



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0001140
(43) 공개일자 2017년01월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 8/97 (2006.01) A61Q 11/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 8/97 (2013.01)
A61Q 11/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0090706
(22) 출원일자 2015년06월25일
심사청구일자 2015년07월21일

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)
(72) 발명자
박용덕
서울특별시 강북구 4.19로13길 23 (수유동)
장종화
충청남도 서산시 고운로 276, 110동 401호 (동문동, 한라비발디아파트)
(74) 대리인
안소영

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 치면세균막 형성 억제용 조성물

(57) 요약

본 발명은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물에 관한 것으로, 상기 조성물은 각종 구강질환의 원인이 되는 치면세균막의 발생 및 증식을 효과적으로 억제한다. 또한 본 발명은 상기 치면세균막 형성 억제용 조성물을 함유하는 구강용 제품에 관한 것으로, 본 발명의 구강용 제품에 의하면 치면세균막 형성 억제용 조성물을 효과적으로 적용할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61K 2800/92 (2013.01)

(72) 발명자

권하정

서울특별시 동대문구 회기로21가길 9 (회기동)

오태진

충청남도 천안시 서북구 불당17길 14, 111동 602호
(불당동, 불당아이파크)

황경숙

서울특별시 도봉구 도봉로136길 28, 522동 2301호
(창동, 북한산 아이파크)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 20141307

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 대전충남지방중소기업청

연구사업명 산학연첫걸음

연구과제명 생약제제 기반의 구취제거 및 구강병 예방/치료용 스프레이형 구강청정제 개발

기 여 율 1/1

주관기관 경희대학교 산학협력단

연구기간 2014.06.01 ~ 2015.05.31

명세서

청구범위

청구항 1

매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물은 물, 알코올, 글리세린, 부틸렌 글리콜, 프로필렌글리콜, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 아세톤, 벤젠, 헥산, 디에틸에테르, 클로로포름 및 디클로로메탄으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 추출용매로 추출된 것인 치면세균막 형성 억제용 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 매실 추출물은 폴리갈락투로나제(Polygalacturonase), 펙틴 리아제(Pectin lyase), β -글루카나제(β -glucanase), 자일라나제(xylanase), 셀룰라제(cellulase), 헤미셀룰라제(hemicellulase), 또는 이들의 혼합물을 함유하는 추출용매로 추출된 것인 치면세균막 형성 억제용 조성물.

청구항 4

제1항의 치면세균막 형성 억제용 조성물을 함유하는 구강용 제품.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 구강용 제품은 치약, 가글링 제품, 껌, 구강 스프레이, 구강용 연고, 구강세정제 및 구강 청정제로 이루어진 군 중에서 선택되는 구강용 제품.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 치면세균막 형성 억제용 조성물에 관한 것이며, 더 구체적으로는 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 치면세균막은 음식을 먹고난 후 구강 내 남아있는 당 단백질의 잔류물에 구강 내 병원균이 부착되어 발생하는 막으로, 부착된 세균은 자신들의 몸 밖으로 다당류를 만들어내면서 점점 더 끈적한 밀집체를 형성하고 치면에서 잘 떨어지지 않게 부착되며, 이렇게 생성된 치면세균막은 구강내 자정작용 즉, 침에 의해서는 제거될 수 없고 물리적 방법이 아니고서는 잘 제거되지 않는다.

[0003] 치면세균막의 세균들은 잇몸을 상하게 하는 독소를 만들어 치아를 둘러싸고 있는 조직을 파괴하여 치주질환을 유발하며, 세균이 당류를 대사하여 생성되는 유기산은 치면을 탈회시켜 치아우식을 유발한다. 또한, 치면세균막이 구강 내에 오랫동안 남아있게 되면, 타액중의 칼슘, 마그네슘 및 인 등의 무기질 성분과 결합하여 난용성 염을 형성하여 치아와 유사한 경도를 가진 치석을 형성시키며, 치석은 치아표면 뿐만 아니라 치아 뿌리부위로도 부착되어 보다 심각한 구강 질환의 원인이 된다. 따라서 치면세균막의 발생을 억제하고, 생성된 치면세균막의 증식을 억제하는 것은 구강 질환의 예방 및 치료에 있어서 중요한 역할을 한다.

