

(11) 공개번호 10-2020-0093338
(43) 공개일자 2020년08월05일

(71) 출원인

주식회사 네이처프론트

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 , 창
업보육관316호 (한국기술교육대학교)

한국기술교육대학교 산학협력단

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한국기술교육대학교내)

(72) 발명자

유종국

충청남도 천안시 동남구 청당2길 118, 107동 120
6호(청당동, 청당벽산블루밍아파트)

조남준

충청남도 천안시 서북구 불당25로 8, 306동 2006호(불당동, 불당호반써밋플레이스 센터시티)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이성원

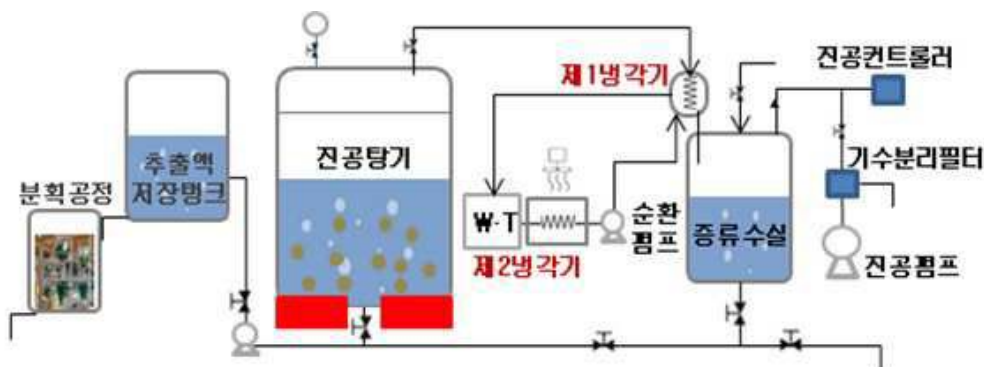
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **항균 조성물 및 이의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 어성초 추출물; 및 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 양제근 추출물의 혼합 추출물을 포함하는 향균 조성물 및 상기 어성초 및 양제근을 효과적으로 추출할 수 있는 향균 조성물의 제조방법을 제공한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이학수

충청남도 천안시 동남구 풍세로 770, 101동 1403
호(청당동, 청당마을신도브레뉴아파트)

신태섭

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1638, 104
동 512호(신한아파트)

명세서

청구범위

청구항 1

진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 어성초 추출물; 및
진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 양제근 추출물의 혼합 추출물을 포함하는 향균 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 어성초의 추출은 3.5 내지 4.5 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 양제근의 추출은 7.5 내지 8.5 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 어성초 추출물 및 양제근 추출물의 혼합 비율은 7 : 2.5 내지 3.5인 것을 특징으로 하는 향균 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 혼합 추출물은 플라보노이드, 안드라퀴논, 에모딘, 크리소판산, 안트라클리코시드 및 티몰로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 향균성 물질을 포함하는 것을 특징으로 하는 향균 조성물.

청구항 6

어성초 생초 및 양제근 생초를 세척하고 건조하여 수분을 제거하는 단계;
건조된 어성초 생초를 진공 또는 무압력 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수추출하여 어성초 추출물을 준비하는 단계;
건조된 양제근 생초를 진공 또는 무압력 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수추출하여 양제근 추출물을 준비하는 단계; 및
상기 어성초 추출물 및 양제근 추출물을 분획한 후 혼합하여 혼합 추출물을 준비하는 단계를 포함하는 향균 조성물의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 어성초의 추출은 3.5 내지 4.5 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 양제근의 추출은 7.5 내지 8.5 시간 동안 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성물의 제조방법.

청구항 9

제6항에 있어서,

상기 어성초 및 양제근의 추출은 0.05 내지 0.15 Mpa의 압력을 유지하는 추출조에서 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성물의 제조방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 어성초 및 양제근의 추출은 각각 증류수 10L 당 0.8 내지 1.2kg의 양으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 향균 조성물의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 기술은 천연식물의 추출물을 이용한 향균 조성물의 제조 기술에 관한 것으로서 구체적으로는 천연물을 무압력 원리 및 저온 추출 분획공정에 기반하여 추출하는 기술에 관한 것이다.

