응모델의 적합도를 나타내는 R²(결정계수)는 0.9077로 이는 유도된 2차 다항방정식이 실험된 조건 안에서의 반응을 90.77 중량%로 설명할 수 있다는 의미이며, 모델의 타당성(Lack of fit)은 p<0.0073에서 유의하였다. 따라서 유도된 2차 다항방정식은 수분흡착력의 반응값 예측에 적합함을 알 수 있다.

표 9

[0185]

Term	Sum of squares	Degrees of freedom	F-value	P-value
X ₁	14.686367	4	4.93	0.0267
X ₂	17.868640	4	6.00	0.0156
X ₃	38.100686	4	12.79	0.0015
Linear	37.701875	3	16.88	0.0008
Quadratic	19.394694	3	8.68	0.0068
Lack of fit	129.178750	5	-	0.0073
Pure error	0.100000	1	-	-
R ²	0.9077			
Morphology	Maximum point			

[0186]

표 8과 도 13의 오일 흡수력 결과를 바탕으로 다중회귀분석과 분산 분석을 통해 다음과 같은 2차 다항방정식(수학식 10)을 유도하였으며, 2차 다항방정식에 관한 회귀분석과 분산분석(ANOVA) 결과는 표 10에 나타내었으며, 보다 상세하게는, 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩의 최적 오일 흡수력 개선 조건에 대한 분산분석을 나타내었다.

[0187]

[수학식 10]

[0188]

$$Y_1 = + 55.670417 - 10.585417 X_1 - 2.719583 X_2 - 0.465354X_3 + 0.526667X_1^2 + 0.362500X_1X_2 + 0.239167X_2^2 + 0.065625X_1X_3 - 0.003125X_2X_3 + 0.001254X_3^2$$

[0189]

종속변수에 영향을 미치는 1차항인 알칼리 농도(X₁), 과산화수소 농도(X₂), 및 반응온도(X₃)의 P-value는 각각 0.0332, 0.4558 및 0.0147로 알칼리(NaOH) 농도 인자에서 가장 유의적인 수준을 나타내어 오일 흡수력에 가장 큰 영향을 미침을 알 수 있다.

[0190]

반응모델의 적합도를 나타내는 R²(결정계수)는 0.7788로 이는 유도된 2차 다항방정식이 실험된 조건 안에서의 반응을 77.88 중량%로 설명할 수 있다는 의미이며, 모델의 타당성(Lack of fit)은 p<0.0044에서 유의하였다. 따라서 유도된 2차 다항방정식은 오일 흡수력의 반응값 예측에 적합하다고 나타났으나, 예측점이 saddle point를 나타내어, 오일 흡수력을 위한 실험은 범위를 다시 설계하는 것이 적합함을 알 수 있다.

표 10

[0191]

Term	Sum of squares	Degrees of freedom	F-value	P-value
X ₁	51.410004	4	4.53	0.0332
X ₂	11.481140	4	1.01	0.4558
X ₃	35.909095	4	3.16	0.0776
Linear	56.281875	3	6.61	0.0147
Quadratic	8.763583	3	1.03	0.4296
Lack of fit	22.425792	5	-	0.0044
Pure error	0.270000	5	-	-
R ²	0.7788			
Morphology	Saddle point			

[0192]

<실험예 5> 실시예 1 및 비교예 1에 의해 제조된 섬유소의 화학적 특성 평가

[0193]

본 발명에 사용된 공시재료는 소나무(*Pinus densiflora*) 칩을 7일 동안 실온에서 자연건조 후, Severity factor(log Ro) 4.79의 조건으로 폭쇄처리하고, 알칼리 (NaOH 농도 6.2 중량%), 과산화수소(H₂O₂ 농도 4.3 중량%) 및 반응온도 115℃ 조건 하에서 처리한 후 윌리스 밀로 분쇄한 다음 80 mesh 크기의 시료를 사용하였다.

[0194] 시중에 판매되는 식이섬유 제품 중, 기타 첨가물이 함유되지 않고 단일 성분으로 구성된 귀리 분말(O₂BI0Co., Ltd, KOREA), 글루코만난 분말(HUBEI YIZHI KONJAC BIOTECHNOLOGY Co., Ltd, CHINA) 및 차전자피 분말(PHARMATECH, USA)을 구입하여, 80 mesh 크기의 시료를 사용하였다.