[0004] 치면세균막의 제거를 위하여 치면세균막을 생성하는 세균의 증식을 억제하는 화학 항균제가 사용되고 있으나, 항균제의 사용은 세균의 내성 증가로 인해 효과를 지속하기 어렵다. 또한, 연마제를 사용하여 치면세균막을 제거하는 방법이 사용되고 있으나, 이 방법은 치아의 마모작용에 의한 시린이를 유발하고, 장기간 사용하게 되면 치경부마모증을 유발하는 문제가 존재한다.

[0005] 따라서, 최근에는 화학 항균제의 사용으로 인한 부작용 및 연마제에 의한 치아 마모등의 부작용이 없으면서도 인체에 안전한 천연성분의 치면세균막 형성 억제제의 개발이 요구되고 있으나, 아직 미비한 실정이다.

선행기술문헌

[0006] 한국 공개특허 제10-2013-0116486호, 2013.10.24

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명자들은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물이 치면세균막 형성 억제에 효과적임을 발견하고 본 발명을 완성하였다.

[0008] 따라서 본 발명의 목적은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물을 제공하는 것이다.

[0009] 본 발명의 다른 목적은 상기 치면세균막 형성 억제용 조성물을 함유하는 구강용 제품을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 억제용 조성물을 제공한다.

[0011] 본 발명에서 "매실"은 장미과(Rosaceae)에 속하는 낙엽성 활엽교목인 매화나무(*Prunus mume* Sieb. et Zucc.)의 열매를 의미한다.

[0012] "박하"는 주로 습기가 있는 들판의 풀밭에서 자생하는 꿀풀과(Labiatae)의 여러해살이풀로 변하채 또는 인단초라고도 불리는 것을 의미하며, 바람직하게는 전초를 의미한다.

[0013] "산초"는 운향과(Rutaceae)의 산초나무(*Zanthoxylum schinifolium*) 또는 동속식물의 과피로, 씨를 제거하여 만든 것을 의미한다.

[0014] "솔잎"은 피너스(Pinus)속인 소나무의 잎을 의미한다. 상기 소나무는 *P. palustris* Miller, *P. pinaster* Aiton, *P. sylvestris* L, *P. laricid poiret*, *P. longifolia* Roccavurgh, *P. thunbergii* Palatore 또는 *P. densiflora*일 수 있으며, 바람직하게는 *P. densiflora* 이다.

[0015] "녹차"는 차나무(*Thea sinensis* L.)의 잎을 가공한 것을 의미하며, 잎을 따서 그대로 사용한 것, 건조한 것(분말 포함) 또는 증기로 찌거나 술에서 덖어 만든 것일 수 있다.

[0016] 본 발명에서 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차는 자연 상태 그대로인 것뿐만 아니라, 반건조, 건조 등의 가공된 것을 포함한다.

[0017] 본 발명에서 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 각각을 단독 추출한 후 혼합한 것, 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 중 2 이상을 조합하여 추출한 후 혼합한 것, 또는 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차를 모두 혼합한 후 추출한 것일 수 있으며, 바람직하게는 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 각각을 단독 추출한 후 혼합한 것이다.

[0018] 본 발명에서 "추출물(extract)"은 천연물로부터 분리된 활성성분 즉, 목적하는 활성을 보이는 물질을 의미한다. 상기 추출물은 물, 유기용매 또는 이들의 혼합용매를 이용하는 추출과정으로 획득할 수 있으며, 추출물, 이의 건조 분말 또는 이를 이용하여 제형화된 모든 형태를 포함한다. 또한, 상기 추출물에는 상기 추출과정을 거친 추출액을 분획한 것도 포함된다.

