(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0007243
(43) 공개일자 2025년01월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 36/899 (2006.01) *A23L 33/105* (2016.01)
A61K 8/9794 (2017.01) *A61P 31/04* (2006.01)
A61P 39/06 (2006.01) *A61Q 17/00* (2006.01)
A61Q 19/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 36/899 (2013.01)
A23L 33/105 (2016.08)
(21) 출원번호 10-2023-0087110
(22) 출원일자 2023년07월05일
심사청구일자 2023년07월05일

(71) 출원인
세종대학교산학협력단
서울특별시 광진구 능동로 209 (군자동, 세종대학교)
(72) 발명자
홍근표
서울특별시 광진구 광나루로 458, 108동 2002호
이종원
경기도 하남시 미사강변서로 127, 1807동 1001호
(74) 대리인
정성종, 신명용

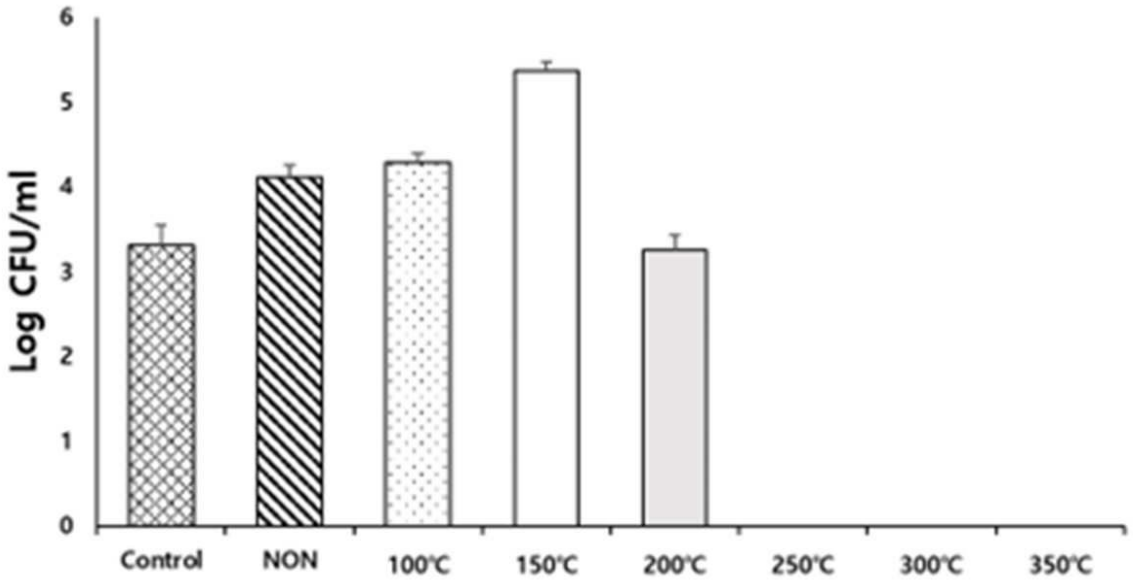
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **왕겨 아임계수 추출물을 포함하는 항산화용 또는 항균용 조성물**

(57) 요 약

본 발명은 왕겨의 아임계수 추출물을 포함하는 항산화 및/또는 항균용 조성물에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 왕겨 및 정제수를 혼합하고 균질화하는 단계; 상기 균질물을 특정 아임계 조건에서 반응시켜 왕겨의 아임계수 반응물을 제조하는 단계; 및 상기 왕겨의 아임계수 반응물의 상등액을 분리 및 회수하는 단계;를 포함하는 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 포함하는 항산화 및/또는 항균용 조성물에 관한 것이다.

대 표 도 - 도11



(52) CPC특허분류
A61K 8/9794 (2017.08)
A61P 31/04 (2018.01)
A61P 39/06 (2018.01)
A61Q 17/005 (2013.01)
A61Q 19/08 (2013.01)
A23V 2002/00 (2023.08)
A23V 2200/30 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345364089
과제번호	2022R1A6A1A03055869
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	이공학학술연구기반구축
연구과제명	탄수화물소재연구소
기 여 율	1/1
과제수행기관명	세종대학교산학협력단
연구기간	2023.03.01 ~ 2024.02.29

명 세 서

청구범위

청구항 1

왕겨 및 정제수를 혼합하고 균질화하는 단계; 상기 균질물을 250 내지 330℃ 및 45 내지 150bar에서 아임계수와 반응시켜 왕겨의 아임계수 반응물을 제조하는 단계; 및 상기 왕겨의 아임계수 반응물의 상등액을 분리 및 회수하는 단계;를 포함하는 항산화 및 항균 효능을 가지는 왕겨의 아임계수 추출물 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 상등액은 8,000 내지 12,000 x g의 속도로 10 내지 30분 동안 원심분리한 후의 상등액인 것을 특징으로 하는 항산화 및 항균 효능을 가지는 왕겨의 아임계수 추출물 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항의 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항균용 약학적 조성물.

청구항 4

제1항 또는 제2항의 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 화장료 조성물.

청구항 5

제1항 또는 제2항의 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 식품 조성물.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 왕겨의 아임계수 추출물을 포함하는 항산화 및/또는 항균용 조성물에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 왕겨 및 정제수를 혼합하고 균질화하는 단계; 상기 균질물을 특정 아임계 조건에서 반응시켜 왕겨의 아임계수 반응물을 제조하는 단계; 및 상기 왕겨의 아임계수 반응물의 상등액을 분리 및 회수하는 단계;를 포함하는 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 포함하는 항산화 및/또는 항균용 조성물에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 벼는 전 세계적으로 연간 약 4억 7천만톤의 규모로 생산되고 있다. 벼는 도정을 거치는 과정 중에 부산물로 왕겨가 발생하는데, 2021년 국내를 기준으로 약 80만톤이 발생하였다.

[0003] 왕겨(rice husk)는 현미를 도정해 정백미를 만들 때 발생하는 과피, 종피, 및 호분층 등의 분쇄혼합물이다. 왕겨는 벼의 외피를 감싸고 있는 것으로 벼 곡식 낱알의 겉부분에 위치함으로써 곡식을 비와 바람 등 외부 환경으로부터 보호하며, 해충으로부터도 지켜줘 여러모로 유익한 역할을 담당하고 있다.

[0004] 왕겨는 국내에서 순환자원으로 인정되어 있으며, 축사깔개, 철강보온재, 사료, 퇴비, 화장품첨가제 등 다양한 용도로 사용되고 있다. 또한, 왕겨의 물리적 및 화학적 성질에 기초하여 차음 및 단열패널의 성분(한국 등록특허 제10-2228209호), 암모니아 제거를 위한 왕겨 활성탄(한국 공개특허 제10-2023-0091712호), 왕겨를 이용한 와인(한국 공개특허 제10-2023-0077554호) 및 차(한국 공개특허 제10-2023-0044344호) 등 다양한 용도로 사용하고 있다.

[0005] 이에 본 발명자도 왕겨의 산업적 재활용에 대하여 관심을 갖고 연구를 하던 중, 왕겨를 특정한 추출 방법 및 조건으로 추출한 경우에 미생물의 활성을 억제하는 천연 항균제 및 항산화제로 동시에 유용함을 확인하고, 본 발명을 완성하게 되었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 하나의 목적은 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 조성물을 제공하는 것이다.

