

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0098246 (43) 공개일자 2012년09월05일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) A61K 9/48 (2006.01) A61K 9/16 (2006.01) A61K 9/113 (2006.01) A61K 33/26 (2006.01)	(71) 출원인 세종대학교산학협력단 서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학교)	
(21) 출원번호 10-2011-0018079	(72) 발명자 곽해수 서울특별시 강동구 풍성로65길 34, 현대 2차 아파트 101동 601호 (둔촌동)	
(22) 출원일자 2011년02월28일 심사청구일자 2011년02월28일	이선영 서울특별시 금천구 두산로13길 39 (독산동) 안성일 서울특별시 광진구 독섬로59길 81-14 (자양동)	
	(74) 대리인 황이남	

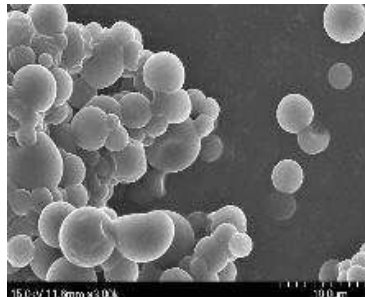
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 **철분 미세 캡슐 분말 및 그 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 w/o/w형 다중 유화법과 분무건조방법을 이용한 수용성 철분 미세캡슐 분말의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 중심물질인 수용성 철염의 수용액과 1차 유화제 및 1차 피복물질로 W/O형 유화액을 만드는 단계와 이 W/O 유화액을 중심물질로 하고 2차 유화제와 수용성 2차 피복물질을 혼합 유화시킨 다음 원심분리하여 캡슐화된 W/O/W 유화액을 얻는 단계와 제조된 유화액을 분무건조하는 단계로 구성되는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법에 관한 것으로서 식품의 철분강화 목적으로 첨가시 취급이 용이하고, 지방의 산화 또는 변색에 영향을 미치지 않고 체내에서의 생체 이용도를 높일 수 있을 뿐 아니라 안정성이 높아 장기간 저장이 가능하다.

대표도 - 도8a



특허청구의 범위

청구항 1

수용성 철염의 수용액과 1차 유화제 및 1차 피복물질로 W/O형 유화액을 만드는 단계;

상기의 W/O 유화액을 중심물질로 하고 2차 유화제와 수용성 2차 피복물질을 혼합 유화한 다음 원심분리하여 캡슐화된 W/O/W 유화액을 얻는 단계; 및

상기의 W/O/W 유화액을 분무건조하는 단계를 포함하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 철염은 헵 철, 황산 제1철, 황산 제2철, 염화 제1철, 염화 제2철, 구연산 철, 구연산 암모늄 철, 피로인산 철 또는 젖산철 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 1차 유화제는 폴리글리세롤 폴리시놀리에이트(polyglycerol polyricinoleate) 0.75~1.0%이고, 1차 피복물질은 중쇄 트리글리세라이드(medium-chain triglyceride, MCT)인 것을 특징으로 하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 2차 유화제는 폴리에틸렌 소르비탄 모노라우레이트(polyoxyethylene sorbitan monolaurate)의 1.0~1.5%이고, 2차 피복물질은 말토덱스트린, 유청 분리단백(Whey protein isolate, WPI), 아라비아 검(Arabic gum)인 것을 특징으로 하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 유화액을 3,000×g로 5-10분간 원심분리하여 캡슐화된 에멀전과 캡슐화되지 않은 여액으로 분리하는 것을 특징으로 하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 미세 캡슐화된 에멀전을 입구 온도 180-190℃, 출구 온도 85~95℃에서 분무건조하는 것을 특징으로 하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 w/o/w형 다중 유화법과 분무건조방법을 이용한 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 수용성 철염의 수용액과 1차 유화제 및 1차 피복물질로 W/O형 유화액을 만드는 단계; 상기의 W/O 유화액을 중심물질로 하고 2차 유화제와 수용성 2차 피복물질을 혼합 유화한 다음 원심분리하여 캡슐화된 W/O/W 유화액을 얻는 단계; 및 상기의 W/O/W 유화액을 분무건조하는 단계를 포함하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 철(Fe)은 생체 내에서 이루어지는 거의 모든 대사에 필수적인 성분으로, 호흡계 내에서 산소와 탄산가스 운반, 효소의 성분, 면역, 감염 및 인지능력의 관계 등 매우 중요한 역할을 한다.

[0003] 철은 헤모글로빈(hemoglobin)과 미오글로빈(myoglobin)의 gpa(heme) 구조에 포함되어 산소의 저장 및 이용에 매우 중요한 역할을 담당하고 있으며, 다른 영양소와는 달리 비교적 소량이 필요하나 미량 무기질 중에서 가

장 결핍되기 쉽다.

[0004] 철 결핍은 헤모글로빈 농도의 감소, 평균 적혈구 헤모글로빈 농도의 감소, 마이오글로빈 감소, 세포의 헴 함유 사이토크롬의 감소 등을 가져오며, 철을 이용하는 효소의 활성 저하로 인해 지적 수행능력이 부진하고 주의력이 감소될 수 있으며, 육체활동능력의 저하, 기억과 학습장애, 면역 기능 저하를 가져올 수 있다. 철의 결핍은 세계적으로 경제사정이 빈곤한 지역뿐 아니라 부유한 지역에서도 가장 빈도가 높은 영양문제이다. 그 원인은 부적절한 섭취, 철 흡수의 불량, 빠른 성장과 혈액 손실, 반복되는 임신에 의한 저장 철의 고갈 등이다.

[0005] 철은 흡수율이 10~30% 정도로 낮으며 그 이용률은 체내 철분 저장 상태, 철의 생체 이용성, 적혈구 합성정도, 식이 철분의 형태 및 다른 식이 인자에 의해 영향을 받는다. 식이내의 철분은 헴철과 비헴철의 두 가지 형태로 존재하며, 이 두 형태에 따라 철분의 흡수율이 다르다. 철분의 흡수율은 체내의 철분이 고갈되면 증가하는데, 헴철은 식이구성에 의해 영향을 받지 않고 이용률이 높은 반면, 비헴철의 경우 철분의 체내 흡수는 철분의 화학적 상태, 철분이 포함된 식이의 구성요소 및 개인의 영양상태 등 여러 요인에 의하여 좌우된다. 비타민 C(ascorbic acid)는 비헴철의 흡수를 증진시키는데 철분의 환원형(ferrous)과 수용성 복합체를 형성하여 소장 내에서 흡수를 촉진시키는 것으로 알려져 있다. 동물성 식품의 철분 중 40%가 헴철이고, 나머지 60%는 비헴철로 존재하며, 곡류, 채소 등 식물성 식품과 유제품에는 모두 비헴철의 형태로만 존재한다. 비헴철은 헴철에 비해 흡수율이 낮으나 식이 철분에서 차지하는 비중이 훨씬 커서 실제 흡수되는 철분의 대부분을 차지하므로 그 이용률의 평가가 매우 중요하다.

[0006] 우리나라의 식이 패턴은 식물성 식품을 많이 포함하고 있어 식사로 섭취하는 철분의 절대량은 비교적 충분한 편이지만, 흡수율이 낮은 비헴철이 많기 때문에 생체 이용률은 약 9%로 낮은 편이다. 2008년도 국민 건강 영양조사 결과를 보면, 1일 평균 철분 섭취량은 12.9mg으로, 식물성 식품 75%, 동물성 식품 25%의 비율로 철분이 섭취되는 것으로 보고되어 있다.