[0019] 본 발명에서 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물은 바람직하게는 물, 알코올, 글리세린, 부틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 아세톤, 벤젠, 헥산, 디에틸에테르 및 디클로로메탄으로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 추출용매로 추출된 것일 수 있다.

[0020] 본 발명에서 매실 추출물은 바람직하게는 탄소수 1 내지 4의 무수 또는 함수 저급 알코올을 추출 용매로 하여 추출된 것일 수 있으며, 상기 탄소수 1 내지 4의 무수 또는 함수 저급 알코올은 10 내지 100 부피 %, 바람직하게는 30 내지 100 부피 %, 또한 바람직하게는 70 내지 100 부피 %의 메탄올 또는 에탄올일 수 있다. 이하 본 명세서에서 '% 알코올'로 기재되는 것은 '부피% 알코올'과 동일한 의미로 사용된다.

[0021] 본 발명에서 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 또는 녹차 추출물은 바람직하게는 탄소수 1 내지 4의 무수

또는 함수 저급 알코올을 추출 용매로 하여 추출된 것일 수 있으며, 상기 탄소수 1 내지 4의 무수 또는 함수 저급 알코올은 10 내지 100 부피 %, 바람직하게는 30 내지 100 부피 %, 또한 바람직하게는 50 내지 100 부피 %의 메탄올 또는 에탄올일 수 있다. 더 바람직하게는 50 내지 70 부피% 에탄올일 수 있다. 가장 바람직하게는 70 부피 %의 에탄올일 수 있다.

[0022] 본 발명에서 추출물은 통상 식물 추출물의 공지된 일반적 제조방법을 사용하여 제조될 수 있으며, 특별히 제한되지 않는다. 예를 들면, 효소 추출법, 초음파 추출법, 환류 냉각 추출법, 열수 추출법 또는 상기 유기용매를 추출용매로 하여 공지의 방법에 의해 제조하는 방법일 수 있다.

[0023] 또한 추출과정을 거친 추출액은 이후, 핵산, 메틸렌클로라이드, 아세톤, 에틸아세테이트, 클로로포름 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 용매로 분획과정을 더욱 실시할 수 있다. 상기 분획 시 용매는 2종 이상 개별적으로 또는 혼합하여 사용할 수 있으며, 용매의 극성에 따라 순차적으로 사용하여 각 용매의 추출물을 제조할 수 있다. 추출은 통상의 추출기기, 초음파분쇄 추출기 또는 분획기를 이용할 수 있다. 또한, 상기 용매로 추출한 추출물은 이후, 여과하거나 농축 또는 건조과정을 수행하여 용매를 제거할 수 있으며, 여과, 농축 및 건조를 모두 수행할 수 있다.

[0024] 구체적으로 상기 여과는 여과지를 이용하거나 감압여과기를 이용할 수 있으며, 상기 농축은 감압 농축기, 일예로 회전 증발기를 이용하여 감압 농축할 수 있으며, 상기 건조는 일예로 동결건조법으로 수행할 수 있다. 또한, 상기 수득한 매실 추출물, 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 또는 녹차 추출물은 사용 시까지 급속 냉동냉장고(deep freezer)에 보관할 수 있고, 농축 및 동결건조를 통하여 수분을 완전히 제거시킬 수 있으며, 상기 수분을 완전히 제거시킨 매실 추출물, 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 또는 녹차 추출물은 분말형태로 사용하거나 상기 분말을 증류수 또는 통상의 용매에 녹여 사용할 수 있다.

[0025] 또한, 본 발명의 매실 추출물, 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 또는 녹차 추출물은 추출된 1차 추출물을, 감압 증류 및 동결 건조 또는 분무 건조 등과 같은 추가적인 공정을 수행할 수 있고, 또한 상기 1차 추출물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(silica gel column chromatography), 박층 크로마토그래피(thin layer chromatography), 고성능 액체 크로마토그래피(high performance liquid chromatography) 등과 같은 다양한 크로마토그래피를 이용하여 추가로 정제하는 과정을 수행할 수 있다.