[0007] 본 발명의 다른 하나의 목적은 항산화 및 항균 효능을 가지는 왕겨의 아임계수 추출물의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 하나의 양태로서, 본 발명은 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 조성물을 제공한다.

[0009] 본 발명에서 사용되는 용어 "항균"은 균에 저항하는 능력을 의미하며, 세균이나 곰팡이, 효모 등과 같은 미생물의 작용으로부터 방어하기 위해 이루어지는 모든 기작을 의미한다. 이러한 항균 효과는 미생물로 인한 부패를 방지하는 방부효과로 이어진다.

[0010] 본 발명에서 사용되는 용어 “항산화”는 세포 내외의 활성산소를 제거하여 산화적 스트레스로부터 세포를 보호하는 모든 기작을 나타낸다.

[0011] 본 발명에 있어서, 상기 "유효성분"이란 단독으로 목적하는 활성을 나타내거나 또는 그 자체는 활성이 없는 담체와 함께 활성을 나타낼 수 있는 성분을 의미한다.

[0012] 본 발명에 있어서, 왕겨(rice husk)는 벼의 도정 과정에서 발생하는 부산물로 벼의 과피, 종피, 및 호분층의 분쇄혼합물이다.

[0013] 본 발명에 있어서, 상기 왕겨의 아임계수 추출물은 왕겨를 아임계 추출법으로 제조한 후 상등액을 분리회수한 추출물을 말한다.

[0014] 상기 아임계 추출법은 아임계 유체를 이용한 추출법을 말한다.

[0015] 상기 아임계 유체(sub-supercritical fluid)는 초임계 유체와 거의 비슷한 성격을 가진 유체이지만, 유체의 임계점보다 높은 온도와 압력, 및 초임계점보다 낮은 온도와 압력에서 액체와 기체의 두 상태가 서로 분간할 수 없는 상태의 유체이다. 이의 예로는 물, 이산화탄소(CO_2), 에틸렌, 에탄, 프로판, 아세틸렌 또는 암모니아 등이 있다. 바람직한 하나의 예로, 상기 아임계 유체는 경제적이고, 유해성분이 없으며, 안전하게 폐기할 수 있어 친환경적일 뿐만 아니라, 본 발명에 의하여 추출효율을 극대화할 수 있는 물이다.

[0016] 하나의 구체적 예로, 상기 왕겨의 추출물은 아임계수, 즉 아임계 조건의 물을 이용하여 추출하였다.

[0017] 본 발명에 따른 왕겨의 아임계수 추출물의 아임계 조건은 250 내지 330℃, 바람직하게는 250 내지 320℃, 보다 바람직하게는 280 내지 320℃, 가장 바람직하게는 290 내지 310℃, 및 45 내지 150bar, 바람직하게는 47 내지 130 bar, 보다 바람직하게는 60 내지 130 bar, 가장 바람직하게는 80 내지 120 bar에서 이루어진다. 상기 아임계 조건으로 250℃ 미만의 온도 및 45 bar 미만의 압력에서 추출이 이루어지는 경우 추출물 내 항균성을 나타내는 성분인 5-HMF(5-hydroxymethylfurfural)가 생성되지 아니하여 항균 효과가 없을 뿐만 아니라 항산화 효과가 미약하며, 330℃ 초과의 온도 및 150 bar 초과의 압력에서 추출이 이루어지는 경우 추출물 내 항균성을 나타내는 성분인 5-HMF(5-hydroxymethylfurfural)가 생성되지 아니하여 항균 효과가 없는 문제가 있다.

[0018] 또한, 본 발명에 따른 왕겨의 아임계수 추출물은 상기한 아임계 조건에서 5초 내지 10분, 또는 10초 내지 5분, 또는 30초 내지 3분, 또는 45초 내지 2분, 또는 1분 동안 수행할 수 있다.

[0019] 또한, 본 발명에 따른 왕겨의 아임계수 추출물은 상기한 아임계 조건에서 아임계 처리한 후 원심분리하여 회수한 상등액이다. 바람직한 하나의 예로서, 상기 원심분리는 8,000 내지 12,000 x g의 속도로 10 내지 30분 동안 이루어진다. 보다 바람직한 하나의 예로서, 상기 원심분리는 9,000 내지 11,000 x g의 속도로 15 내지 25분 동안 이루어진다.

[0020] 또한, 본 발명에 따른 왕겨의 아임계수 추출물은 아임계 처리 전에 왕겨를 정제수와 혼합하고 균질화하는 공정을 추가로 수행할 수 있다. 상기 균질화는 호모게나이저 등에 의하여 이루어질 수 있으며, 상기 균질화에 의하

여 아임계 처리에 의한 유용 성분의 추출을 보다 용이하게 되는 장점이 있다.

[0021] 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물은 미생물의 활성 및 증식을 억제하는 5-HMF(5-hydroxymethylfurfural) 등의 성분을 다량 함유하고 있으며(실시예 8 참조), 그에 따라 미생물의 증식을 활성화시키는 효과가 있다(실시예 9 참조).

[0022] 또한, 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물은 DPPH 라디칼 소거능, ABTS 라디칼 소거능, 환원력이 우수하여 산화 스트레스로부터 세포를 보호하는 항산화 효과가 있다(실시예 6 참조).

[0023] 따라서, 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물은 항균 및/또는 항산화 용도로서 매우 유용하며 효과적이다.

[0024] 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물은 조성물의 전체 함량을 기준으로 10 내지 100 중량%의 함량으로 포함될 수 있다. 상기 함량이 10 중량% 미만인 경우 목적하는 항균 및/또는 항산화 활성이 미약한 문제가 있다.

[0026] 다른 하나의 양태로서, 본 발명은 항산화 및 항균 효능을 가지는 왕겨의 아임계수 추출물의 제조 방법을 제공한다.

[0027] 보다 구체적인 양태로서, 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물의 제조 방법은 왕겨 및 정제수를 혼합하고 균질화하는 단계; 상기 균질물을 특정 아임계 조건에서 반응시켜 왕겨의 아임계수 반응물을 제조하는 단계; 및 상기 왕겨의 아임계수 반응물의 상등액을 분리 및 회수하는 단계;를 포함한다.

[0028] 이하, 구체적으로 항산화 및 항균 효능을 가지는 왕겨의 아임계수 추출물의 제조 방법을 설명한다.

[0029] 먼저, 왕겨 및 정제수를 혼합하고 균질화하는 단계이다.

[0030] 상기 왕겨는 벼의 외피를 감싸는 것이며, 이는 상술한 바와 같다.

[0031] 상기 왕겨 및 정제수의 혼합은 왕겨 100 중량부에 정제수 500 내지 2000 중량부일 수 있다. 상기 혼합에서 정제수가 500 중량부 미만으로 포함되는 경우 아임계수 처리 시 반응기 내의 포화수증기압에 의하여 왕겨가 탄화되는 문제가 발생하며, 정제수가 2000 중량부 초과로 포함될 경우 최종 제조되는 왕겨의 아임계수 추출물에 유용 성분의 함량이 매우 낮아 항산화 및 항균 효과가 미약해지는 문제가 있다.