[0195] 표 11은 시중에서 기능성 식이섬유 제품으로 판매되고 있는 제품과 본 연구에 원료로 사용된 소나무 칩, 자연건조 후 Severity factor(log Ro) 4.79조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩 및 폭쇄처리(Severity factor(log Ro) 4.79) 후 알칼리 처리하여 제조된 소나무 섬유소의 수분흡착력 및 오일 흡수력을 나타내었다.

[0196] 시판 식이섬유 제품인 글루코만난 및 차전자피의 수분흡착력은 gel화로 인해 측정이 불가능하였고, 귀리의 수분흡착력은 4.1 g water/g을 나타냈으며, 본 발명에 사용된 원료인 소나무 칩, 자연건조 후 severity factor 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩, 제조된 소나무 섬유소의 수분흡착력은 각각 6.0 g water/g, 5.6 g water/g, 및 16.8 g water/g으로 소나무 섬유소에서 수분흡착력이 크게 개선된 것을 확인하였다.

[0197] 시판 식이섬유 제품인 귀리, 글루코만난 및 차전자피의 오일 흡수력은 각각 4.8 g oil/g, 4.3 g oil/g, 및 4.9 g oil/g을 나타냈으며, 본 발명에 사용된 원료인 소나무 칩, 자연건조 후 severity factor 4.79의 조건으로 폭쇄처리된 소나무 칩, 제조된 소나무 섬유소의 oil 흡수력은 각각 4.6 oil/g, 5.6 oil/g, 및 10.8 oil/g으로 나타났다. 원료인 소나무 칩은 시판 식이섬유 제품과 유사한 oil 흡수력을 나타냈으며, 폭쇄처리 및 알칼리 처리를 통해 오일 흡수력이 개선된 것을 확인하였다.

표 11

	Water holding capacity (g water/g)	Oil holding capacity (g oil/g)
귀리	4.1	4.8
글루코만난	-	4.3
차전자피	-	4.9
소나무 칩 (무처리)	6.0	4.6
Steam explosion 처리된 소나무 (자연건조 후 severity factor (log Ro) 4.79)	5.6	5.6
제조된 소나무 섬유소	16.8	10.8

[0199] 표 12는 시판 식이섬유 제품인 귀리, 글루코만난 및 차전자피의 기능성 원료 인정 현황에 대한 내용을 나타내었다. 기능성 지표성분이 글루코만난은 총 식이섬유 함유량 690 mg/g, 귀리는 총 식이섬유 함유량 200 mg/g, 차전자피는 총 식이섬유 함유량 790 mg/g 임을 고려할 때, 본 발명에 의해 제조된 소나무 섬유소의 경우, 총 식이섬유 함유량이 월등히 높으며 (925 mg/g), 배변 활동 등에 영향을 주는 수분흡착력 및 오일 흡수력 또한 시판제품에 비해 높게 나타나 기능성 원료로의 인정도 충분히 가능함을 알 수 있다.

표 12

원료	기능성 내용	기능성 (지표성분)	일일섭취량
글루코만난 (곤약, 곤약만난)	혈중 콜레스테롤 개선, 배변활동 원활에 도움을 줄 수 있음	글루코만난 식이섬유 (690 mg/g 함유)	글루코만난 식이섬유로서 2.7 ~ 17g
귀리	혈중 콜레스테롤 개선, 식후 혈 당 상승 억제에 도움을 줄 수 있음	귀리 식이섬유 (200 mg/g 함유)	귀리식이섬유로서 ① 3 g 이상 (콜레스테롤) ② 0.8 이상 (식후 혈당)
차전자피	혈중 콜레스테롤 개선·배변활동 원활에 도움을 줄 수 있음	차전자피 식이섬유 (790 mg/g 함유)	차전자피 식이섬유로서 ① 5.5 g 이상 (콜레스테롤) ② 3.9 g 이상 (배변활동)