[0026] 본 발명에서 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물은 추출, 추출 또는 정제의 각 단계에서 얻어지는 모든 추출액, 추출물 및 정제물, 그들의 희석액, 농축액 또는 건조물을 모두 포함하는 개념이다.

[0027] 본 발명에서 매실 추출물은 효소 추출법으로 수득할 수 있다. 효소 추출법은 효소를 통해 세포벽과 세포막을 효율적으로 파괴하여 세포 안에 있는 물질을 추출을 하는 기술을 의미한다. 상기 효소 추출법은 추출시 에너지 소비가 적으며 제조과정에서 독성물질이 배출되지 않으므로 기존 추출 방법인 화학적 추출법보다 친환경적이다.

[0028] 본 발명에서 매실 추출물은 매실을 10 내지 70, 바람직하게는 15 내지 60, 더 바람직하게는 20 내지 40, 가장 바람직하게는 30 내지 35 중량/부피 %가 되도록 효소를 포함하는 용매가 되도록 넣은 후, 10 내지 70, 바람직하게는 15 내지 60, 더 바람직하게는 30 내지 55, 가장 바람직하게는 50 ℃에서, 반응압력 10 내지 200, 바람직하게는 30 내지 150, 더 바람직하게는 50 내지 120, 가장 바람직하게는 100 MPa 조건에서 초고압기기를 이용하여 추출하고, 감압여과한 후, 농축하여 수득할 수 있다.

[0029] 상기 효소는 폴리갈락투로나제(Polygalacturonase), 펙틴 리아제(Pectin lyase), β-글루카나제(β-glucanase), 자일라나제(xylanase), 셀룰라제(cellulase), 헤미셀룰라제(hemicellulase), 또는 이들의 혼합물을 포함하는 단일 또는 복합 효소일 수 있으며, 예를 들어, Pectinex Ultra SP-L 또는 Viscozyme® L 일 수 있다.

[0030] 본 발명에서 상기 효소의 농도는 1 내지 30, 바람직하게는 3 내지 20, 더 바람직하게는 5 내지 15, 가장 바람직하게는 10 부피/부피%일 수 있다.

[0031] 본 발명에서 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 또는 녹차 추출물은 박하, 산초, 솔잎 또는 녹차를 20 내지 80, 더 바람직하게는 30 내지 70, 가장 바람직하게는 40 내지 60 중량/부피 %가 되도록 50 내지 70 부피% 에탄올, 바람직하게는 70 부피 %의 에탄올에 넣은 후, 실온(15 내지 25℃)에서 1 내지 5일, 바람직하게는 3일 회전 추출하고, 추출액을 취한 후 재추출하는 과정을 총 2 내지 5회, 바람직하게는 총 3회 반복추출한 후, 추출액을 여과 농축하여 수득할 수 있다. 상기 회전추출은 마그네틱 바로 회전하여 추출할 수 있고, 바람직하게는 100 내지 1,500 rpm 으로 추출할 수 있으며, 더 바람직하게는 100 내지 1000 rpm, 가장 바람직하게는 100 내지 500

rpm에서 추출할 수 있다.