[0032] 상기 균질화는 왕겨가 정제수에 고루 혼합되기 위한 공정으로 균질기 등을 이용하여 이루어질 수 있다. 이러한 균질화의 조건은 사용하는 기기의 조건에 따라 적절히 조절할 수 있을 것이다.

[0033] 다음으로, 상기 균질물을 특정 아임계 조건에서 반응시켜 왕겨의 아임계수 반응물을 제조하는 단계이다.

[0034] 상기 특정 아임계 조건은 250 내지 330℃, 바람직하게는 250 내지 320℃, 보다 바람직하게는 280 내지 320℃, 가장 바람직하게는 290 내지 310℃, 및 45 내지 150bar, 바람직하게는 47 내지 130 bar, 보다 바람직하게는 60 내지 130 bar, 가장 바람직하게는 80 내지 120 bar 이다. 상기한 아임계 조건에서 추출물이 제조되는 경우 가장 우수한 항산화 및 항균 효과를 얻을 수 있다.

[0035] 또한, 상기 아임계 조건에서의 반응은 5초 내지 10분, 또는 10초 내지 5분, 또는 30초 내지 3분, 또는 45초 내지 2분, 또는 1분 동안 수행할 수 있다.

[0036] 다음으로, 상기 왕겨의 아임계수 반응물의 상등액을 분리 및 회수하는 단계이다.

[0037] 상기 단계는, 왕겨의 아임계수 반응물은 당 성분을 다량 함유하고 있기 때문에 당 성분에 의한 카라멜화(caramelization)이 발생하여 외관상 및 기능상 유용하지 않으므로, 이를 제거하고 외관상 및 기능상 유용한 반응물만을 사용하기 위하여 필요한 단계이다.

[0038] 상기 상등액의 분리는 원심분리 등의 방법에 의하여 이루어질 수 있으며, 상기 원심분리는 8,000 내지 12,000 x g의 속도로 10 내지 30분 동안, 바람직하게는 9,000 내지 11,000 x g의 속도로 15 내지 25분 동안 이루어진다.

[0039] 상기한 방법에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물은 미생물의 활성 및 증식을 억제할 수 있는 성분(예로, HMF)을 다량 함유하고 있어 미생물에 대한 항균제로 유용하며, 또한 항산화 활성이 매우 우수하다.

[0041] 본 발명의 하나의 실시양태에 따르면, 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 화장료 조성물을 제공한다.

[0042] 본 발명의 하나의 실시양태에 따른 화장료 조성물에서, 유효성분인 왕겨의 아임계수 추출물은 상술한 바와 같다.

[0043] 본 발명의 하나의 실시양태에 따른 화장료 조성물에는 유효성분으로서 왕겨의 아임계수 이외에 화장품 조성물에 통상적으로 첨가되는 성분, 예컨대 항산화제, 안정화제, 가용화제, 비타민, 안료 및 향료와 같은 통상적인 보조제, 및 담체를 추가로 첨가할 수 있다.

[0044] 본 발명의 화장료 조성물은 당업계에서 통상적으로 제조되는 어떠한 제형으로도 제조될 수 있으며, 예를 들어, 용액, 현탁액, 유탁액, 페이스트, 겔, 크림, 로션, 파우더, 비누, 계면활성제-함유 클린싱, 오일, 분말 파운데이션, 유탁액 파운데이션, 왁스 파운데이션 및 스프레이 등으로 제형화될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 보다 상세하게는, 영양 크림, 수렴 화장수, 유연 화장수, 로션, 에센스, 영양젤 또는 마사지 크림의 제형으로 제조될 수 있다.

[0045] 본 발명의 제형이 페이스트, 크림 또는 겔인 경우에는 담체 성분으로서 동물성유, 식물성유, 왁스, 파라핀, 전분, 트라가칸트 검, 셀룰로오스 유도체, 폴리에틸렌 글리콜, 실리콘, 벤토나이트, 실리카, 탈크 또는 산화아연 등이 이용될 수 있다.

[0046] 본 발명의 제형이 파우더 또는 스프레이인 경우에는 담체 성분으로서 토스, 탈크, 실리카, 알루미늄 히드록시드, 칼슘 실리케이트 또는 폴리아미드 파우더가 이용될 수 있고, 특히 스프레이인 경우에는 추가적으로 클로로플루오로히드로카본, 프로판/부탄 또는 디메틸에테르와 같은 추진체를 포함할 수 있다.

[0047] 본 발명의 제형이 용액 또는 유탁액인 경우에는 담체 성분으로서 용매, 가용화제 또는 유탁화제가 이용되고, 예컨대 물, 에탄올, 이소프로판올, 에틸 카보네이트, 에틸 아세테이트, 벤질 알코올, 벤질 벤조에이트, 프로필렌 글리콜, 1,3-부틸글리콜 오일, 글리세롤 지방족 에스테르, 폴리에틸렌 글리콜 또는 소르비탄의 지방산 에스테르가 있다.

[0048] 본 발명의 제형이 현탁액인 경우에는 담체 성분으로서 물, 에탄올 또는 프로필렌 글리콜과 같은 액상의 희석제, 에톡실화 이소스테아릴 알코올, 폴리옥시에틸렌 소르비톨 에스테르 및 폴리옥시에틸렌 소르비탄 에스테르와 같은 현탁제, 미소결정성 셀룰로오스, 알루미늄 메타히드록시드, 벤토나이트, 아가 또는 트라가칸트 검 등이 이용될 수 있다.

[0049] 본 발명의 제형이 계면-활성제 함유 클린징인 경우에는 담체 성분으로서 지방족 알코올 설페이트, 지방족 알코올 에테르 설페이트, 설포숙신산 모노에스테르, 이세티오네이트, 이미다졸리늄 유도체, 메틸타우레이트, 사르코시네이트, 지방산 아미드 에테르 설페이트, 알킬아미도베타인, 지방족 알코올, 지방산 글리세리드, 지방산 디에탄올아미드, 식물성 유, 라놀린 유도체 또는 에톡실화 글리세롤 지방산 에스테르 등이 이용될 수 있다.

[0050] 본 발명의 또 하나의 실시양태에 따르면, 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 약학적 조성물을 제공한다.

[0051] 본 발명의 또 하나의 실시양태에 따른 약학적 조성물에서, 유효성분인 왕겨의 아임계수 추출물은 상술한 바와 같다.