[0002]

배경 기술

[0003] 최근 생활용품에 적용되는 화학 향균제의 무분별한 사용으로 인해 생활용품에 대한 인체 유해성 논란으로 사회적 문제가 이슈화되면서 소비자들의 소비패턴 변화에 따른 시장 트렌드가 바뀌고 있다.

[0004] 천연물질이 함유된 치약, 샴푸, 린스 대신 소금, 식초, 비누를 사용하거나 물로만 머리를 감는 '노케미족' 등이 점점 늘어나고 있으며, 이에 최근 관련 업계에서는 천연재료를 이용한 방향제, 세제 등을 만들어 제품을 출시하고 있다.

[0005] 이처럼, 최근 생활용품의 시장에는 인체에 무해하다고 알려진 천연제품들이 출시되고 있으며, 친환경 제품에 대한 관심은 비단 우리나라 뿐 아니라 세계시장의 트렌드로도 자리 잡혀가고 있다고 볼 수 있다.

[0006] 한편, 환경부는 2008년 생활용품의 첨가물질에 대한 '전성분 표시제'를 시행하였으나, 이후 '석면 화장품사건', '가습기살균사건', '치약발암물질사건' 등 지속적인 사건 사고가 발생하고 있다. 이러한 사회적 문제의 심각성을 인지한 정부(환경부)는 '08년 생활용품 첨가물질에 대한 '전성분 표시제' 시행 이후 '16년 12월 30일부로 '위해우려제품 지정 및 안전표시기준'을 시행하는 등 점차적으로 법적 규제를 강화하고 있는 상황이다. 그러나, 생활용품의 향균제로 사용되어 문제시 되고 있는 파라벤, 트리클로산, 메칠클로로이소치아졸리논(CMIT), 메칠이소티아졸리논(MIT) 등은 치약, 비누, 세정제 등의 향균 및 보존제로 사용되고 있는 물질로 선진 외국에서는 이미 독성물질로 분류하여 사용을 제한하고 있는 물질이다.

[0007] 따라서 인체 유해성 논란이 있는 제품 첨가소재를 대체하기 위해 천연물에 대한 재평가가 이루어지고 있으며, 천연물을 배합한 제품에 대한 소비자들의 관심이 증가하고 있다. 특히, 우리나라는 선진외국의 제품과 경쟁할

수 있는 전통한의학을 바탕으로한 천연약용식물 제품에 대한 자체 개발에 큰 관심을 보이고 있는 상황이다.

[0008] 그러나 기능성 제품에 대한 천연 추출물 관리 규정 상 천연 추출물 사용 기준이 마련되어 있지 않아 함유량 및 효능에 대해 기준 마련이 시급한 실정이다. 또한, 약용식물 추출물은 보존기간이 짧아 일정량의 화학 항균제를 사용하고 있는데, 이는 또다시 친환경 제품에 대한 문제를 야기 시킬 수 있어 원천적인 해결을 위해 항균성을 같은 약용식물로부터 항균성분을 추출하여 적용 가능한 친환경 항균제 개발이 필요한 시점이라 볼 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 항균 특성이 우수한 천연물 유래 항균 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0010] 또한, 본 발명은 무압력 저온 추출 방식에 기반하여 추출 효율이 매우 우수한 항균 조성물의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0011]

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명의 일실시예에 따른 항균 조성물은 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 어성초 추출물; 및 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 양제근 추출물의 혼합 추출물을 포함한다.

[0013] 상기 어성초의 추출은 3.5 내지 4.5 시간 동안 이루어지고, 상기 양제근의 추출은 7.5 내지 8.5 시간 동안 이루어지는 것이 유리하다.

[0014] 상기 어성초 추출물 및 양제근 추출물의 혼합 비율은 7 : 2.5 내지 3.5인 것이 항균 성능 면에서 바람직하다.