- [0032] 본 발명에서 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물은 매실 추출물, 박하 추출물, 산초 추출물, 솔잎 추출물 및 녹차 추출물, 또는 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차가 1 : 0.05~0.35 : 0.02~0.22 : 0.02~0.22 : 0.02~0.22, 바람직하게는 1 : 0.15~0.25 : 0.07~0.17 : 0.07~0.17 : 0.07~0.17의 중량부로 혼합된 것일 수 있다.
- [0033] 본 발명에서 "유효성분"은 단독으로 목적하는 활성을 나타내거나, 그 자체는 활성이 없는 담체와 함께 활성을 나타낼 수 있는 성분을 의미한다.
- [0034] 본 발명에서 "치면세균막"은 구강 내 세균들이 치아의 표면에 부착하여 형성한 막을 의미한다. 상기 치면세균막은 부식성 산독성 물질을 발생시키는 세균이 타액 및 점액질 물질과 함께 치아표면에 퇴적된 막으로써 구강 질환의 직접적 원인이 되는 물질이며, 치아 표면에서 산을 발생시켜 치아의 법랑질을 파괴하여 치석과 발치에 이르게 하고 치주질환을 유발한다. 치면세균막은 구강 내 자정작용으로 제거할 수 없어 물리적, 화학적 외부 수단으로 제거해야 한다.
- [0035] 본 발명에서 치면세균막은 치은연상 세균막 및 치은연하 세균막을 포함한다.
- [0036] 본 발명의 치면세균막 형성 억제용 조성물은 본 발명의 효과를 해치지 않는 범위 안에서 불활성 성분을 추가로 함유할 수 있다. 상기 불활성 성분은 예를 들어, 희석제, 산화방지제, pH 조절제, 습윤제, 감미제, 착향제, 색소 및 보존제를 포함하나, 이에 제한되지는 않는다.
- [0037] 본 발명에서 습윤제는 조성물 내의 수분의 증발을 억제하기 위한 성분으로, 글리세린, 소르비톨액, 비결성 소르비톨액, 폴리에틸렌글리콜, 프로필렌 글리콜 등 다가 알코올로 이루어진 군에서 선택될 수 있으며, 바람직하게는 글리세린일 수 있다. 글리세린은 다른 물질에 비해 유해하지 않으면서 냄새나 맛이 거의 없고 다른 성분에 함유되어 있는 수분과 다른 물질을 잘 증발되지 않게 해준다.
- [0038] 본 발명에서 감미제는 제품 사용시 맛을 좋게 하는 성분으로, 자일리톨, 사카린나트륨, 아스파탐, 스테비오사이드, 감초산 등일 수 있으며, 바람직하게는 자일리톨일 수 있다. 자일리톨은 식물에서 추출한 천연 감미료로서, 설탕과 비슷한 단맛이 나며, 당을 발효시켜 산을 생성함으로써 발생하는 치아우식증 원인균을 약화시키고 당의 발효를 막아 치아우식증의 원인을 제거해준다.
- [0039] 본 발명에서 착향제는 제품 사용시 향을 상쾌하게 하기 위한 성분을 의미한다. 상기 착향제는 에센셜 오일일 수 있으며, 바람직하게는 페퍼민트, 레몬, 티트리 또는 오렌지 오일일 수 있다. 레몬 오일은 구취억제에 도움이 되며, 티트리 오일은 구강염증에 좋고, 오렌지 오일은 상쾌한 향을 더해주는 기능이 있다.
- [0040] 본 발명에서 보존제는 조성물의 보존기간을 연장하기 위한 성분으로, 파라옥시안식향산메틸, 안식향산, 안식향산나트륨일 수 있다.
- [0041] 본 발명은 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물을 함유하는 구강용 제품을 제공한다.
- [0042] 본 발명에서 상기 구강용 제품은 치약, 가글링 제품, 껌, 구강 스프레이, 구강용 연고, 구강세정제 및 구강 청정제로 이루어진 군 중에서 선택될 수 있다.
- [0043] 본 발명의 구강용 제품은 액상, 고상, 현탁액, 겔상, 에어로졸 형태일 수 있으나, 이에 한정되지 않는다. 본 발명의 구강용 제품에 적용하기 위해서 적절한 첨가제, 담체 등을 상기 향균 조성물에 추가로 포함시킬 수 있으며, 상기 첨가제 및 담체 등을 본 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 적절히 선택 및 조합할 수 있다.
- [0044] 본 발명의 구강용 제품에서 본 발명에 따른 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물은 전체 구강용 제품의 중량의 0.001 내지 7.5, 바람직하게는 0.1 내지 6, 더 바람직하게는 2.0 내지 5, 가장 바람직하게는 3.5 내지 4.5 중량%로 포함될 수 있다.
- [0045] 본 발명의 구강용 스프레이는 본 발명의 조성물을 분사방식의 용기에 담아 만든 제품을 의미한다. 상기 구강용 스프레이는 휴대가 간편하며, 기존의 가글형 제품과 달리 뱀을 필요가 없어 편리하고, 사용 장소 및 시간에 구애 없이 사용할 수 있다.
- [0046] 본 발명의 구강용 스프레이는 하루에 사용 횟수의 제한 없이 사용할 수 있으며, 바람직하게는 하루에 1회 내지 5회 사용할 수 있고, 가장 바람직하게는 하루 3회 사용할 수 있다.