[0007] 국민 1인당 철분 섭취량은 12.9mg으로 한국인 영양섭취기준에서 제시한 권장 섭취비율 대비 119.4%로서 우리나라 사람들의 철분 영양 상태에 문제가 없는 것으로 보이나, 연령 12~18세의 경우 82.2%이고, 여자의 경우는 12~18세는 71.2%, 19~29세는 74.1%로 대체적으로 사춘기 여학생들의 철분 영양상태가 불량하다고 할 수 있다. 철 결핍성 빈혈은 특히 성장 속도가 빠른 유년기 아동 및 청소년기를 비롯해서 가임기 여성, 그리고 임신부 및 수유부 등에서 빈번히 관찰되고 있다. 여고생의 경우는 급격한 신체 성장과 월경으로 인한 혈액 손실, 잘못된 식사습관, 무분별한 체중감량으로 인한 철분결핍으로 빈혈의 빈도가 더욱 높은 것으로 나타났으며, 아시아 개발도상국의 경우 청소년의 40% 이상이 빈혈로 보고되어 있다. 그러므로 철분함량이 풍부한 식생활을 통하여 부족한 철분을 보충해야 할 필요가 있다. 철분의 보충은 철분 제제의 복용을 통해 교정할 수 있으나, 약제 복용의 불편함이나 번거로움을 피하기 위하여 철분을 충분히 섭취할 수 있는 식생활을 해야 한다. 우유와 같이 영양학적으로 완전한 식품인 경우에도 철분의 양은 극히 적어서 철분 강화에 대한 연구가 필요하다. 우유 및 유제품의 철분 강화를 위해 철 화합물을 미세 캡슐화시켜 우유에 첨가했을 때 캡슐화하지 않은 철분을 첨가했을 때보다는 생체 이용성이 증가했다는 보고가 있고, 요구르트나 치즈에 첨가한 연구보고가 있으나 미흡한 실정이다.

[0008] 한편 본 발명과 관련된 수용성 철분 미세 캡슐에 관한 선행기술을 살펴보면, 본 발명자의 한국특허등록 10-0477874(지방산 에스터를 이용한 수용성 철분 미세캡슐)는 지방산 에스터인 폴리글리세린 모노스테아레이트(polyglycerin monostearate, PGMS)를 사용하여 수용성 철분인 황산 암모늄 철(ferric ammonium sulfate), 젖산 철(ferrous lactate) 또는 구연산 암모늄 철(ferric ammonium citrate)을 미세캡슐화한 철분 미세캡슐에 관한 것이나 본 발명과는 그 기술적 구성이 다르다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 식품에 철분을 강화할 경우 식이 철분량을 증가시킬 수 있지만, 철분이 지방을 산화시켜 이취, 이미의 발생과 색변화를 야기할 수 있고 다른 영양소의 손실을 초래하거나 인체에 해로운 성분 등이 생성될 수도 있어 제품의 품질과 기호성에 영향을 미칠 수 있다. 그리고 철분을 W/O 및 O/W의 단순구조 에멀전으로 미세 캡슐화하는 경우에도 일반적으로 이들은 저장 기간 중 안정성이 낮고 W/O의 경우 피복이 유층(油層)으로 되어 있어 우

유 등 수용성 식품의 적용에 어려움이 있으며, O/W의 경우 지방의 산화가 일어나는 문제점이 있다.

[0010] 본 발명의 목적은 식품에 첨가하기 용이하고 유지의 산패 우려가 없으면서 안정성이 높아 장기간 보존성이 보장되는 수용성 철분 미세캡슐 분말의 제조방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명은 중심물질인 수용성 철염 수용액과 1차 유화제와 1차 피복물질인 중쇄 트리글리세라이드(medium-chain triglyceride, MCT)를 혼합 교반한 후 균질화하여 W/O형 에멀전을 만들고 다시 이 W/O 유화액을 중심물질로 하고 2차 유화제와 2차 피복물질의 혼합액을 첨가 후 혼합하여 W/O/W 유화액을 제조하고 이 W/O/W 유화액을 원심분리하여 미세 캡슐화된 부분을 회수하여 분무건조하여 분말화함으로써 안정성이 높은 수용성 철분 미세 캡슐 분말을 제공한다.

발명의 효과

[0012] 본 발명은 식품에 첨가하기 용이하고 유지의 산패 우려가 없으면서 안정성이 높아 장기간 보존성이 보장되는 수용성 철분 미세캡슐 분말을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0013] 도 1은 유화제의 HLB 값과 수상과 유상의 비율이 W/O 유화액의 ESI에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 2는 1차 유화제의 농도가 W/O 유화액의 ESI에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 3a, 도 3b 및 도 3c는 W/O/W 철분 에멀전의 현미경 사진이다.
 도 4는 유화제의 HLB 값과 수상과 W/O 유화액상의 비율이 W/O/W 유화액의 ESI에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 5는 2차 유화제의 농도가 W/O/W 유화액의 수율에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 6은 중심물질의 농도가 W/O/W 유화액의 수율에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 7은 피복물질의 종류가 W/O/W 유화액의 수율에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 8a, 도 8b 및 도 8c는 분무건조 철분 미세 캡슐의 주사전자현미경 사진이다.
 도 9는 인공 위액 중에서 피복물질이 미세 캡슐 분말의 철분의 유리에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 10은 인공 소장액 중에서 피복물질이 미세 캡슐 분말의 철분의 유리에 미치는 영향에 관한 그래프이다.
 도 11은 WPI 피복 철분 미세 캡슐의 우유 중에서의 철분 유리량에 관한 그래프이다.
 도 12는 WPI 피복 철분 미세 캡슐이 우유의 TBA 값에 미치는 영향에 관한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 본 발명은 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법을 나타낸다.

[0015] 본 발명은 수용성 철염의 수용액과 1차 유화제 및 1차 피복물질로 W/O형 유화액을 만드는 단계; 상기의 W/O 유화액을 중심물질로 하고 2차 유화제와 수용성 2차 피복물질을 혼합 유화한 다음 원심분리하여 캡슐화된 W/O/W 유화액을 얻는 단계; 및 상기의 W/O/W 유화액을 분무건조하는 단계를 포함하는 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법을 나타낸다.

[0016] 상기에서 철염은 헴 철, 황산 제1철, 황산 제2철, 염화 제1철, 염화 제2철, 구연산 철, 구연산 암모늄 철, 피로인산 철 또는 젖산철 중에서 선택된 어느 하나를 사용할 수 있다.

[0017] 상기에서 1차 유화제는 폴리글리세롤 폴리리놀리에이트(polyglycerol polyricinoleate) 0.75~1.0%를 사용할 수 있다.