[0015] 상기 혼합 추출물은 성분 분석 결과 플라보노이드, 안드라퀴논, 에모딘, 크리소판산, 안트라클리코시드 및 티몰로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 항균성 물질을 포함하는 것으로 확인된다.

[0016] 본 발명의 일 실시예에 따른 항균 조성물의 제조방법은 어성초 생초 및 양제근 생초를 세척하고 건조하여 수분을 제거하는 단계; 건조된 어성초 생초를 진공 또는 무압력 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수추출하여 어성초 추출물을 준비하는 단계; 건조된 양제근 생초를 진공 또는 무압력 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수추출하여 양제근 추출물을 준비하는 단계; 및 상기 어성초 추출물 및 양제근 추출물을 분획한 후 혼합하여 혼합추출물을 준비하는 단계를 포함한다.

[0017] 전술한 바와 같이, 상기 어성초의 추출은 3.5 내지 4.5 시간 동안 이루어지고, 상기 양제근의 추출은 7.5 내지 8.5 시간 동안 이루어지는 것이 효과 면에서 유리하다.

[0018] 한편, 상기 어성초 및 양제근의 추출은 0.05 내지 0.15 Mpa의 압력을 유지하는 추출조에서 이루어질 수 있다.

[0019] 상기 어성초 및 양제근의 추출은 각각 증류수 10L 당 0.8 내지 1.2kg의 양으로 이루어질 수 있다.

발명의 효과

[0020] 본 발명은 어성초 및 양제근의 항균 특성이 극대화 될 수 있는 생초 추출방법을 제공함으로써, 천연물 유래의 항균 조성물의 제조 경쟁력을 향상 시킬 수 있다.

[0021] 또한, 상기 어성초 및 양제근 추출물의 조합을 통한 혼합 추출물 조성물은 우수한 항균 특성 및 안정성을 나타낸다.