[0047] 본 발명의 구강용 스프레이의 1회 사용량은 25 내지 200 μl 일 수 있고, 바람직하게는 50 내지 150 μl 일 수 있으며, 더 바람직하게는 75 내지 125 μl 일 수 있으며, 가장 바람직하게는 100 μl 일 수 있다.

[0048] 본 발명의 구강용 스프레이의 사용 시점은 제한이 없으며, 바람직하게는 양치 후 사용할 수 있다.

발명의 효과

[0049] 본 발명에 따른 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물은 각종 구강 질환의 원인이 되는 치면세균막의 발생 및 증식을 억제하는 효과를 나타낸다. 본 발명에 따른 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물은 치면세균막의 형성을 효과적으로 억제하면서도 인체 및 환경 독성의 위험이 낮은 물질이다.

[0050] 또한 상기 치면세균막 형성 억제용 조성물을 함유하는 구강용 제품은 치면세균막 형성 억제용 조성물을 보다 용이하게 투여할 수 있게 하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0051] 도 1은 스프레이 용기 및 제조된 스프레이 액의 사진이다.

도 2는 TMQH 플라그 지수(Turesky Modification of the Quinley-Hein Plaque Index)의 기준을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0052] 이하, 하기 제조에 및 실시예에 의해 본 발명을 보다 상세하게 설명한다. 그러나, 하기 제조에 및 실시예는 본 발명의 범위를 제한하는 것은 아니며, 이는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것으로 해석되어야 할 것이다.

[0053] <제조예>

매실 추출물의 제조

[0055] 본 연구에 사용한 청매실은 2014년 광양시에서 냉동 청매실을 구입하여 냉동고에 보관하면서 실험시료로 사용하였다. 추출은 효소 추출법을 이용하였으며, 씨를 제외한 냉동 청매실 50g을 쥘 뒤, 초산 완충용액을 150 ml을 넣고 초고압기기를 이용하여 추출하였다.

[0056] [표 1]

효소 종류	완충용액 pH	반응온도	시간	효소농도	반응 압력
Pectinex Ultra SP-L	pH 5	50 $^{\circ}\text{C}$	30 시간	10 부피/부피(v/v) %	100 MPa

[0057]

[0058] 위 [표 1]의 조건으로 추출된 반응물을 감압 여과 한 뒤, 회전 증발기를 사용하여 1/10 농축하여 추출액기스를 제조하였다. 또한 사용된 효소 Pectinex Ultra SP-L는 Novozymes Co.(Denmark)에서 구입하여 사용하였으며, Pectinex Ultra SP-L은 Polygalacturonase가 함유된 단일효소이다.

박하 추출물의 제조

[0060] 박하는 경동시장에서 건조된 전초를 구입하여 1 kg을 2 리터의 70 v/v% 에탄올 용액에서 3일간 실온 회전추출했다. 추출 과정 중 마그네틱 바로 꾸준히 회전시켜 추출했으며 100에서 1,500 rpm 범위에서 추출 가능하고, 바람직하게는 300 rpm에서 추출했다. 추출액을 취한 뒤 남은 박하 잔사를 동일한 조건으로 재 추출하는 과정을 거쳐 총 3회 반복 추출했다. 추출액은 Whatman No. 3 여과지로 여과한 후 rotary evaporator로 1/10 농축하여 박하 엑스를 제조하였다.