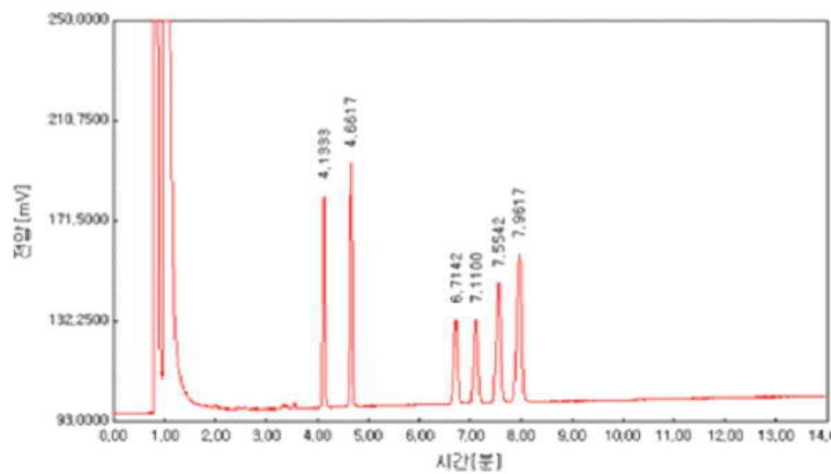
[0201] 이상과 같이, 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술 사상과 아래에 기재될 청구범위의 균등 범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