[0052] 본 발명의 하나의 실시양태에 따른 약학적 조성물에는 유효성분으로서 왕겨의 아임계수 추출물 이외에 약학적으로 허용되는 담체를 추가로 포함할 수 있다. 본 발명의 약학적 조성물에 포함되는 약학적으로 허용되는 담체는 제제시에 통상적으로 이용되는 것으로서, 탄수화물류 화 합물(예: 락토스, 아밀로스, 덱스트로스, 수크로스, 솔비톨, 만니톨, 전분, 셀룰로스 등), 아카시아 고무, 인산칼슘, 알기네이트, 젤라틴, 규산 칼슘, 미세결정성 셀룰로스, 폴리비닐피롤리돈, 셀룰로스, 물, 시럽, 염 용액, 알코올, 아라비아 고무, 식물성 기름(예: 옥수수 기름, 목화 종자유, 두유, 올리브유, 코코넛유), 폴리에틸렌 글리콜, 메틸 셀룰로스, 메틸히드록시 벤조에이트, 프로필히드록시 벤조에이트, 활석, 스테아르산 마그네슘 및 미네랄 오일 등을 포함하나, 이에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 약학적 조성물은 상기 성분들 이외에 윤활제, 습윤제, 감미제, 향미제, 유화제, 현탁제, 보존제 등을 추가로 포함할 수 있다.

[0053] 본 발명의 약학적 조성물의 바람직한 투여량은 성인 기준으로 0.001 내지 100 ㎎/kg 범위 내이다. 또한 외용제인 경우에는 성인 기준으로 1.0 내지 3.0 ㎖의 양으로 1일 1회 내지 5회 도포하여 1개월 이상 계속하는 것이 좋다. 상기 투여량은 본 발명의 범위를 한정하는 것이 아니다.

[0054] 본 발명의 약학적 조성물의 제형으로는 통상의 방법에 따라 산제, 과립제, 정제, 캡슐제, 에멀젼, 시럽, 에어로졸 등의 경구형 제형, 연고, 크림 등의 외용제 및 멸균 주사용액 등을 비롯하여 약학적 제제에 적합한 어떠한

형태로든 제형화하여 사용할 수 있다.

[0055] 본 발명의 약학적 조성물이 피부 외용제로 제공될 경우, 이에 제한되는 것은 아니나, 연고, 패취, 겔, 크림 또는 분무제 등의 제형일 수 있다.

[0056] 또한, 본 발명에서는 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 조성물을 포함하는 복합방부제를 제공한다.

[0057] 본원에서 방부제란 왕겨의 아임계수 추출물이 미생물에 대한 방부 효과뿐만 아니라 항산화 효과를 나타내는 물질을 의미한다. 달리, 믹스바이오틱스 (Mixbiotics)라 지칭하기도 한다.

[0058] 본 발명의 방부제는 다양한 미생물, 특히 세균, 진균 및 효모에 대해 광범위한 우수한 항균 활성을 나타내고, 세포 독성이 없이 인체 피부에 안전하다. 또한, 본 발명의 방부제는 세포 내의 활성산소를 제거하여 산화적 스트레스로부터 세포를 보호하는 항산화 활성을 나타낸다.

[0059] 본 발명에 따른 방부제는 왕겨의 아임계수 추출물 이외에 이의 방부 활성을 저해하지 않는 한 추가의 천연 성분들을 포함할 수 있다. 상기 천연 성분은 예를 들어, 오메가-3 (omega-3), p-아니식애씨드 (p-Anisic acid), 아시아티코사이드(Asiaticoside), 아시아틱애씨드(Asiatic acid), 마데카식애씨드(Madecassic acid) 등이 있다.

[0060] 본 발명의 또 다른 하나의 실시양태에 따르면, 왕겨의 아임계수 추출물을 유효성분으로 포함하는 항산화 또는 항균용 식품 조성물을 제공한다.

[0061] 본 발명의 또 다른 하나의 실시양태에 따른 식품 조성물에서, 유효성분인 왕겨의 아임계수 추출물은 상술한 바와 같다.

[0062] 본 발명의 또 다른 하나의 실시양태에 따른 식품 조성물에는 유효성분으로서 왕겨의 아임계수 추출물 이외에 식품 제조 시에 통상적으로 첨가되는 성분, 예를 들어, 단백질, 탄수화물, 지방, 영양소, 조미제 및 향미제를 추가로 포함할 수 있다.

[0063] 상기 탄수화물의 예는 모노사카라이드, 예를 들어, 포도당, 과당 등; 디사카라이드, 예를 들어 말토스, 슈크로스, 올리고당 등; 및 폴리사카라이드, 예를 들어 덱스트린, 사이클로덱스트린 등과 같은 통상적인 당 및 자일리톨, 소르비톨, 에리트리톨 등의 당알콜이다. 향미제로서 천연 향미제 [타우마틴, 스테비아 추출물 (예를 들어 레바우디오시드 A, 글리시르히진 등]) 및 합성 향미제(사카린, 아스파르탐 등)를 사용할 수 있다.

[0064] 예컨대, 본 발명의 식품 조성물이 드링크제로 제조되는 경우에는 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물 이외에 구연산, 액 상과당, 설탕, 포도당, 초산, 사과산, 과즙, 두충 추출액, 대추 추출액, 감초 추출액 등을 추가로 포함시킬 수 있다.

발명의 효과

[0065] 본 발명의 왕겨의 아임계수 추출물은 장내 유용균의 증식을 활성화할 수 있는 다량의 고형분을 함유하고 있으며, 장내 유용균의 증식을 억제하는 성분(예로, HMF)이 거의 함유되어 있지 않아 장내 유용균의 증식을 억제하지 않으며, 관능적으로도 가장 우수하므로, 프리바이오틱스 조성물의 유효성분으로 매우 유용하며 효과적이다. 또한, 쌀의 가공식품 산업 적용에 의하여 쌀의 수요를 촉진하여 쌀 생산 농가의 소득 증대에도 도움이 될 것이다.

도면의 간단한 설명

[0066] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 외형(색)의 변화를 관찰한 그림이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 pH 변화를 관찰한 그림이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 고형분 함량의 변화를 관찰한 그림이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 환원당 함량의 변화를 관찰한 그림이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 총 폴리페놀의 함량을 관찰한 그림이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 DPPH 라디칼 소거능을 관찰한 그림이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 ABTS 자유 라디칼 억제능을 관찰한 그림이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 환원력을 관찰한 그림이다.

도 9는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 유기산 성분의 변화를 관찰한 그림이다.

도 10은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 유기산의 총량을 관찰한 그림이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 추출 조건에 따른 유산균(LGG)의 증식 효과를 관찰한 그림이다.

도 12는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 왕겨의 아임계수 추출물을 이용하여 제조된 요거트의 아임계수 추출 조건에 따른 유산균(LGG) 수의 변화를 관찰한 그림이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0067] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 실시예 등을 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 하기 실시예들에 한정되는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0069] **제조예 1 내지 6: 왕겨의 아임계수 추출물 제조**

[0070] 균질기(Food mix)에 왕겨 7.5g 및 증류수 142.5g을 넣고 저속(1단)에서 약 1분 동안 균질화하고, 하기 표 1의 아임계 조건으로 처리한 후 4℃에서 10,000 x g의 속도로 20분 동안 원심분리하고 상등액만을 분리 및 회수하여 왕겨의 아임계수 추출물을 제조하였다. 이때 도달시간은 아임계 처리 조건에 증류수가 도달하는 시간을 말하며, 처리시간은 아임계 처리 조건에 도달한 후 아임계 조건의 유지 시간이다. 한편, 대조구로 균질기(Food mix)에 왕겨 7.5g 및 증류수 142.5g을 넣고 저속(1단)에서 약 1분 동안 균질화한 후 아임계수로 처리하지 않고 4℃에서 10,000 x g의 속도로 20분 동안 원심분리하여 상등액만을 분리 및 회수하여 제조하고 사용하였다.