- [0018] 상기에서 1차 피복물질은 중쇄 트리글리세라이드(medium-chain triglyceride, MCT)를 사용할 수 있다.
- [0019] 상기에서 2차 유화제는 폴리옥시틸렌 소르비탄 모노라우레이트(polyoxyethylene sorbitan monolaurate) 1.0?1.5 %를 사용할 수 있다.
- [0020] 상기에서 2차 피복물질은 말토덱스트린, 유청 분리단백(Whey protein isolate, WPI) 및/또는 아라비아 검(Arabic gum)을 사용할 수 있다.
- [0021] 상기에서 유화액을 3,000×g로 5?10분간 원심분리하여 캡슐화된 에멀전과 캡슐화되지 않은 여액으로 분리할 수 있다.
- [0022] 상기에서 미세 캡슐화된 에멀전을 입구 온도 180?190℃, 출구 온도 85?95℃에서 분무 건조할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법에 대해 다양한 조건으로 실시한바, 본 발명의 목적을 달성하기 위해서는 상기에서 언급한 조건에 의해 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법을 제공하는 것이 바람직하다.
- [0024] 본 발명은 상기에서 언급한 수용성 철분 미세 캡슐 분말의 제조방법에 의해 제조한 수용성 철분 미세 캡슐 분말을 포함한다.
- [0025] 이하 본 발명의 내용을 실시예 및 시험예를 통하여 구체적으로 설명한다. 그러나, 이들은 본 발명을 보다 상세하게 설명하기 위한 것으로 본 발명의 권리범위가 이들에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0026] <실시예 1> W/O형 유화액의 제조
- [0027] 중심물질인 1% 황산 제1철(Sigma Chemical, 미국, 식품첨가물급) 수용액과 1차 유화제(polyglycerol polyricinoleate(일신유화), sucrose fatty acid ester(남영상사), polyglycerol fatty acid ester(HLB 3 및 5, 남영상사), glycerol monolaurate(남영상사)를 1차 피복물질인 중쇄 트리글리세라이드(medium-chain triglyceride, MCT)(웰가)를 혼합하여 60℃, 1,500rpm, 30분 동안 교반하여, 1차 유화시킨 후, 호모제나이저(WiseMixTM HG15A, 대한과학)를 사용하여 9,000rpm에서 1분간 균질화하였다.
- [0028] <시험예 1-1>
- [0029] W/O 유화계의 유화안정지수(emulsion stability index, ESI)는 Volumetric method(Analytical Sci. & Technol. 7(2): 237-243)에 따라 산출하였다. 즉, 유화액을 형성시키고 100℃에서 2시간 경과후 분리된 층과 층 유화액 층의 부피를 측정하여 그 비율로 ESI(%)를 산출하였다.
- [0030] 중심물질과 피복물질인 중쇄 트리글리세라이드(medium-chain triglyceride, MCT)의 비율을 각각 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4 로 하여 유화제 종류별로 유화안정지수를 측정한 바 HLB 값이 0.6인 소수성 유화제 polyglycerol polyricinoleate(PGPR)가 가장 안정한 유화계를 형성하는 것을 나타냈으며, 중심물질과 피복물질의 비율은 4:6(v/v)일 때 98%의 ESI를 나타내었다(도 1). 그리고 중심물질과 피복물질의 비율을 4:6(v/v)으로 하고 PGPR의 농도를 0.25?1.25% (w/v)의 범위에서 0.25% 단위로 단계적으로 농도를 증가시켜 유화계를 형성시키고, ESI(%)를 측정한 결과, PGPR의 농도가 증가할수록 유화 안정성도 비례적으로 증가하였으나, 1.0 % 이상일 때 ESI가 98%로 나타났다(도 2).
- [0031] <실시예 2> W/O/W 유화액의 제조
- [0032] 시험예 1-1에서 제조한 W/O형 유화액을 중심물질로 하여 여기에 2차 피복물질[말토덱스트린(maltodextrin, MD,삼양 제넥스), 유청분리단백(whey protein isolate, WPI, Davisco Foods Inc. 미국), Arabic gum(AG, 삼아 벤처)]과 2차 유화제[polyglycerol fatty acid ester(HLB 13)(남영상사), decaglycerine monooleate(HLB

14.5)(일신유화), polyoxyethylene sorbitan monolaurate(HLB 16.7)(일신유화)를 혼합액을 서서히 첨가한 다음 다시 10분간 1,400rpm으로 혼합하여 W/O/W 유화액을 제조하였다. 유화액을 3,000×g로 5분간 원심분리하여 캡슐화된 캡슐과 캡슐화되지 않은 여액으로 분리하 미세 캡슐화된 유화액을 제조하였다(도 3).

[0033] 철분 미세캡슐의 수율 측정은 Diaz 등[J. Sci. Food Agri. 82, 1551(2002)]의 방법을 이용하였다. 유화액을 3,000×g에서 5분간 원심분리하고 여액 0.5mL에 0.25N HCl에 용해한 10% hydroxylamine-hydrochloride 용액 0.5mL을 가하여 혼합한 후, 실온에서 15분 동안 방치한다. 9.0mM ferrozine 0.5mL을 가하여 잘 혼합하고 10분간 방치한 다음 562nm에서 흡광도를 측정하여 다음의 식에 의하여 수율(%)을 계산하였다.

$$\text{수율}(\%) = \left[1 - \frac{\text{캡슐화 되지 않은 철분 함량}}{\text{캡슐에 이용된 총 철분 함량}} \right] \times 100$$

[0034] <시험예 1-2>

[0035] W/O형 철분 유화액에 2차 피복물질을 말토덱스트린(maltodextrin)(DE18) 10%로 정하고, 최적의 W/O 유화액에 2차 피복물질을 첨가하여 W/O에서 W/O 유화액과 피복물질의 비율을 1:9, 1.5:8.5, 2:8, 2.5:8.5, 3:7으로 수율을 측정하여 도 4에 나타내었다. W/O 유화액과 다르게 HLB 값이 16.7인 친수성이 강한 polyoxyethylene sorbitan monolaurate(PSML)가 80% 이상의 높은 수율을 나타내었다. 반면 W/O/W 형 유화제와 같이 최종의 피복층이 수분층이면 HLB 값이 높은 친수성 유화제가 적합한 것으로 판단되었는데, W/O 유화액과 피복물질의 비율은 2.5:7.5일 때 92%의 가장 높은 수율을 나타내었고, W/O 유화액의 30% 이상의 비율에서는 에멀전 전이가 일어나지 않았다(도 4).

[0036] <시험예 2>

[0037] 중심물질과 피복물질의 최적 비율과 2차 유화제의 종류에 따른 수율(%)을 측정한 결과, PSML을 0.5~1.5% (w/v)의 농도범위에서 0.25% 단위로 단계적으로 농도를 증가시켜 W/O/W 에멀전을 형성시켰을 때 PSML의 농도가 증가할수록 수율도 비례적으로 증가하여 1.0% 이상의 농도에서 수율이 93%로 나타났다(도 5).

[0038] 철염의 농도를 0.5%, 1.0%, 1.5%, 2%로 하고 W/O 에멀전과 2차 피복물질의 비율을 2.5:7.5(w/v)로, 유화제 PGPR과 PSML의 농도는 1%로 하였을 때는 1.0% 이하에서 94%로 수율이 높았다(도 6).

[0039] <시험예 3>

[0040] 피복물질의 종류별 수율은 maltodextrin(MD, DE18)과 arabic gum(AG), whey protein isolate(WPI) 각각 93.13%, 93.63%, 92.90%이었으며, WPI로 피복시 가장 높게 나타났다(도 7).

[0041] <실시에 3> 철분 미세캡슐 분말

[0042] 실시예 2와 같이 제조한 유화액을 분무건조기(Eyela spray dryer SD-1000, Eyela, Tokyo, Japan)에서 건조하여 분말화고 이를 도 8a 내지 도 8c에 나타내었다. 분무건조 조건은 입구 온도 190℃, 출구 온도 90℃, 아토마이저(atomizer) 회전속도 1,000rpm, 투입속도 800mL/hr로 하였다.