도면

도면1



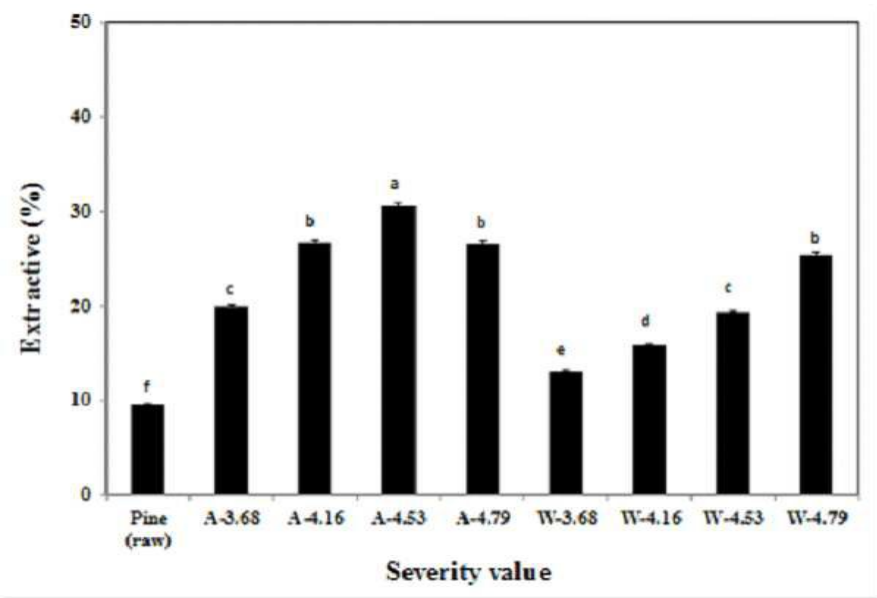
도면2



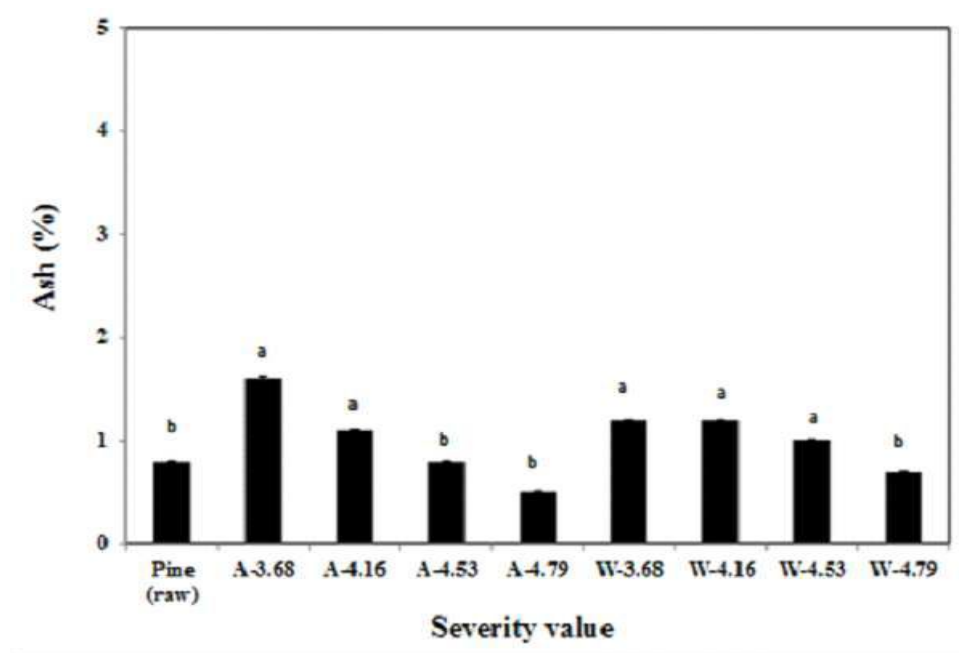
도면3



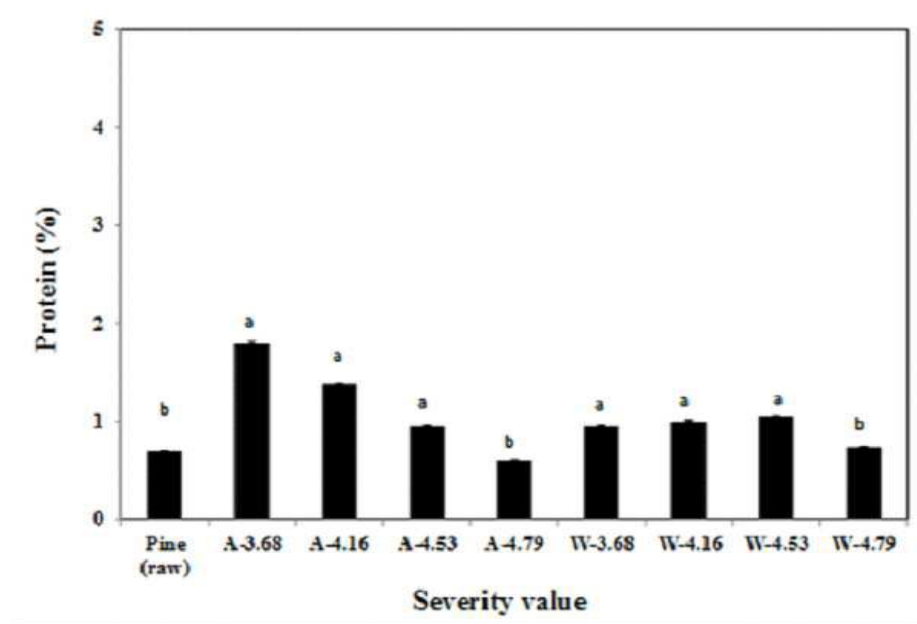