표 1

[0071]

	처리 온도(℃)	도달 시간	처리 시간	처리 압력(bar)
제조예 1	100	25 min 24 s	1 min	1.01
제조예 2	150	37 min 30 s	1 min	6.4
제조예 3	200	56 min 00 s	1 min	17.8
제조예 4	250	1 h 22min 11 s	1 min	47.1
제조예 5	300	2 h 14 min 00 s	1 min	102.8
제조예 6	350	2 h 53 min 08 s	1 min	435.7

[0073] **실시예 1: 아임계수 처리 조건에 따른 외형(색) 관찰**

[0074] 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨 아임계수 추출물 및 대조군의 외형(색)을 관찰하고 이를 도 1에 나타내었다. 도 1에서 볼 수 있는 바와 같이, 대조구와 100℃ 처리구의 경우 불투명한 상태를 나타내었지만, 150℃ 이상의 아임계수 처리구의 경우 투명한 상태를 나타내었다. 그러나, 150℃ 이하의 온도에서 제조된 아임계수 추출물은 왕겨의 용해가 거의 이루어지지 않고 왕겨 현탁액으로 이루어진 것을 볼 수 있으며, 그 이상의 온도에서

제조된 아임계수 추출물은 투명한 당 용액으로 존재하는 것으로 확인되었다.

[0076] **실시예 2: 아임계수 처리 조건에 따른 pH 변화**

[0077] 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 아임계수 추출물 및 대조구의 pH를 pH 측정기(FEP20, Mettler Toledo, Switzerland)를 이용하여 측정하고 이를 도 2에 나타내었다. 도 2에서 볼 수 있듯이, 아임계수 처리 온도가 증가함에 따라 pH는 점차 감소하였으며, 250℃ 이상에서는 거의 일정한 pH를 나타내었다.

[0079] **실시예 3: 아임계수 처리에 따른 고형분 함량 측정**

[0080] 상기 제조예 1 내지 6에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물 및 대조구의 고형분 함량은 굴절당도계(PAL-α, ATAGO, Japan)를 이용하여 측정하였습니다.

[0081] 도 3에서 볼 수 있듯이, 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨의 아임계수 추출물의 고형분 함량은 300℃까지 점진적으로 증가한 후 350℃에서 다소 감소하였다.

[0083] **실시예 4: 아임계수 처리에 따른 환원당 함량 측정**

[0084] 환원당 측정은 Gonçalves 등의 방법에 따라 측정하였다. DNS 시약은 디니트로살리실산(dinitrosalicylic acid) 5 g을 80℃의 증류수 250 mL에 녹인 후, 2N NaOH 100 mL와 타타르산나트륨칼륨(potassium sodium tartrate) 150 g을 넣어준 뒤 증류수로 최종 부피가 500 mL가 되도록 맞추어 제조하였다. 시료 1 mL에 DNS 시약 1 mL를 넣고 끓는 물에 5분간 반응한 후, 즉시 얼음물에 담갔다. 반응한 용액이 실온에 다다랐을 때, 분광광도계(X-MA 1200V, Human Corporation, Seoul, Korea)를 이용하여 540 nm에서 흡광도 값을 측정하였다. 표준물질로 glucose를 사용하여 검량선의 회귀식을 이용해 mg/mL로 나타내었다.

[0085] 도 4에서 볼 수 있듯이, 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨 아임계수 추출물의 환원당 함량은 300℃에서 최대값을 보인 후 350℃에서 크게 감소하였다. 이를 통해 왕겨의 아임계수 추출물은 온도에 영향을 받으며, 효소적 분해에 비하여 효율적으로 왕겨 분해물의 생산이 가능함을 알 수 있었다. 반면에 350℃ 영역에서는 왕겨 분해물의 열적 전환과 열적 파괴가 수반되고 있기 때문에 350℃ 이상의 고온은 아임계수 공정 설계에 장점이 없음을 확인할 수 있었다.

[0087] **실시예 5: 아임계수 처리에 따른 총 폴리페놀 함량의 변화**

[0088] 상기 제조예 1 내지 6의 왕겨 아임계수 추출물 50 ㎕를 1 mL의 2% 탄산나트륨과 혼합한 후 37℃에서 3분간 정치하였다. 이후 50 ㎕의 2% Folin-Ciocalteu reagent를 첨가한 후 37℃에서 1시간 반응시킨 후 750 nm에서 흡광도를 측정하였다. 표준 곡선은 0~1 mg/mL 농도의 갈산(gallic acid)을 사용하여 작성하였고, 총 폴리페놀 함량은 mg GAE/mL의 단위로 측정하였다.

[0089] 도 5에서 볼 수 있듯이, 왕겨 아임계수 추출물의 총 폴리페놀 함량은 150℃에서 가장 높았고, 200℃에서 가장 낮았지만 이후 온도에 따라 점진적으로 증가하였다.

[0091] **실시예 6: 아임계수 처리에 따른 항산화 효과**

[0092] **6-1. DPPH 라디칼 소거능 측정**

[0093] DPPH 시약은 5 g dinitrosalicylic acid를 80℃의 증류수 250 mL에 용해시킨 후 냉각하고 100 mL의 2 N NaOH와 150 g의 potassium sodium tartate를 혼합하였다. 이후 증류수를 가하여 전체 용액의 부피를 500 mL로 조절하여 제조하였다. DPPH 라디칼 소거능은 시료와 DPPH reagent를 1: 1로 혼합한 후 37℃에서 30분간 반응시킨 후 517 nm에서 흡광도를 측정하였다(A_1). 대조구로 시료를 물로 대체하여 동일한 방법으로 흡광도를 측정한 후(A_0), 다음의 수학식 1로 계산하였다.

[0094] [수학식 1]

[0095] $$\text{DPPH radical scavenging activity}(\%) = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100$$

[0097] **6-2. ABTS 라디칼 소거능 측정**

[0098] ABTS 시약은 7 mM ABTS 용액과 2.4 mM potassium persulfate 용액을 1: 1로 혼합한 후 암실에서 16시간 반응시킨 후, 에탄올을 첨가하여 734 nm에서 흡광도가 0.7에 도달하도록 희석하여 제조하였다. ABTS 라디칼 소거능은 시료 0.1 mL과 3 mL의 ABTS 시약을 혼합한 후 30℃에서 15분간 반응시켜 734 nm에서 흡광도를 측정하였다(A1). 시료를 물로 대체하여 동일한 조건에서 흡광도를 측정하여(A0) 다음 수학식 2로 계산하였다.

[0099] [수학식 2]

[0100] $$\text{ABTS}^{+}\ \text{Inhibition}(\%) = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100$$

[0102] **6-3. 환원력 측정**

[0103] 1% ferricyanide를 함유하는 0.2 M phosphate buffer (pH 6.6)에 시료를 동일 부피비로 혼합하였고 50℃에서 20분간 반응시켰다. 이후 동일한 부피의 1% trichloroacetic acid를 첨가한 후 6000 xg에서 10분간 원심분리하였다. 상등액 1 mL을 취하여 증류수 1 mL과 0.1% $FeCl_3$ 2 mL과 혼합하여 700 nm에서 흡광도를 측정하였. 측정한 흡광도를 환원력의 척도로 사용하였다.