[0043] <시험예 4>

[0044] 철분 미세 캡슐 분말의 수율 측정은 분말 0.3g에 증류수 5mL을 첨가하고 2차 피복 물질이 다 녹을 때 까지 섞은 후, 다시 iso-octane: iso-propanol을 3:1(부피비) 혼합한 용액을 40mL을 첨가하여 1차 피복을 완전히 용해시키고(vortex mixing) 10,000rpm으로 10분간 원심분리하여 상층액의 철분 함량을 측정하여 수율을 산출하였다.

[0045] 건조 캡슐분말의 철분 제조 수율을 측정한 결과는 표 1과 같다. WPI로 피복하였을 때 80.2%로 수율이 가장 높았다.

표 1

분무건조 철분 미세 캡슐의 제조 수율

피복 물질	수율 (%)
말토덱스트린	75.93±1.01
유청 분리단백	80.24±1.03
아라비아검	77.97±0.88

<시험예 5>

철분 미세캡슐 분말의 인공 위액 중에서의 철분 유리량을 조사하였다. 철분 유리량은 캡슐 분말 0.3g을 20mL 증류수에 현탁시키고 0.1M 염산으로 pH 2.0으로 조정한 후, 펩신 용액(1g/0.1M HCl 25mL) 0.25mL을 넣고, 진탕 수욕조에서 37℃, 75rpm으로 진탕시키면서 인공 위액중에 방출된 철분량을 정량하였다.

철분 미세캡슐 분말의 인공 위액 중에서의 철분 유리 비율은 반응 30분 및 120분 후 WPI로 피복한 경우 각각 1.4% 및 2.1%이었으며, MD로 피복한 경우 각각 1.1% 및 1.6%이었고, AG로 피복한 경우는 각각 1.0% 및 1.1%로 나타나 위장 내에서 펩신의 작용을 거의 받지 않는 것으로 나타났다(도 9 참조).

<시험예 6>

인공 소장액 중에서의 철분 유리량은 다음과 같이 조사하였다. 0.1N NaOH로 pH 7.0으로 조정한 후, 판크레아틴(pancreatin) 0.04g과 디옥시콜린산(deoxycholic acid) 0.25g을 0.1M NaHCO₃ 10mL에 녹인 용액을 0.3g을 증류수 20mL에 첨가하고 1N NaOH로 pH 7.0으로 조정한 다음 37℃에서 100rpm 속도로 진탕시키면서 반응시간 별로 방출된 철분량을 정량하였다.

인공 소장액 중에 유리된 철분 함량 측정 결과, WPI로 피복한 캡슐 분말인 경우 30분 후 50%, 120분 후 72%가 방출되었으며, MD로 피복한 캡슐 분말은 30분 후 35%, 120분 후 60%가 방출되었고, AG의 경우는 30분 후 27%, 120분 후 46%가 방출되어 WPI로 피복한 캡슐 분말이 가장 많이 방출하는 것으로 나타났다(도 10 참조).

시험예 5-7의 결과를 종합하여볼 때 WPI가 가장 적합한 피복 물질로 판단되었다.

<실시예 4> 철분 미세 캡슐 분말 첨가 우유

WPI를 피복물질로 제조한 철분 미세캡슐 분말을 0.1%, 0.3%, 0.5%, 0.7% 농도로 우유 200mL에 첨가하여 4℃에서 16일간 저장하였다. 이때 시유를 개봉하지 않고 첨가물을 주사기로 주입하여 외부의 영향을 최소화하였으며, 0일, 4일, 8일, 12일, 16일 간격으로 시험을 실시하였으며 대조구는 시유를 사용하였다.

<시험예 7>

우유에 철분 미세캡슐 분말을 첨가하여 저장기간 중 철분의 유리량을 측정한 결과 첨가한 분말의 함량이 높을수록 저장기간 동안 철분의 유리량이 증가하였다. 0.1~0.3% 첨가한 우유의 철분 유리량은 저장기간 동안 0.17~0.2 ng/mL으로 미량이 유리되었으나, 0.5% 첨가한 경우는 0일째 0.12ng/mL, 16일째 0.48ng/mL이 유리되었으며, 0.7% 첨가한 경우는 0일째 0.17ng/mL, 16일째 0.71ng/mL이 유리되었다. 이는 16일간 캡슐 분말의 총 철분량의 0.25~0.5%가 유리되어 우유 속에서 철분 미세캡슐 분말이 안정한 것으로 나타났다(도 11 참조).

<시험예 8>

저장 기간 동안 철분에 의한 유지방의 산패에 미치는 영향을 조사하였다.

미세캡슐 철분을 첨가한 우유의 산패 정도의 측정은 Stapelfeldt 등의 방법(Stapelfeldt, H., Nielsen, B. R., and Skibsted, L. H. 1997. Effect of heat treatment, water activity and storage temperature on the

oxidative stability of whole milk powder. Int. Dairy J. 7:31-339)에 따라 실시하였다. 즉, 우유 17.6mL을 30℃로 가온 후, 1mL의 10% TCA와 2mL의 95% 에탄올(ethanol)을 첨가하고 혼합하여 5분간 정치 후 여과지(Whatman No. 42)로 여과한 여액 4mL을 채취하여 1mL의 TBA 용액(1.4g TBA/ 95% 에탄올 100mL)을 가하여 교반한 후, 60℃의 수욕중에서 60분간 가열한 다음 상온으로 냉각하고 450nm에서 흡광도를 측정하였다.

[0063] 철분 미세캡슐 분말을 넣지 않은 대조군의 흡광도 값은 0일째 0.17, 저장 16일에는 0.20으로 흡광도 값이 약간 증가하였으며, 철분 미세 캡슐 분말을 첨가한 우유의 흡광도 값도 대조군과의 흡광도 값과 비교시 차이가 거의 없었다. 0.7%를 첨가한 우유의 흡광도 값은 0일째는 0.19이었고, 저장 16일은 0.22로 대조군 보다 약간 높으나, 저장기간 동안의 흡광도 값은 대조군의 증가와 유사하여 철분 미세캡슐 분말이 지방산화를 앓는 것으로 나타났다(도 12 참조)

[0064] <시험예 9>

[0065] 우유의 색도 중 L-값은 소비자의 기호에 큰 영향을 미친다. 철분 미세 캡슐 분말이 우유의 색도에 미치는 영향을 조사하였다. 색도는 4℃로 저장된 시료를 Hunter 색차계(Minolta CT0310, Tokyo, Japan)를 사용하여 L-값(lightness), a-값(redness), b-값(yellowness)을 처리군 별로 10회 반복 측정하였다. 이때 사용한 표준 백색판 (standard plate)의 L, a, b값은 각각 97.75, -0.38, 1.88 이었다.

[0066] 철분 미세 캡슐 분말을 0.1%, 0.3%, 0.5%, 0.8% 농도별로 첨가하였을 때, 대조군과 L-값은 유의적 차이가 없었고, a-값과 b-값은 첨가량이 증가할수록 값이 증가하여 유의적 차이가 나타났다($p<0.05$). 16일 저장기간 동안은 L-값은 유의적 차이가 없었고, a-값과 b-값은 첨가량이 증가할수록 유의적 차이가 나타났다($p<0.05$). b-값은 캡슐의 첨가량이 증가할수록 증가하였는데, 이는 피복물질의 영향으로 사료된다. 철분 미세캡슐 분말을 0.1?0.3%로 첨가하였을 때 b-값은 유의적 차이가 없어 우유에 철분 미세캡슐 분말을 0.1?0.3% 첨가하였을 때 적절하다고 사료된다(표 2의 철분 미세캡슐 분말 첨가 우유의 저장기간에 따른 색도 변화 참조).