도면4



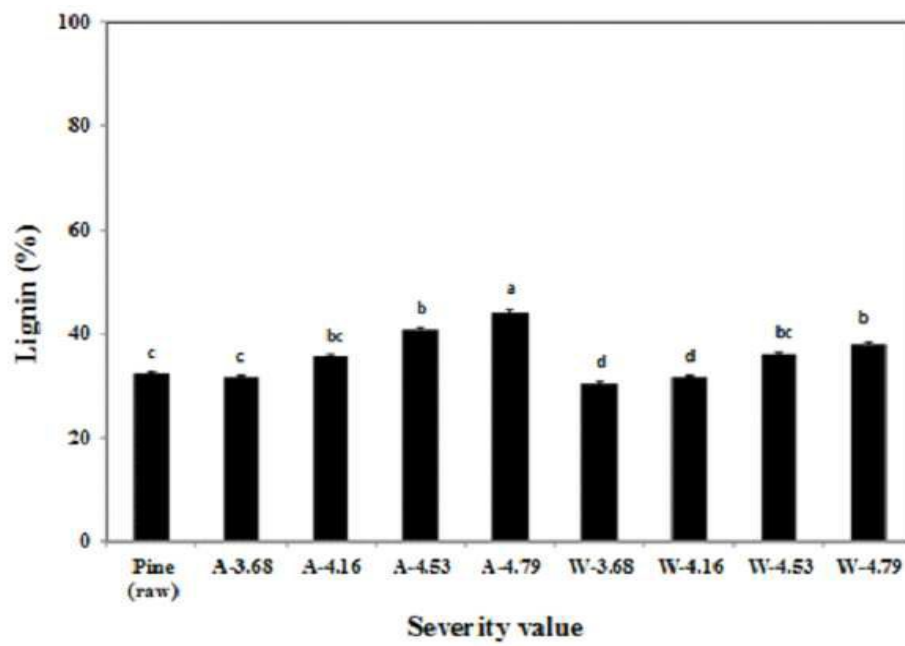
도면5



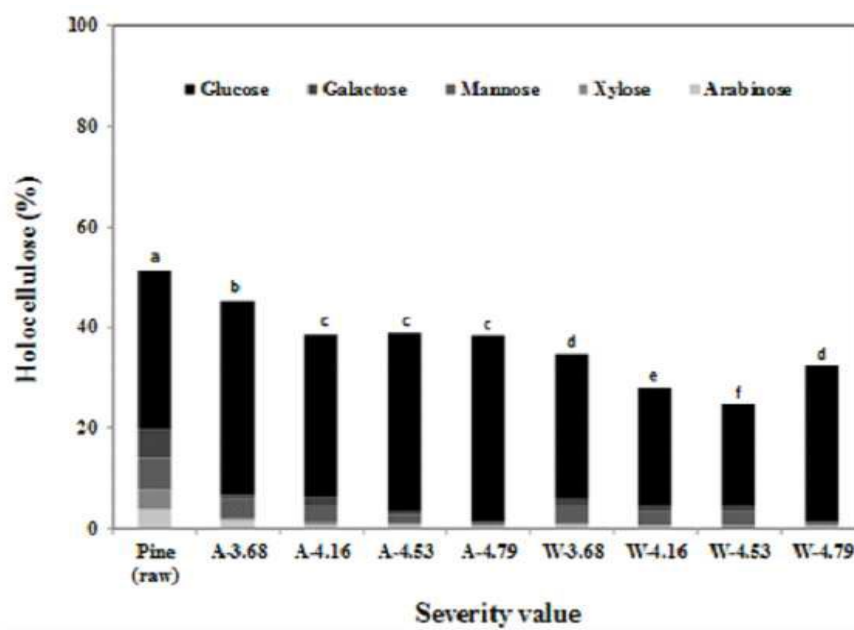
도면6



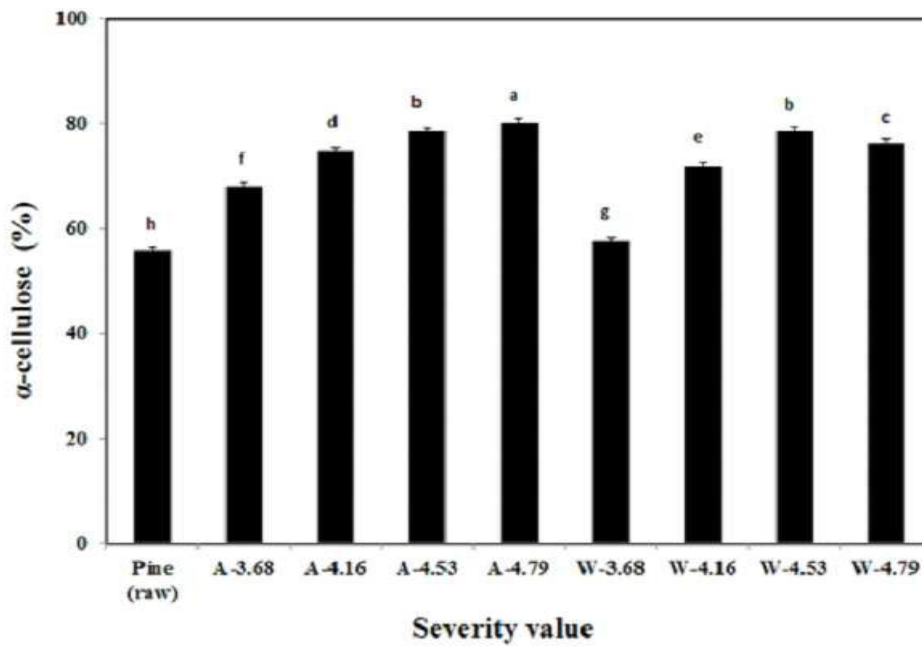