[0022] 본 발명은 무압력 조건에서의 저온 추출 방식에 기초한 추출방법을 채용하면서도 항균 특성이 임계적으로 극대화될 수 있는 추출 조건을 제공함으로써, 대량 생산에 의하여도 천연물의 효과를 극대로 유지될 수 있도록 할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0024] 도 1은 어성초 및 양제근의 추출 공정의 개요를 보여주는 개념도이다.
- 도 2는 시간에 따른 어성초 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.
- 도 3은 시간에 따른 양제근 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.
- 도 4 및 도 5는 각각 온도 및 압력에 따른 어성초 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.
- 도 6 및 도 7은 각각 온도 및 압력에 따른 양제근 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하에서는 본 발명의 향균 조성물 및 이의 제조 방법에 대하여 첨부된 도면 실험자료 등을 통하여 자세하게 설명하도록 한다. 그러나 하기 설명들은 본 발명의 이해를 돕기 위한 예시적인 설명들이며, 본 발명의 기술사상은 하기 설명들에 의하여 제한되지 않는다. 본 발명의 기술사상은 오직 후술하는 청구범위에 의하여 해석되거나 제한될 수 있다.
- [0026] 본 발명에 따른 향균 조성물은 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 75 내지 85℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 어성초 추출물; 및 진공 또는 압력을 가하지 않은 상태에서 95 내지 105℃ 온도 하에서 수(水) 추출된 양제근 추출물의 혼합 추출물을 포함한다. 기본적으로 상기 추출은 진공이나 무압력 상태에서 이루어짐에도 종래의 열수추출과 비교하여 상대적으로 낮은 저온 환경에서 이루어진다. 상기 "압력을 가하지 않은 상태"란 추출조 내부의 자연 상태 압력을 그대로 유지하는 것 외에 외부의 압력이 가해지지 않는 상태를 의미한다. 이하에서는 상기 상태를 "무압력 상태"로 호칭하도록 한다.
- [0027] 상기 어성초 및 양제근은 추출 전 생초 상태로 세척 및 건조 됨으로써, 추출 공정에 투입된다. 상기 건조는 100℃ 이상의 온도에서 이루어짐으로써, 추출 전 어성초 및 양제근의 잔존 수분을 충분히 제거할 수 있도록 이루어진다.
- [0028] 후술 하겠으나, 상기 어성초의 추출은 무압력 상태에서 75 내지 85℃ 하에서 3.5 내지 4.5 시간 동안 이루어지는 것이 향균 특성 측면 및 추출 경제성 측면에서 유리한 것으로 확인되었다. 한편, 양제근의 경우에는 무압력 상태에서 95 내지 105℃ 하에서 7.5 내지 8.5 시간 동안 이루어지는 것이 향균 특성 측면 및 추출 경제성 측면에서 유리한 것으로 확인되었다. 물론, 상기 추출이 진공상태 또는 공기가 희박한 상태에서 이루어질 경우 추출 온도는 더욱 낮아질 수 있으나, 후술하는 실험 결과 무압력 상태에서 이루어지는 것이 추출 효율, 추출물의 양 측면에서 유리한 것으로 확인되었다.
- [0029] 아울러, 상기 어성초 및 양제근의 추출은 각각 증류수 10L 당 생초 건조물 0.8 내지 1.2kg의 양적 비율로 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0030] 한편, 향균 특성 면에서, 상기 어성초 추출물 및 양제근 추출물의 혼합 비율은 7 : 2.5 내지 3.5로 유지되는 것이 바람직하다.
- [0031] 추출물의 성분 분석결과, 상기 어성초 및 양제근의 혼합 추출물은 플라보노이드, 안드라퀴논, 에모딘, 크리소판산, 안트라클리코시드, 티몰 등의 향균성 물질을 대거 포함하는 것으로 확인되었다.
- [0032] 도 1은 어성초 및 양제근의 추출 공정의 개요를 보여주는 개념도이다.
- [0033] 도 1을 참조하면, 추출 공정은 크게 추출조, 증류조로 구성되어 있으며, 후술하는 실험을 위한 조건별 테스트를 위해 추출조의 온도는 30~120℃, 추출조의 압력은 0.05 내지 0.15 Mpa의 범위에서 유지될 수 있도록 운영된다.
- [0034] 이하에서는 구체적인 실시예 및 실험 내용을 토대로 본 발명의 일 실시예에 따른 향균 조성물 및 이의 제조방법에 대하여 자세히 설명하도록 한다. 아래 실시예들이나 실험은 다양한 형태로 변형될 수 있는 예시적인 내용들이며 아래의 기재 내용에 의하여 본 발명의 기술사상이 제한되지 않음은 당연하다.
- [0035] [실시예]
- [0036] 추출재료 준비
- [0037] 양제근 및 어성초는 생초를 구매하였으며, 뿌리나 줄기, 잎 부분에 묻어있는 불순물을 제거하기 위하여 흐르는 물에 흔들어 세척하였으며, 흙, 먼지 등을 충분히 제거한 이후, 흐르는 물에 30분간 세척하였으며, 물기를 제거하고 105℃에서 건조하여 수분을 제거하여 추출재료를 준비하였다.

[0038] 추출공정

[0039] 하기 표 1에 표시한 다양한 조건 하에서, 어성초 및 양제근을 추출하였다.

표 1

[0040]

구분	1시간	2시간	4시간	8시간	12시간	24시간
40 ℃	진공	진공	진공	진공	진공	진공
80 ℃	진공	진공	진공	진공	진공	진공
80 ℃	무압력	무압력	무압력	무압력	무압력	무압력
100 ℃	무압력	무압력	무압력	무압력	무압력	무압력
120 ℃	고압	고압	고압	고압	고압	고압

[0041]

(1) 추출 시간에 따른 추출 효과

[0042]

추출 조건에 따른 효과 변화를 확인하여 위하여 상기 조건에 따라 양제근과 어성초를 추출하고, 추출물을 여과하여 자외선-가시선 흡광광도계를 이용하여 190nm부터 1,100nm까지의 흡광도를 측정하였다. 양제근과 어성초는 증류수 10 L당 1 kg을 투입하여 추출을 진행하였고, 양제근의 경우, 뿌리부분과 잎/줄기 부분의 투입비는 1:1로 고정하였다. 어성초의 경우, 뿌리 부분이 매우 짧아 대부분 줄기와 잎 부분으로 구성되었다.