표 2

색도	첨가 농도 (%)	저장기간(일)				
		0	4	8	12	16
L (명도)	0	89.08±0.38 ^{1)ab/c}	88.64±0.55 ^{cAB}	88.97±0.22 ^{aAB}	88.91±0.30 ^{DAB}	88.53±0.24 ^{CB}
	0.1	88.96±0.41 ^{aAB}	88.75±0.14 ^{DCB}	89.00±0.15 ^{aAB}	89.94±0.23 ^{DAB}	89.08±0.06 ^{adA}
	0.3	89.17±0.25 ^{aAB}	89.34±0.23 ^{aA}	89.23±0.43 ^{aAB}	88.97±0.09 ^{DB}	89.23±0.23 ^{aAB}
	0.5	89.25±0.52 ^{aA}	89.15±0.17 ^{aA}	89.08±0.08 ^{aA}	89.25±0.08 ^{aA}	89.11±0.11 ^{adA}
	0.7	89.25±0.18 ^{aA}	89.03±0.16 ^{adA}	89.16±0.32 ^{aA}	88.97±0.11 ^{aA}	88.94±0.32 ^{aA}
a (적색도)	0	2.56±0.07 ^{DB}	2.73±0.30 ^{cAB}	2.61±0.18 ^{CB}	2.70±0.16 ^{DAB}	2.86±0.12 ^{DA}
	0.1	2.64±0.26 ^{DU}	2.85±0.06 ^{DCBU}	2.72±0.05 ^{DCUJ}	2.90±0.18 ^{AB}	3.10±0.07 ^{adA}
	0.3	2.89±0.19 ^{AB}	3.04±0.10 ^{aAB}	2.84±0.38 ^{adB}	2.85±0.03 ^{AB}	3.19±0.08 ^{aA}
	0.5	3.00±0.17 ^{AB}	3.02±0.07 ^{adB}	2.09±0.03 ^{adB}	2.89±0.03 ^{AB}	3.33±0.42 ^{aA}
	0.7	3.02±0.10 ^{AB}	3.07±0.06 ^{aAB}	2.97±0.12 ^{AB}	2.80±0.06 ^{adU}	3.10±0.09 ^{adA}
b (황색도)	0	2.61±0.17 ^{CB}	2.88±0.80 ^{cAB}	2.91±0.27 ^{cAB}	3.02±0.37 ^{CA}	3.44±0.31 ^{DA}
	0.1	2.98±0.51 ^{DCU}	3.38±0.14 ^{DCB}	3.13±0.18 ^{CBU}	4.27±0.35 ^{aA}	4.22±0.21 ^{aA}
	0.3	3.42±0.50 ^{DU}	3.63±0.32 ^{DBU}	3.54±0.50 ^{DBU}	3.94±0.13 ^{DB}	4.45±0.32 ^{aA}
	0.5	4.14±0.04 ^{AB}	4.46±0.25 ^{aA}	3.86±0.11 ^{DBU}	3.79±0.12 ^{DU}	4.50±0.26 ^{aA}
	0.7	4.29±0.25 ^{aA}	4.51±0.54 ^{aA}	4.33±0.24 ^{aA}	3.60±0.15 ^{DB}	4.59±0.45 ^{aA}

[0067]

- [0068] ¹⁾ Mean $\pm$ SD(n=8)
- [0069] ²⁾ Values with different superscript in a row (A-D) and column (a-c) are significant at $p<0.05$ by Duncan's multiple range test
- [0070] <시험예 10>
- [0071] 철분 미세 캡슐 분말을 첨가한 우유의 저장기간 동안 품질변화를 관능검사를 통하여 조사하였다. 철분 미세 캡슐 분말을 첨가한 우유를 4℃에 저장하면서 훈련된 10명의 관능요원에 의하여 저장기간 동안 외관, 냄새, 맛, 전체적인 기호도에 대한 관능적 특성을 7점법으로 대단히 강하다(7점), 보통(4점), 대단히 약하다(1점)로 평가하였다.
- [0072] 저장 기간동안 대조군과 색상(황색), 산미, 수렴미는 유의적 차이가 나타나지 않았고, 산패취, 조리취 금속성 맛은 저장기간 동안 유의적 차이가 나타났다($p<0.05$). Cooked는 피복물질인 WPI가 분무 건조 과정에서 열에 의해 생긴 것으로 사료되며 첨가량이 증가할수록 유의적 차이가 나타났다($p<0.05$). 전체적인 기호도는 저장기간 동안 유의적 차이는 없었으며, 첨가량에 따라서는 유의적 차이가 났다. 철분 미세캡슐 분말을 0.1?0.3% 첨가시 대조군과 유의적 차이가 없었다($p<0.05$). 따라서 철분 미세캡슐 분말을 0.3% 첨가시 관능적인 면에서 적절하다고 사료된다(표 3의 철분 미세캡슐 분말 첨가 우유의 저장기간에 관능검사 결과 및 표 4의 철분 미세캡슐 분말 첨가 우유의 저장기간에 관능검사 결과 참조).

표 3

관능성	Conc. (%)	저장기간(일)				
		0	4	8	12	16
색상 (황색)	0.0	1.00±0.00 ^{1)DAZ}	1.00±0.00 ^{DA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.14±0.38 ^{BA}	1.00±0.00 ^{DA}
	0.1	1.00±0.00 ^{DA}	1.14±0.38 ^{ADA}	1.43±0.45 ^{DGA}	1.14±0.38 ^{BA}	1.14±0.38 ^{DA}
	0.3	1.00±0.00 ^{DA}	1.07±0.19 ^{DA}	1.29±0.39 ^{DGA}	1.29±0.49 ^{BA}	1.14±0.38 ^{DA}
	0.5	1.71±0.49 ^{ABAS}	1.50±0.50 ^{ABAS}	1.86±0.24 ^{BA}	1.21±0.39 ^{ABAS}	1.43±0.53 ^{ABAS}
	0.7	1.29±0.49 ^{DA}	1.36±0.48 ^{ADA}	1.71±0.39 ^{ADA}	1.36±0.48 ^{BA}	1.71±0.76 ^{ADA}
산패취	0.0	1.00±0.00 ^{BA}	1.00±0.00 ^{DA}	1.00±0.00 ^{DA}	1.00±0.00 ^{DA}	1.14±0.38 ^{BA}
	0.1	1.00±0.00 ^{DBAS}	1.00±0.00 ^{DBAS}	1.29±0.49 ^{DABAS}	1.57±0.53 ^{ADA}	1.29±0.49 ^{ABAS}
	0.3	1.00±0.00 ^{ABAS}	1.00±0.00 ^{DBAS}	1.21±0.39 ^{DBAS}	2.00±0.82 ^{BA}	2.00±0.82 ^{BA}
	0.5	1.00±0.00 ^{ABAS}	1.57±0.53 ^{ABAS}	1.86±0.38 ^{ABAS}	2.14±0.69 ^{BA}	2.14±1.46 ^{BA}
	0.7	1.00±0.00 ^{ABAS}	1.71±0.76 ^{ABAS}	2.14±0.69 ^{ABAS}	2.14±0.90 ^{ABAS}	2.43±1.81 ^{BA}
조리취	0.0	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{GA}
	0.1	1.29±0.49 ^{CBAS}	1.86±0.90 ^{DGABAS}	1.79±0.39 ^{CBAS}	2.14±0.69 ^{GA}	2.14±0.69 ^{GA}
	0.3	1.29±0.49 ^{CU}	2.00±0.58 ^{CBAS}	2.00±0.58 ^{DGCBAS}	2.21±0.39 ^{DGABAS}	2.71±0.76 ^{DGA}
	0.5	2.71±0.49 ^{BA}	3.00±1.15 ^{BA}	2.50±0.65 ^{DA}	2.71±0.76 ^{CGABAS}	3.21±0.57 ^{DGABAS}
	0.7	2.14±0.38 ^{DBAS}	3.00±1.00 ^{ABAS}	3.29±0.76 ^{BA}	3.29±1.25 ^{BA}	3.71±0.76 ^{BA}
금속성 맛	0.0	1.00±1.00 ^{BA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{BA}	1.00±0.00 ^{GA}	1.00±0.00 ^{GA}
	0.1	1.00±1.00 ^{BU}	1.36±0.48 ^{DGABU}	1.86±0.38 ^{CGABAS}	2.14±0.69 ^{GA}	1.86±0.38 ^{CBAS}
	0.3	1.00±1.00 ^{DBAS}	1.50±0.50 ^{DGCBAS}	2.14±0.38 ^{DGGA}	2.57±0.53 ^{ADABAS}	2.14±0.69 ^{DGGA}
	0.5	1.00±1.00 ^{DBAS}	2.36±1.03 ^{ADABAS}	2.57±0.53 ^{CGABAS}	3.00±0.82 ^{BA}	2.86±1.07 ^{DA}
	0.7	1.14±0.38 ^{CBAS}	2.79±1.52 ^{BA}	3.00±0.82 ^{BA}	3.14±0.69 ^{CGABAS}	3.71±0.76 ^{BA}