[0105] **6-4. 결과**

[0106] 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨 아임계수 추출물은 상기 실시예 6의 결과와 달리 온도의 증가에 따라 DPPH 라디칼 소거능(도 6 참조), ABTS 억제력(도 7 참조), 및 환원력(도 8 참조)이 모두 증가하여 항산화도의 증가를 보였고, 이러한 효과는 300℃ 및 350℃에서 최대에 도달하였음을 확인할 수 있었다.

[0108] **실시예 7: 아임계수 처리에 따른 유기산 및 이의 총량 분석**

[0109] 제조예 1 내지 6의 왕겨 아임계수 추출물을 0.45 m polyvinylidene fluoride 필터 여과기로 여과한 후 HPLC(Ultimate3000 HPLC system, Thermo Dionex, USA)로 유기산 성분을 분석하였다. 컬럼으로는 Aminex 87H 컬럼(Bio-Rad, USA)을 사용하였고, 이동상으로는 0.01 N H_2SO_4를 사용하여 0.5 mL/min의 유속으로 분석을 진행하였다. 분석에는 RI detector (ERC, RefractoMAX520, Japan)과 UV 210nm detector를 사용하였다. 분석된 유기산 성분의 함량을 합산하여 유기산 총량을 나타내었다.

[0110] 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨 아임계수 추출물에 대한 유기산 성분 분석의 결과, 온도의 증가에 따라 포름산(formic acid) 및 아세트산(acetic acid)의 함량이 크게 증가하였음을 확인할 수 있었다(도 9 참조). 이는 당의 열적 변형의 결과로 판단되며, 원료의 pH 감소 원인을 설명하는 이유이다. 또한 200℃부터 푸르푸랄(furfural)이 검출되기 시작하여 250℃에서 최대 수치에 도달한 후 이후 온도 증가에 따라 감소하였다. 이는 당류가 고온에 노출되었을 때 발생하는 열적 부산물이며 주로 고온에서 제조하는 전분질 식품(제과제빵류)에서 관찰되는 성분이다. 반면에 5-HMF(5-hydroxymethylfurfural)는 250℃에서 발생하여 300℃에서 최대값에 도달하였고 350℃에서는 관찰되지 않았다. 5-HMF는 최근 생플라스틱의 원료로 가치를 인정받고 있으며, 식품의 색소로도 활용되고 있다. 또한 대체 연료의 전구물질로 연구되고 있어 활용 가치가 높다.

[0111] 또한 생산된 유기산의 총량은 250℃에서 가장 높았으며 이후 온도가 증가함에 따라 감소하였다 (도 10 참조).

[0113] **실시예 8: 아임계수 처리에 따른 미생물의 증식 변화**

[0114] 상기 제조예 1 내지 6에 의하여 제조된 왕겨의 아임계수 추출물에 대한 장내 유용균의 증식 활성을 확인하고자 하였다. 구체적으로, 장내 유산균의 일종인 LGG(*lactobacillus rhamnosus* GG) 또는 엔테로코커스 패시움(*Enterococcus faecium*)의 일정량을 채취하여 멸균증류수에 현탁한 후 희석하여 흡광도를 측정하였다. 이후 각 희석물 50 μL을 5 mL의 MRS broth(Difco, USA)에 접종한 후 37℃에서 24 h 배양하여 형성되는 콜로니(colony) 수를 측정하여 흡광도와 균수 간의 표준 곡선을 작성하였다. 이후 LGG를 10^4 CFU/mL 수준으로 멸균수에 접종한 후 분질미 또는 일반미의 아임계수 추출물과 1:1로 혼합하여 37℃에서 24 h 동안 배양하였다(접종 LGG=10^2 CFU/mL). 배양 후 유산균 수는 MRS broth에 접종하여 형성된 colony 수를 측정하였다. 대조구는 아임계수 추출물을 물로 대체하여 측정하였다.

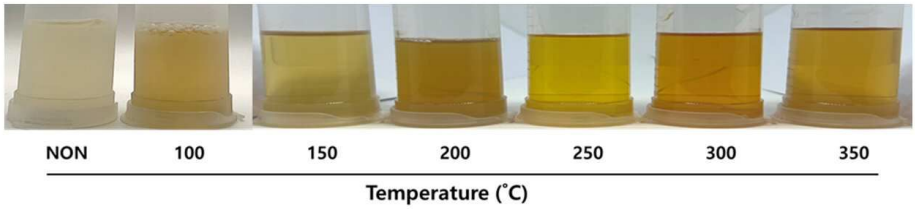
[0115] 상기 제조예 1 내지 6에서 제조된 왕겨 아임계수 추출물에 LGG(*lactobacillus rhamnosus* GG)를 접종하여 배양시킨 결과, 도 11에서 볼 수 있듯이 150℃에서 가장 높은 증식을 보였고 200℃에서 감소하였다. 따라서 150℃ 처리 조건에서는 왕겨를 프리바이오틱스(prebiotics) 식품 소재로 활용할 수 있을 것이다. 반면에 250℃ 이상에서는 LGG의 증식이 일어나지 않았다.

[0116] 또한, 시판 우유와 상기 제조예 1 내지 6의 왕겨 아임계수 추출물 각각을 멸균처리한 후 1: 1의 중량비로 혼합하였다. 이후 LGG를 10^2 CFU/mL 수준으로 접종한 후 37℃에서 24 h 배양하였다. 이후 MRS broth에서 증식한 유산균 수를 측정하였다. 대조구는 제조예 1 내지 6의 아임계수 추출물을 멸균수로 대체하고 동일한 방법으로 실험하였다.

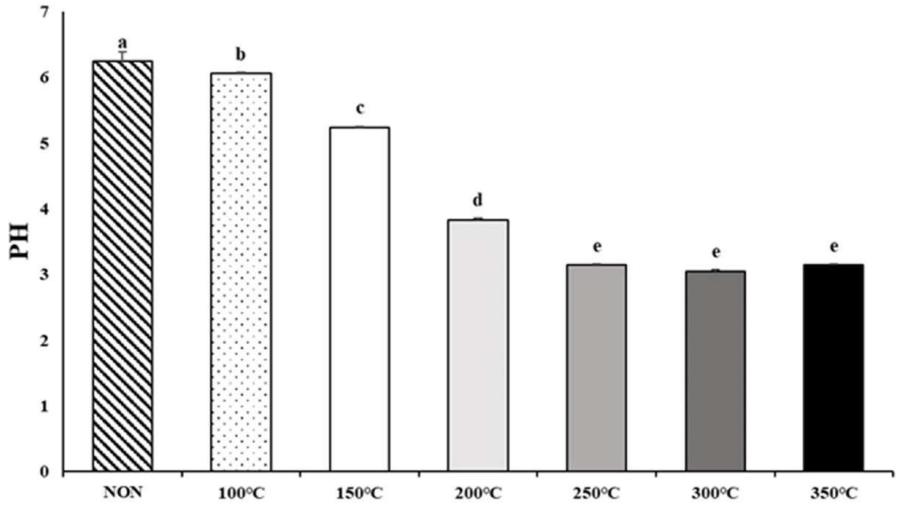
[0117] 그 결과, 도 12에서 볼 수 있듯이, 200℃ 이하에서는 정상적인 유산균 증식이 관찰된 반면 250℃ 이상에서는 유산균의 증식이 억제되었다. 5-HMF와 푸르푸랄(furfural)은 미생물의 증식을 억제한다는 보고가 있다. 따라서 이러한 온도 영역에서 생산된 가수분해물은 향후 항균 용도로 활용 가치가 기대된다.