[0043]

도 2는 시간에 따른 어성초 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다. 시간에 따라 추출된 추출물을 여과하여 190 ~1100 nm 범위의 흡광광도를 측정하였다. 추출 여과된 원액은 흡광도가 기기의 측정범위를 벗어나기 때문에 400배 희석한 용액의 흡광도를 측정하였다.

[0044]

도 2를 참조하면, 자외선 영역대에서 흡광도가 높게 나타나는 것으로 나타났으며, 가시광선 영역대인 400 ~ 700 nm 부분에서는 흡광도가 거의 나타나지 않는 것으로 나타났다. 추출시간 4시간까지 시간이 증가함에 따라 흡광도 수치가 증가하는 것을 알 수 있으며, 4시간이 지나면 흡광도가 일부 감소하는 것으로 나타났다. 이는 추출된 물질이 변화되어 흡광도가 감소하는 것으로 판단된다. 따라서, 어성초의 경우에는 4시간까지 추출 공정을 운영하는 것이 추출물을 최대로 얻을 수 있는 것으로 판단되었다.

[0045]

도 3은 시간에 따른 양제근 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다. 양제근 추출물의 경우에는 200배만 희석하여도 흡광도가 기기의 측정범위 안에 들어오는 것으로 나타났다. 양제근 추출물의 경우에도 어성초 추출물과 마찬가지로, 자외선 영역대에서 흡광도가 높게 나타났으며, 가시광선 영역대에서는 흡광도가 거의 나타나지 않는 것을 확인하였다. 다만, 양제근의 경우에는 8시간까지는 흡광도가 증가하다가 이후부터 흡광도가 감소하는 것으로 나타났으며, 이는 마찬가지로 8시간 이후부터는 추출된 물질이 변화되어 흡광도가 낮아지는 것으로 판단된다. 따라서 양제근을 추출하는 경우에 추출공정은 8시간 정도로 운영하는 것이 바람직한 것으로 판단되었다.

[0046]

(2) 추출 온도 및 압력에 따른 추출 효과

[0047]

전술한 바와 같이 추출을 진행한 이후, 추출물을 여과하여 자외선-가시선 흡광광도계를 이용하여 190 nm부터 1,100 nm까지의 흡광도를 측정하였다. 또한, 추출하기 위하여 투입하는 양제근과 어성초의 양은 증류수 10 L당 1 kg으로 고정하였다. 진공(0.07 MPa)조건에서는 각각 40 ℃, 80 ℃에서 추출을 진행하였으며, 무압력(대기압) 조건에서는 각각 80 ℃, 100 ℃, 고압(0.12 MPa)조건에서는 120 ℃에서 추출을 진행하였다.

[0048]

도 4 및 도 5는 각각 온도 및 압력에 따른 어성초 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.

[0049]

도 4 및 도 5를 참조하면, 온도 및 압력에 따른 어성초의 추출물을 4시간 동안 추출하고 비교한 결과, 각각의 흡광도 스펙트럼이 거의 동일한 형태를 나타내는 것으로 나타났다. 이는 온도와 압력은 추출되는 물질에 큰 영향을 미치지 않기 때문으로 판단된다. 추출되는 물질의 양은 흡광도 값의 비교를 통해서 알 수 있는데, 진공 상태 및 무압력 상태에서 80 ℃에서의 흡광도가 가장 높은 것을 알 수 있었다. 결국, 각각의 희석배수를 고려하여 비교하면 80 ℃ 무압력 상태에서의 추출 효율이 가장 높은 것으로 나타났다.

[0050]

도 6 및 도 7은 각각 온도 및 압력에 따른 양제근 추출물의 흡광도 분석 결과를 도시한 그래프이다.