[0073]

[0074] ¹⁾ Mean±SD(n=8)

[0075] ²⁾ Values with different superscript in a raw (A-D) and column (a-c) are significant at $p<0.05$ by Duncan's multiple range test

표 4

관능성	Conc. (%)	저장기간(일)				
		0	4	8	12	16
산미	0.0	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}
	0.1	1.00±0.00 ^{aA}	1.29 ±0.76 ^{aA}	1.50±0.50 ^{aDA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.14±0.38 ^{aA}
	0.3	1.00±0.00 ^{aA}	1.29 ±0.76 ^{aA}	1.64±0.75 ^{aDA}	1.14±0.38 ^{aA}	1.21±0.39 ^{aDA}
	0.5	1.00±0.00 ^{aB}	1.57±1.13 ^{aB}	2.00±1.00 ^{aA}	1.43±0.53 ^{aB}	1.43±0.53 ^{aB}
	0.7	1.00±0.00 ^{aA}	1.57±1.13 ^{aA}	1.86±0.90 ^{aA}	1.43±0.79 ^{aA}	1.71±0.76 ^{aA}
수렴미	0.0	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}	1.00±0.00 ^{aA}
	0.1	1.00±0.00 ^{aA}	1.14±0.38 ^{aA}	1.43±0.53 ^{aDA}	1.57±0.79 ^{aA}	1.57±0.53 ^{aDA}
	0.3	1.14±0.38 ^{aA}	1.29±0.39 ^{aA}	1.71±0.76 ^{aDA}	1.57±0.79 ^{aA}	1.71±0.49 ^{aA}
	0.5	1.14±0.38 ^{aB}	1.50±0.50 ^{aB}	2.29±1.11 ^{aDA}	1.71±0.95 ^{aB}	1.93±0.61 ^{aB}
	0.7	1.14±0.38 ^{aB}	2.07±0.73 ^{aB}	2.57±1.27 ^{aA}	1.86±0.90 ^{aB}	2.64±0.85 ^{aA}
전체적 기호도	0.0	7.00±0.00 ^{aA}	6.57±0.53 ^{aB}	6.14±0.90 ^{aB}	5.71±0.49 ^{aB}	5.71±0.76 ^{aB}
	0.1	6.71±0.49 ^{aA}	6.43±1.13 ^{aA}	4.71±0.76 ^{aB}	3.57±0.79 ^{aB}	4.57±0.98 ^{aB}
	0.3	6.14±0.69 ^{aA}	5.86±1.21 ^{aA}	4.00±0.82 ^{aB}	3.71±0.95 ^{aB}	4.14±1.07 ^{aB}
	0.5	5.14±0.69 ^{aA}	4.29±1.11 ^{aB}	3.57±0.53 ^{aB}	4.00±1.15 ^{aB}	3.29±1.38 ^{aB}
	0.7	5.00±0.00 ^{aA}	4.00±1.15 ^{aB}	3.14±0.38 ^{aB}	3.86±1.21 ^{aB}	3.43±0.98 ^{aB}

[0076]

[0077] ¹⁾ Mean±SD(n=8)

[0078] ²⁾ Values with different superscript in a raw (A-D) and column (a-c) are significant at $p<0.05$ by Duncan's multiple range test

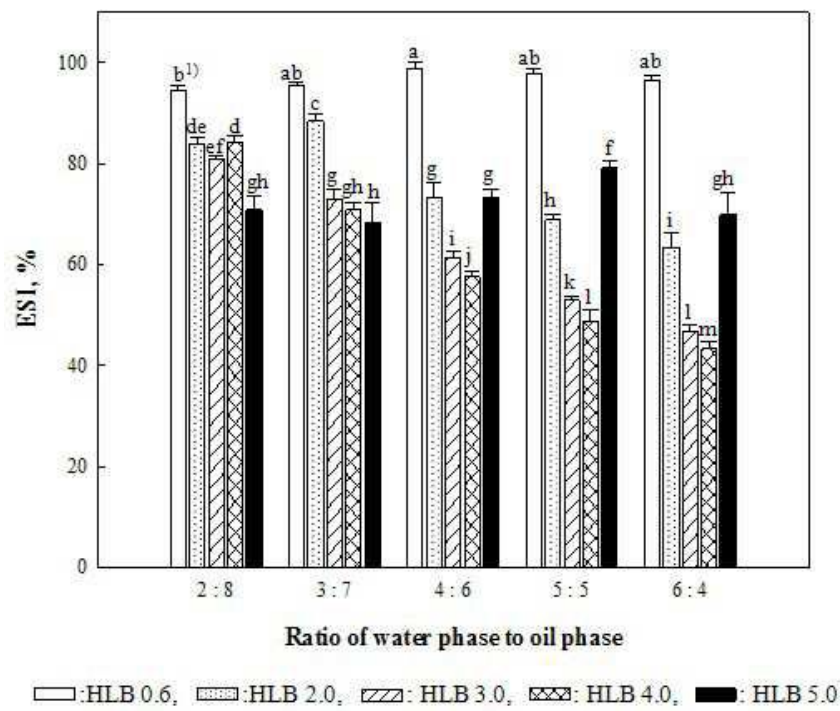
[0079] 상술한 바와 같이, 본 발명의 바람직한 실시예 및/또는 시험예를 참조하여 설명하였지만 해당 기술 분야의 숙련된 당업자라면 하기의 특허청구범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