도면

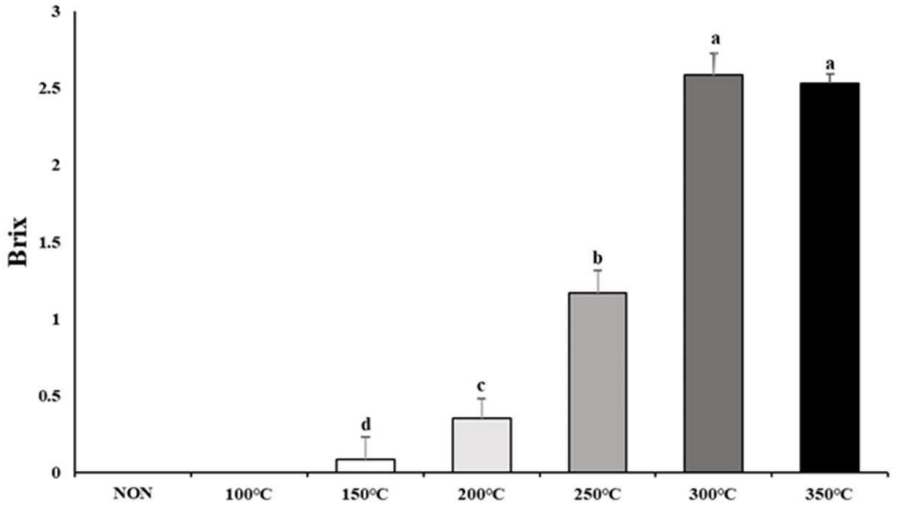
도면1



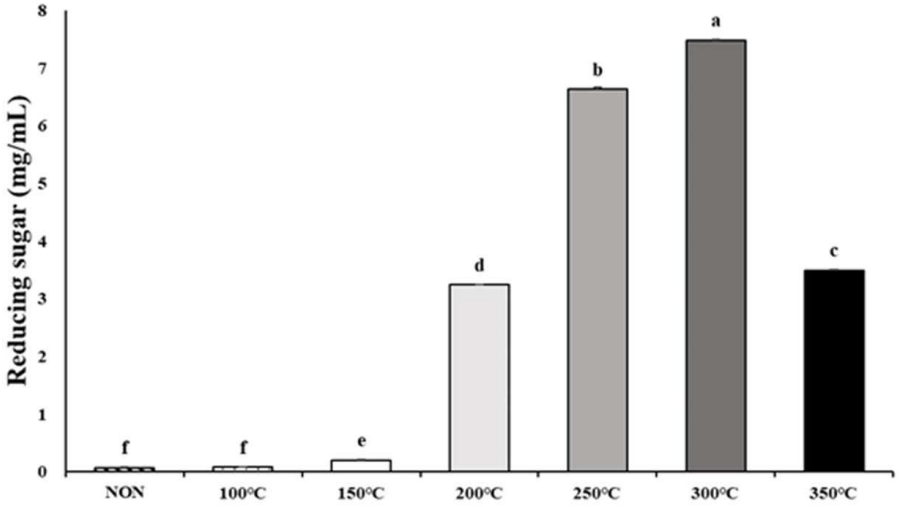
도면2



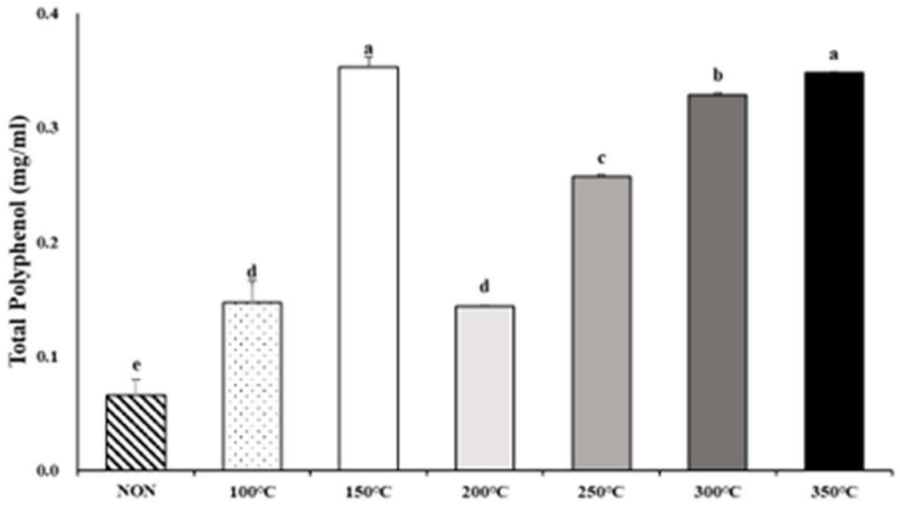
도면3


Brix
3
2.5
2
1.5
1
0.5
0
a
a
b
c
d
NON
100℃
150℃
200℃
250℃
300℃
350℃

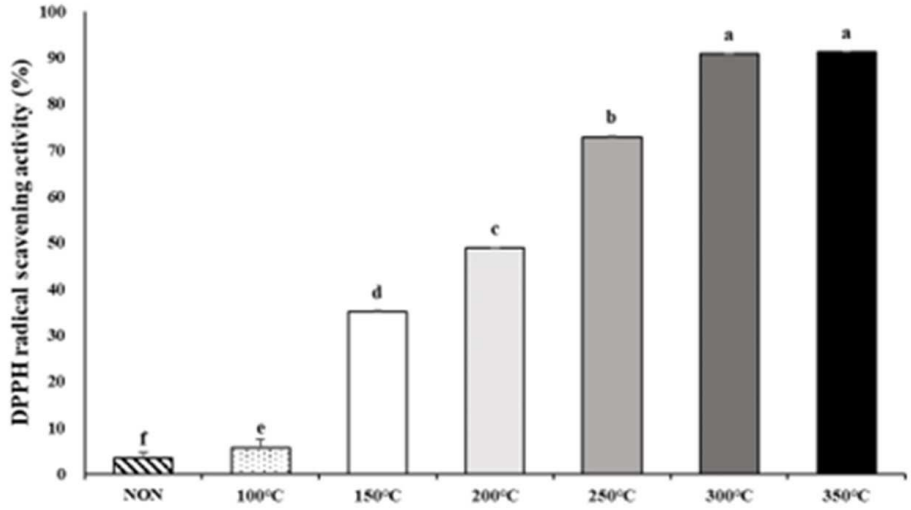
도면4


Reducing sugar (mg/mL)
8
7
6
5
4
3
2
1
0
a
b
c
d
e
f
f
NON
100℃
150℃
200℃
250℃
300℃
350℃