[0051]

도 6 및 도 7을 참조하면, 마찬가지로의 조건에서 8시간 동안 추출을 수행한 양제근 추출물을 비교한 결과 40 ℃에서 추출한 추출물을 제외하고 흡광도 스펙트럼이 거의 동일한 형태를 나타내는 것으로 나타났다. 이는 온도와 압력은 추출되는 물질에 큰 영향을 미치지 않기 때문으로 판단된다. 흡광도 값을 비교한 결과 진공 상태에서는

80 ℃에서의 흡광도가 가장 높고, 무압력 상태의 100 ℃에서의 흡광도가 가장 높은 것을 알 수 있다. 회석배수가 동일하기 때문에 이를 고려하여 비교하면 100 ℃ 무압력 상태에서의 추출 효율이 가장 높은 것으로 나타났다.

[0052] 이상을 종합하건데, 어성초는 80 ℃, 무압력 조건에서 4시간 동안 추출하는 것이 가장 효율적이며, 양제근은 100 ℃, 무압력 조건에서 8시간 동안 추출하는 것이 추출 성분 함량이 가장 높은 것으로 평가되었다.

[0053] 중금속 함량 평가

[0054] 제조된 혼합 추출물인 향균 조성물에 대하여 중금속 함량을 평가하고 하기 표 2에 나타내었다. 각각의 추출물에 대한 중금속 시험은 납, 비소, 수은, 카드뮴에 대해 ICP를 이용하여 측정되었으며, 각각의 추출물에서 중금속 4종은 검출되지 않았다.

표 2

구분	납	비소	수은	카드뮴
양제근	불검출	불검출	불검출	불검출
어성초	불검출	불검출	불검출	불검출

[0056] 항균력 평가(공동평가)

[0057] 추출물을 그대로 항균력 테스트한 결과, 항균력이 낮아 디스크 확산법으로 항균력을 테스트할 수 없었다. 따라서, 항균력 측정을 위해 각각의 추출물을 5배씩 희석한 이후, 혼합 비율에 따라 항균력을 측정하였으며, 측정 결과는 하기 표 3에 나타냈다.

표 3

식물명	황색 포도상구균	칸디다 알비칸스
양제근	++	-
어성초	+++	++
양제근:어성초=7:3	++	+
양제근:어성초=5:5	++	++
양제근:어성초=3:7	+++	+++

[0059]

[0060] 항균력 평가(혼합추출물)

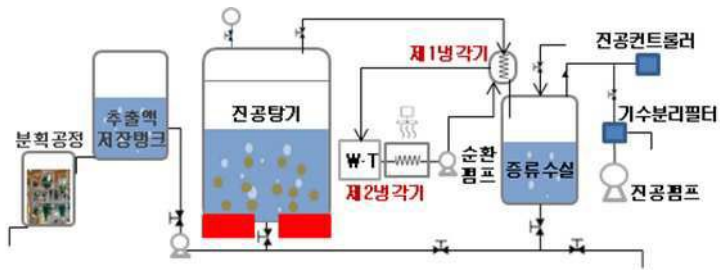
[0061] 이후 정확한 항균력의 측정을 위해 가장 우수한 항균력을 나타낸 혼합추출물(어성초:양제근 = 7:3)에 대한 항균력을 4가지 균종인 류탄스균, 진지발리스균, 황색포도상구균, 칸디다균에 대해서 수행되었으며 각각에 대한 항균력(정균감소율)은 아래 표 4와 같았다.