산업상 이용가능성

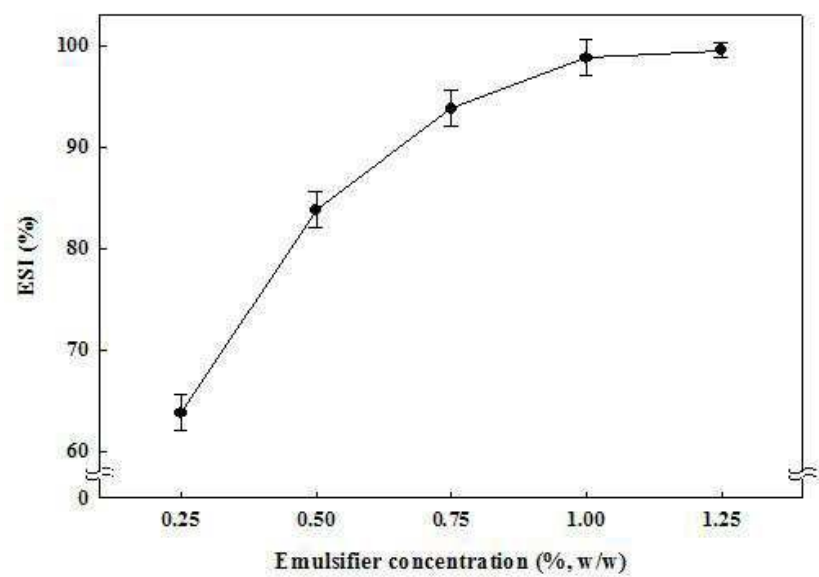
[0080] 본 발명은 본 발명은 w/o/w형 다중 유화법과 분무건조방법을 이용한 수용성 철분 미세캡슐 분말의 제조방법에 관한 것으로 미세캡슐 분말을 우유나 음료 등의 식품에 첨가시 분산이 잘 되고, 지방의 산화 및 변색을 방지할 수 있으며 체내에서의 생체 이용도를 높일 수 있을 뿐 아니라 안정성이 높아 장기간 저장이 가능하므로 산업상 이용가능성이 있다.