산초 추출물의 제조

[0062] 산초는 경동시장에서 건조된 과피를 구입하여 사용하였다. 산초 추출물은 상기 박하 추출물의 제조방법과 동일한 방법으로 제조하였으며, 동일한 방법으로 여과 및 농축하였다.

솔잎 추출물의 제조

[0064] 솔잎은 경동시장에서 건조된 잎을 구입하여 사용하였다. 솔잎 추출물은 상기 박하 추출물의 제조방법과 동일한 방법으로 제조하였으며, 동일한 방법으로 여과 및 농축하였다.

[0065] **녹차 추출물의 제조**

[0066] 녹차는 보성에서 재배된 건조된 잎을 가루 형태로 구입(구입처: <http://www.wb89.com>)하여 사용하였다. 녹차 추출물은 상기 박하 추출물의 제조방법과 동일한 방법으로 제조하였으며, 동일한 방법으로 여과 및 농축하였다.

[0067] **제조예 1, 비교제조예 1 및 비교제조예 2. 치면세균막 형성 억제용 조성물을 포함하는 구강 스프레이용 조성물의 제조**

[0068] Base(대조군)의 조성물, 상기 제조방법으로 추출된 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 치면세균막 형성 억제용 조성물을 포함하는 구강 스프레이용 조성물(제조예 1의 조성물)과 비교제조예 1 및 비교제조예 2의 조성물을 하기 [표 2]의 조성을 가지도록 제조하였다. 상기 추출물의 용량은 제조된 스프레이의 사용감 즉 맛과 향을 테스트하여 최적 조건에서 결정하였다.

[0069] [표 2]

(단위: g)	Base (대조군)	제조예 1	비교 제조예 1	비교 제조예 2
매실 추출물	0	2.5	2.5	0
박하 추출물	0	0.5	0	0.5
산초 추출물	0	0.3	0	0
솔잎 추출물	0	0.3	0	0
녹차 추출물	0	0.3	0	0
글리세린	10	10	10	10
자일리톨	5	5	5	5
각향제 (페퍼민트/레몬/ 티트리/오렌지 오일)	4방울/3방울/ 1방울/1방울	4방울/3방울/ 1방울/1방울	4방울/3방울/ 1방울/1방울	4방울/3방울/ 1방울/1방울
증류수	잔량	잔량	잔량	잔량
총 량	100	100	100	100

[0070]

[0071] **<실시예> 치면세균막 형성 억제 효과 확인**

[0072] 본 발명의 조성물의 치면세균막 형성 억제 효과를 확인하기 위하여, 치면세균막지수 검사(Plaque Index)를 수행하였다.

[0073] 먼저, 잔류효과를 제거하기 위해 1주간 상기 제조예에 언급된 Base (대조군)를 함유하는 치면세균막 형성 억제용 조성물을 포함하는 구강 스프레이용 조성물을 사용하여 기저선(Baseline)을 측정한 후, 제조예 1, 비교제조예 1 또는 비교제조예 2를 함유하는 구강용 스프레이를 2주간 사용하게 한 후 실험 대상자의 치면세균막의 변화를 측정하였다.

[0074] 치면세균막 지수는 Turesky Modification of the Quinley-Hein Index에 따라 측정하였다. 그 기준은 하기 [표 3]과 도 2에 나타낸 바와 같다.

[0075] [표 3]

Index	증상
0	치면세균막 없음
1	치은연에 점상으로 있음 (≤1mm)
2	치은연에 선상으로 있음 (≤1mm)
3	치아표면의 1/3이하에 있음
4	치아표면의 1/3 내지 2/3에 있음
5	치아표면의 ≥2/3에 있음

[0076]

[0077] 그 결과를 [표 4]에 나타내었으며, 억제율을 하기의 식으로 산출하였다.