표 4

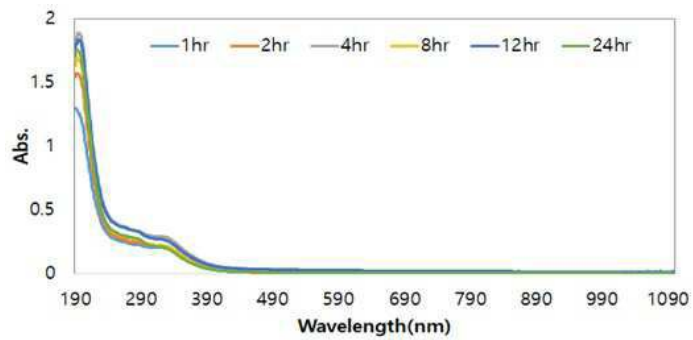
구분	류탄스균	진지발리스균	황색포도상구균	칸디다균
항균력	99.1%	95.2%	99.3%	99.4%

도면

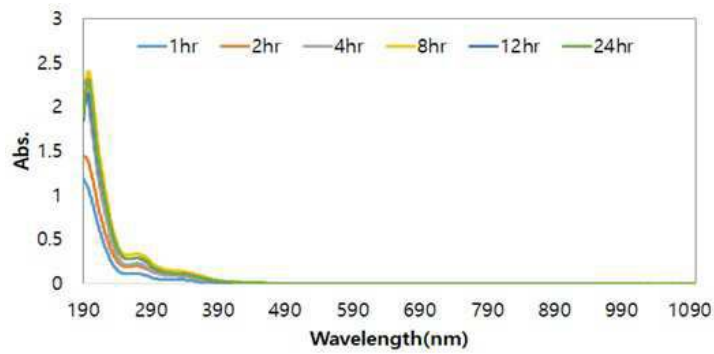
도면1



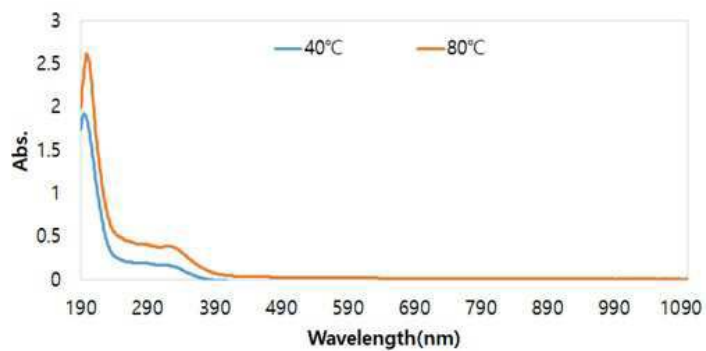
도면2



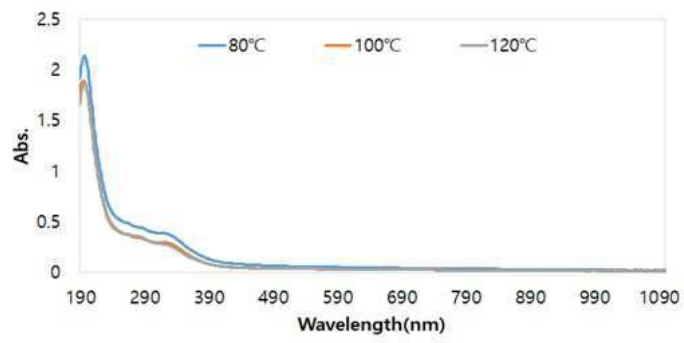
도면3



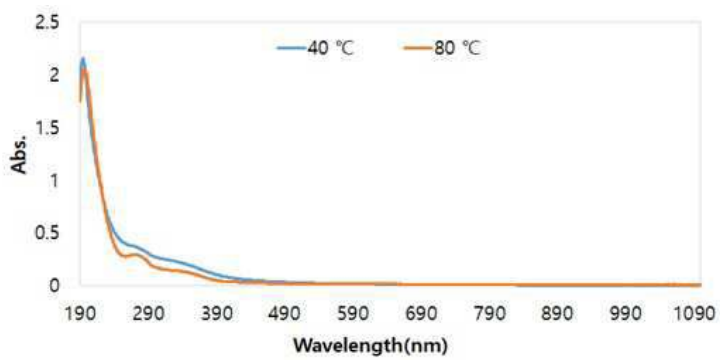
도면4



도면5



도면6



도면7