도면7



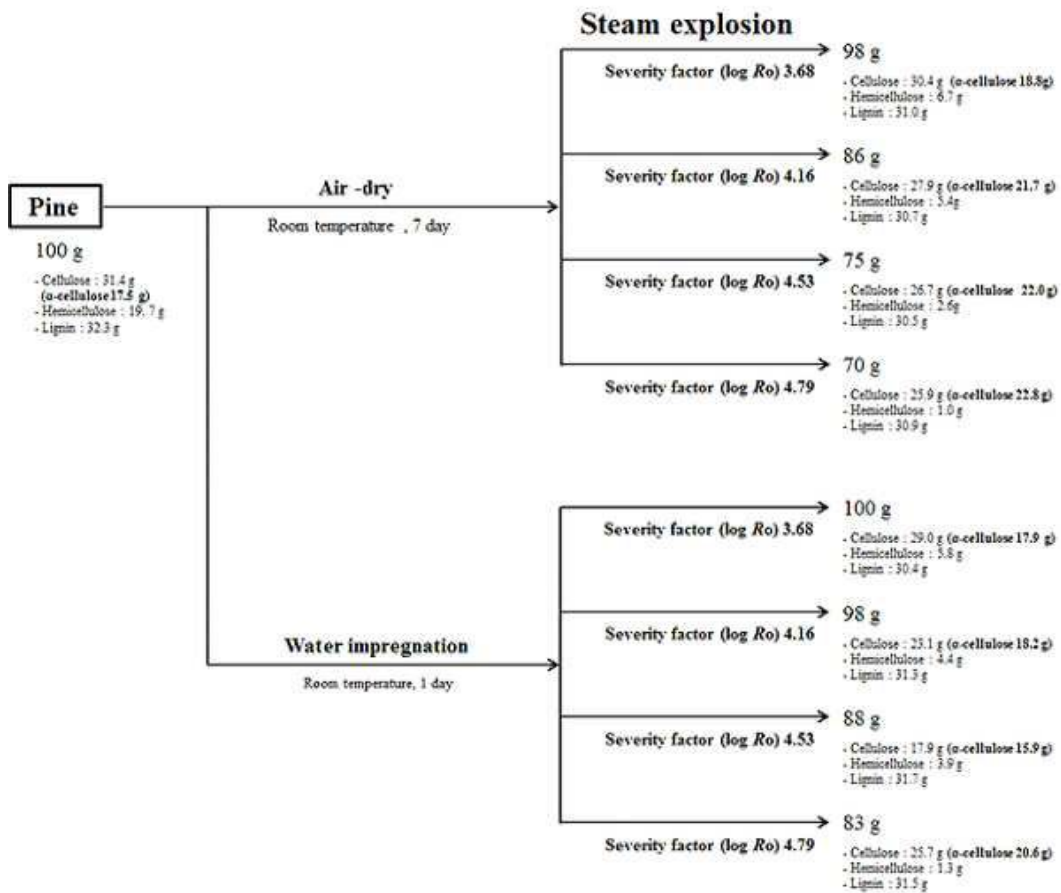
도면8



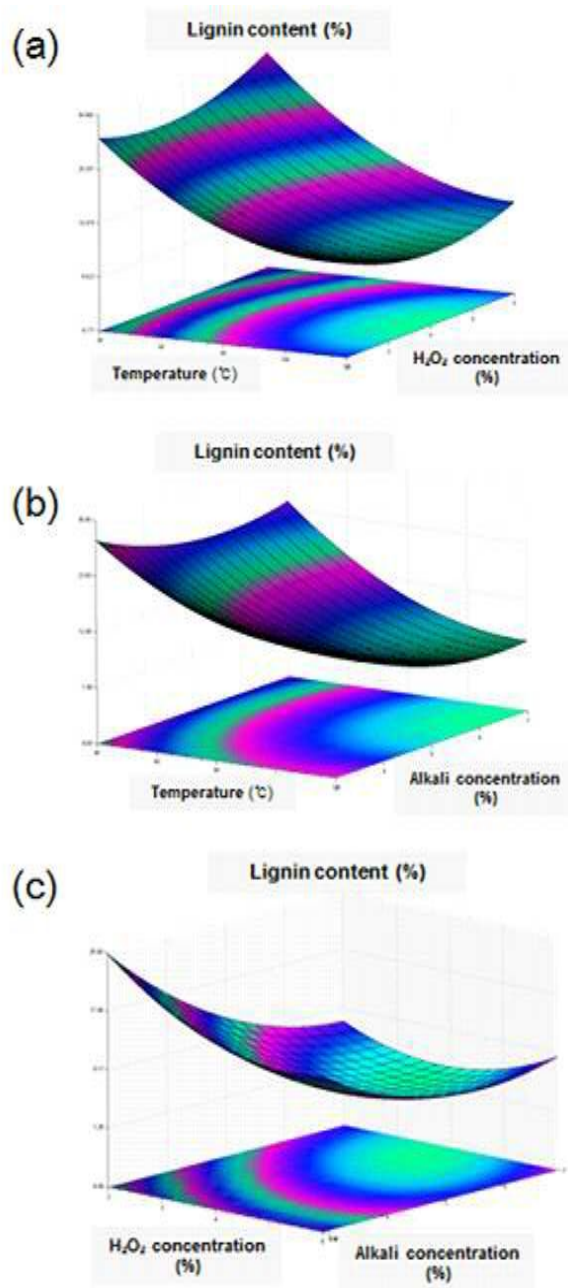
도면9



도면10



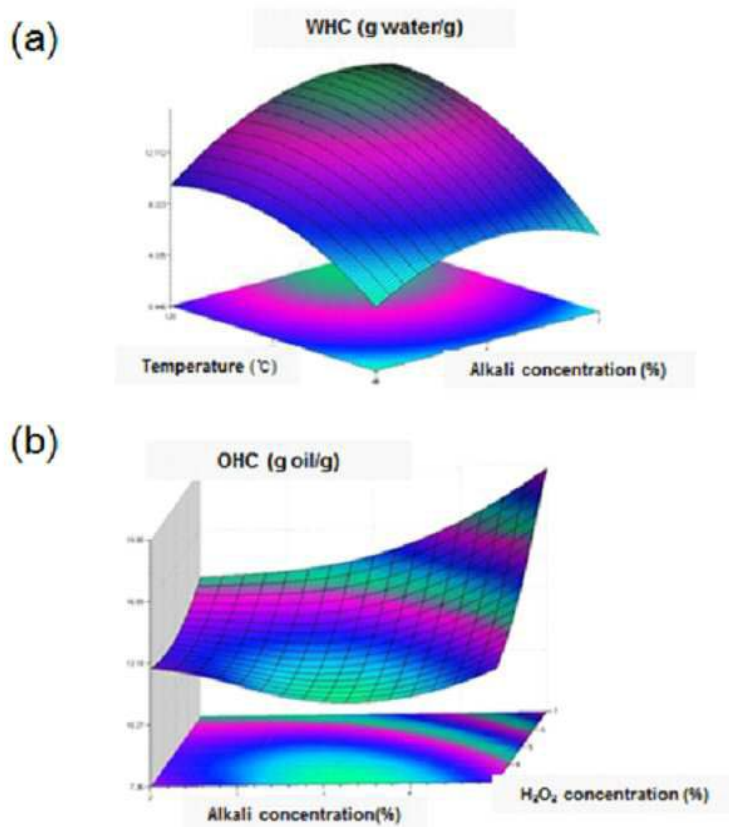
도면11



도면12



도면13



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1, 청구항 9

【변경전】

상기 알칼리화합물

【변경후】

상기 수산화나트륨