도면

도면1



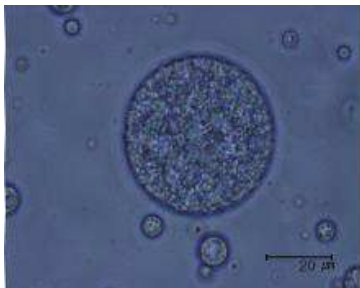
도면2



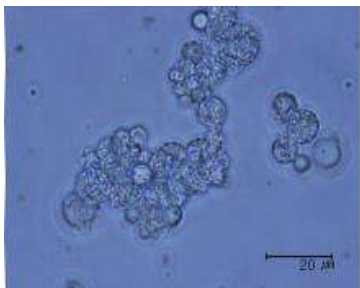
도면3a



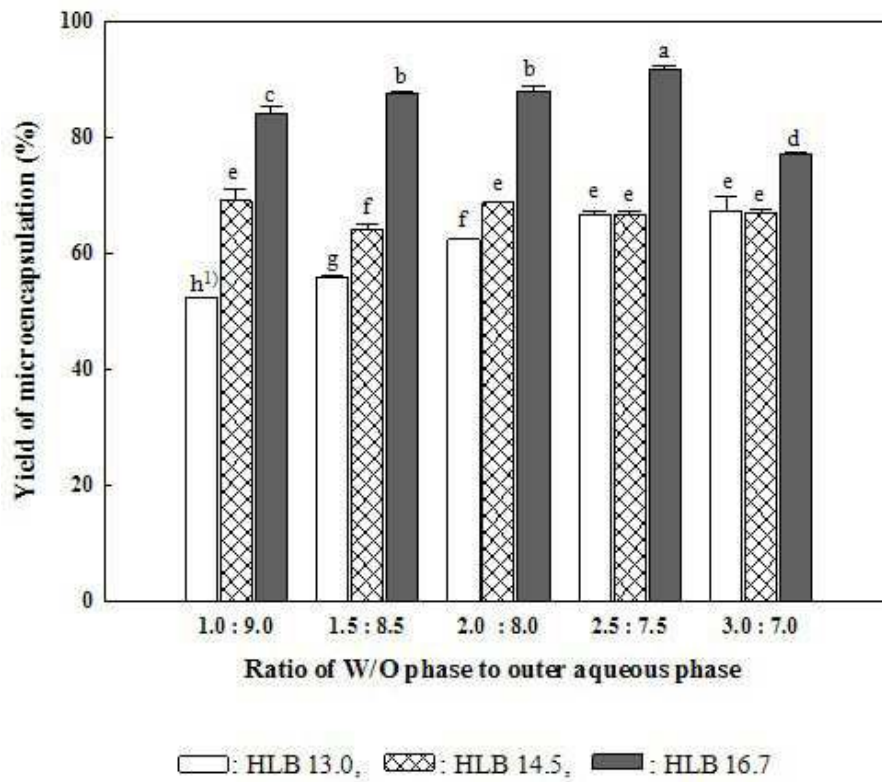
도면3b



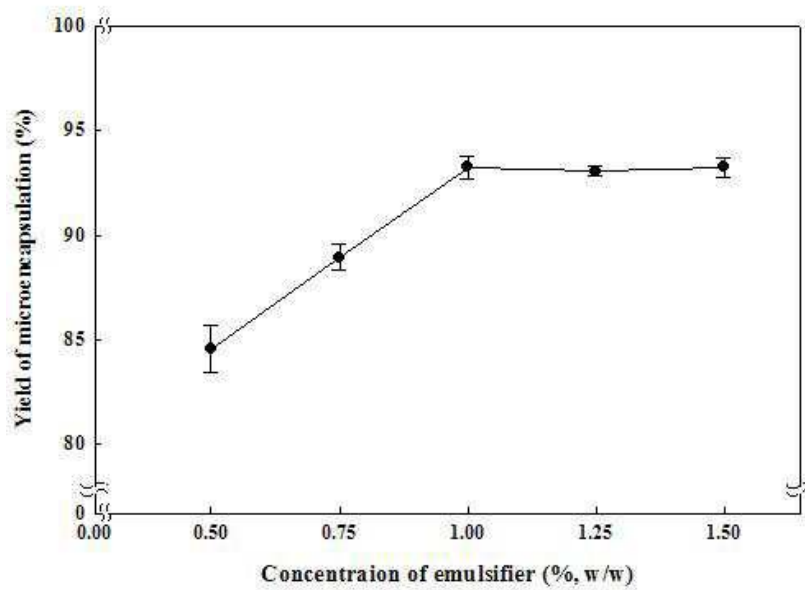
도면3c



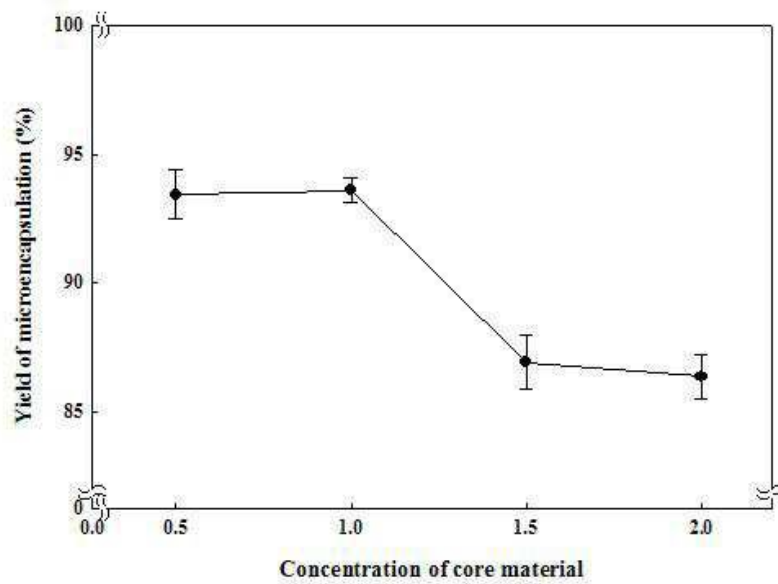
도면4



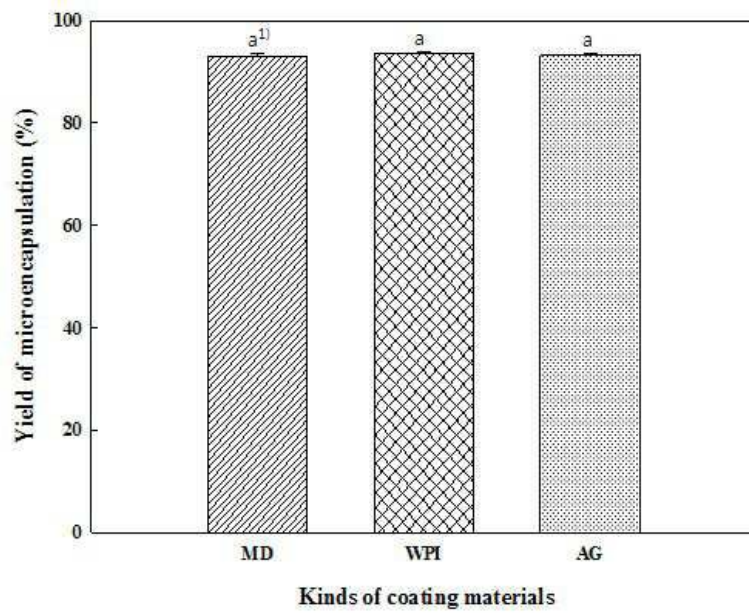
도면5



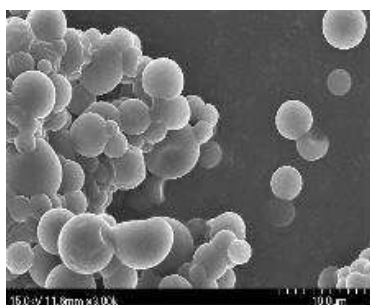
도면6



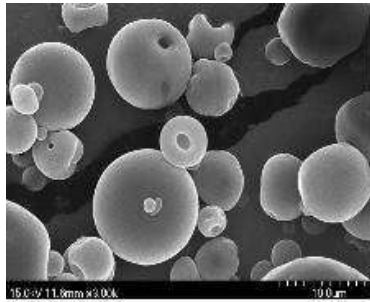
도면7



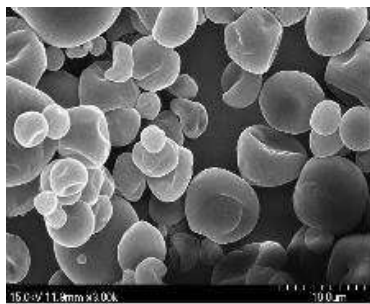
도면8a



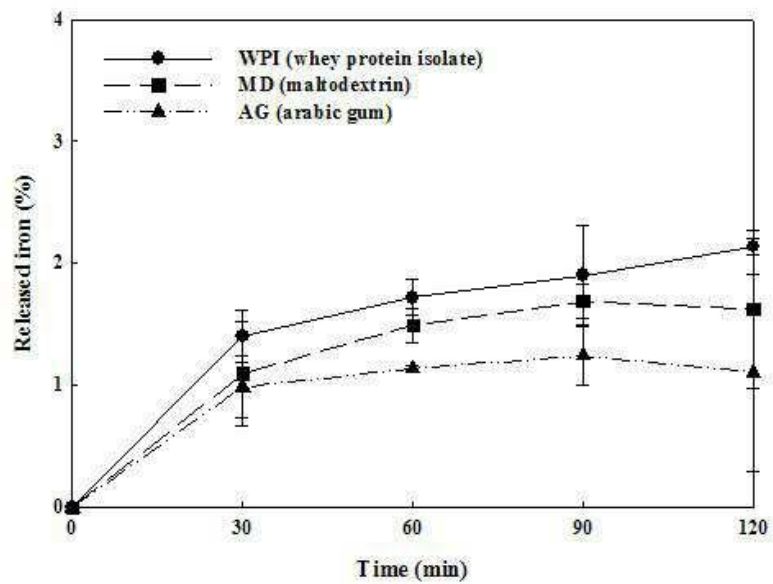
도면8b



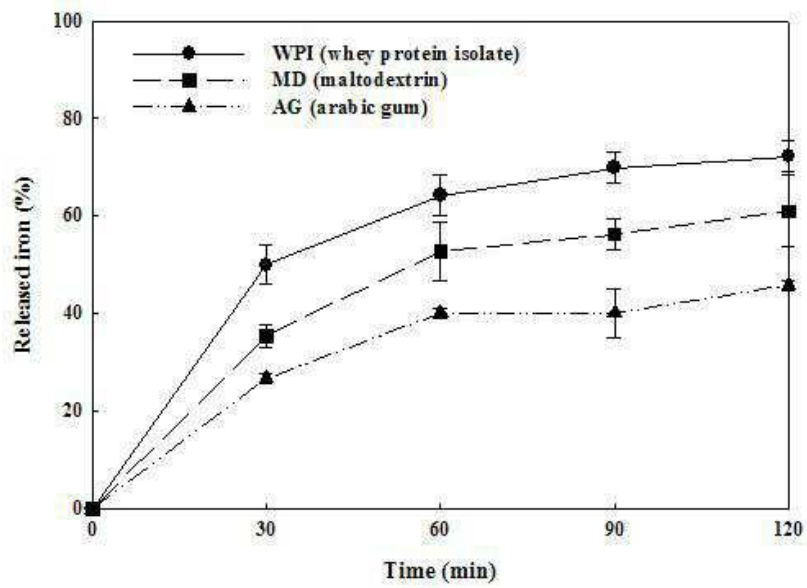
도면8c



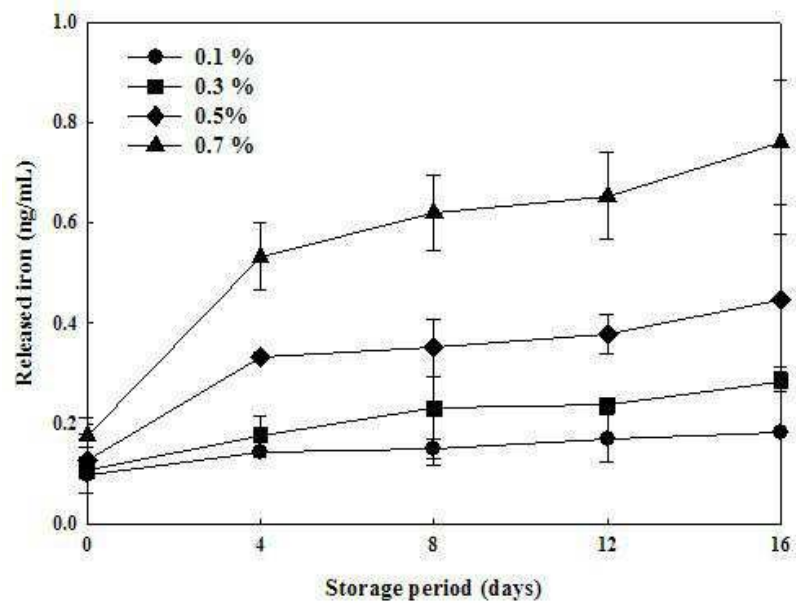
도면9



도면10



도면11



도면12