[0078] 치면세균막 형성 억제율(%) = {(Baseline 지수 - 구강위생용 스프레이 사용 후 지수) ÷ Baseline 지수} × 100

[0079] [표 4]

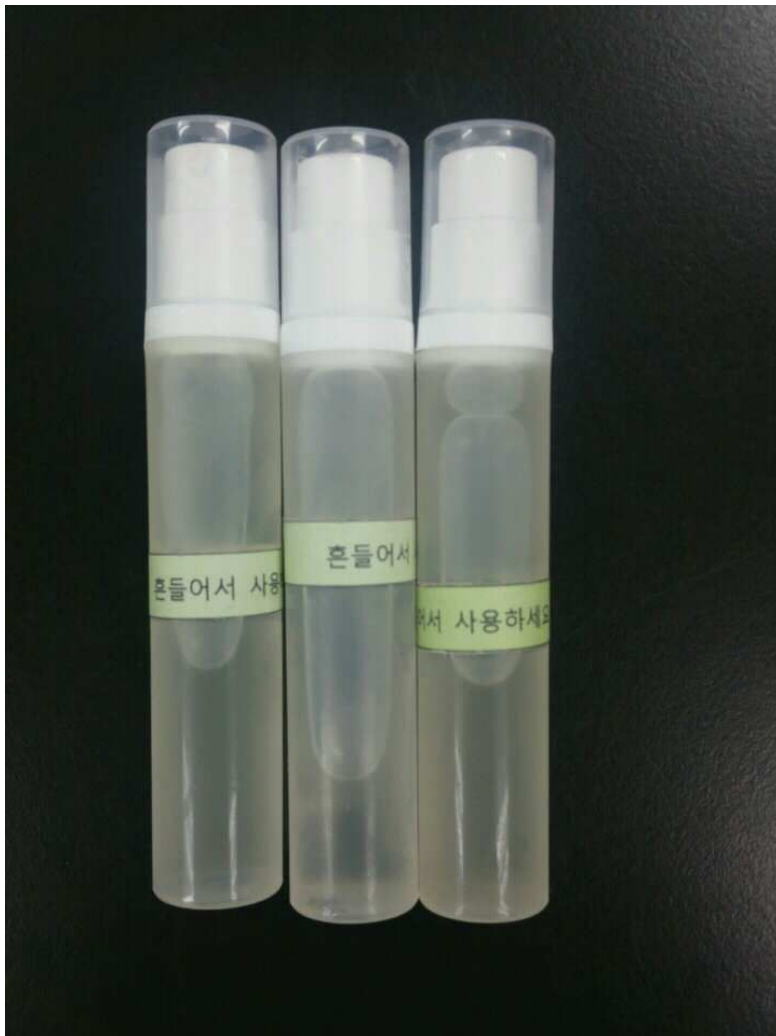
치면세균막 형성 억제효과			
단위 : Plaque Index	Baseline (대조군)	1주 후	2주 후
제조예1	2.23±0.63	1.70±0.43 (23.77)	1.80±0.72 (19.28)
비교제조예 1	1.63±0.59	1.70±0.27 (-4.29)	1.53±0.47 (6.13)
비교제조예 2	1.81±0.62	1.63±0.52 (9.94)	1.69±0.80 (6.63)
평균±표준편차 (억제율; 감소율 %)			

[0080]

[0081] 상기 결과로부터, 매실, 박하, 산초, 솔잎 및 녹차 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물이 매실 추출물만을 유효성분으로 포함하는 조성물 및 박하 추출물만을 유효성분으로 포함하는 조성물에 비해 매우 우수한 치면세균막 형성 억제율을 나타냄을 확인할 수 있었다.

도면

도면1



도면2