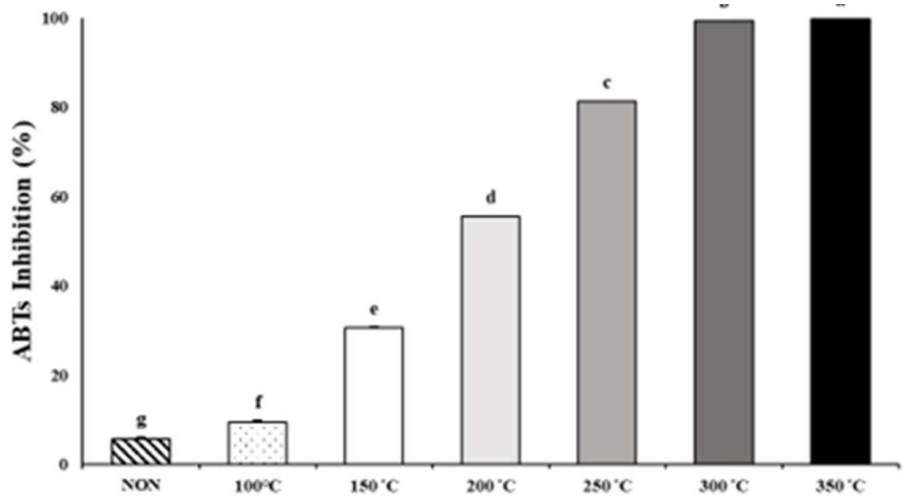
도면5


Total Polyphenol (mg/ml)
0.4
0.3
0.2
0.1
0.0
a
b
a
c
d
d
e
NON
100℃
150℃
200℃
250℃
300℃
350℃

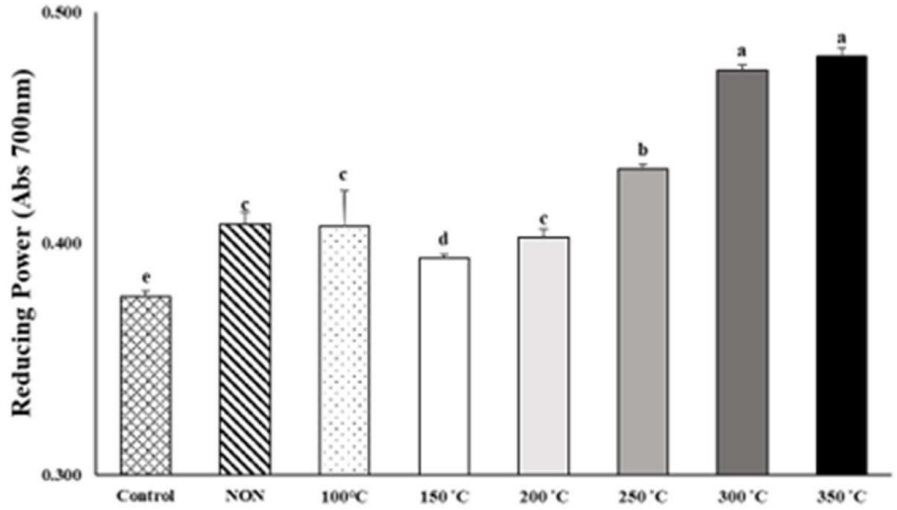
도면6


DPPH radical scavening activity (%)
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
f
e
d
c
b
a
a
NON
100℃
150℃
200℃
250℃
300℃
350℃

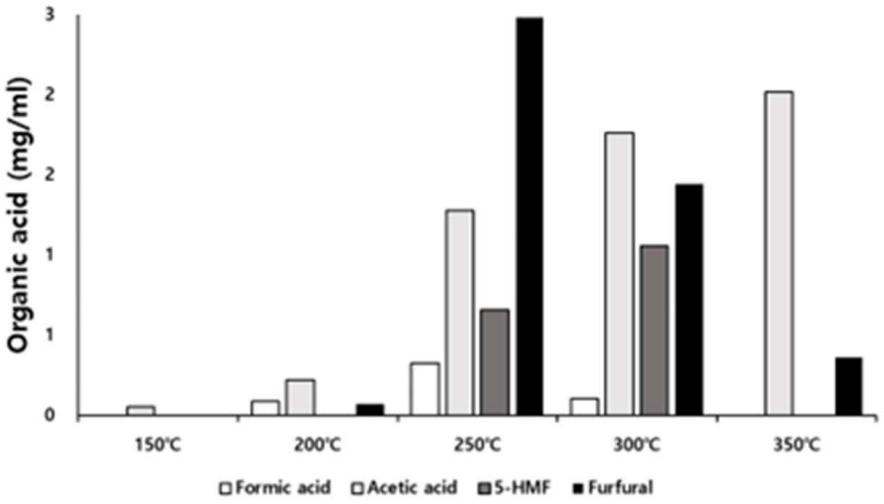
도면7


ABTs Inhibition (%)
100
80
60
40
20
0
g
f
e
d
c
NON
100℃
150 ℃
200 ℃
250 ℃
300 ℃
350 ℃

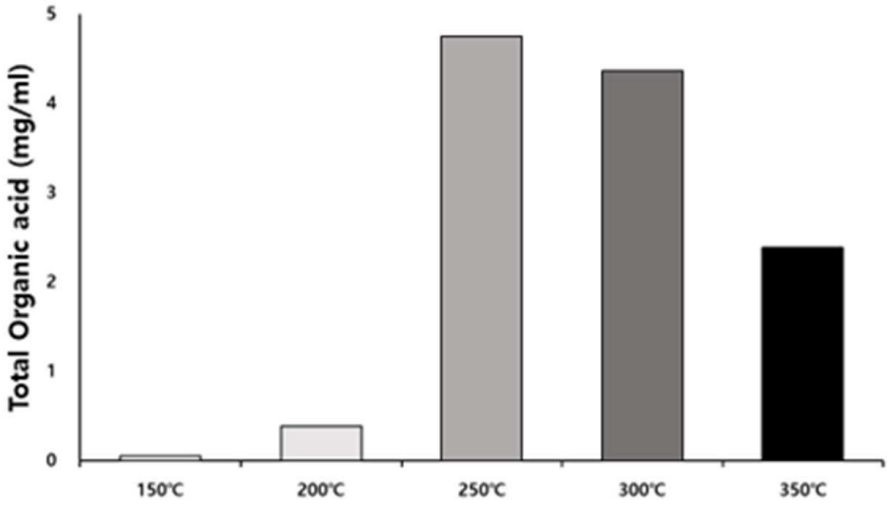
도면8


Reducing Power (Abs 700nm)
0.500
0.400
0.300
e
c
c
d
c
b
a
a
Control
NON
100℃
150 ℃
200 ℃
250 ℃
300 ℃
350 ℃

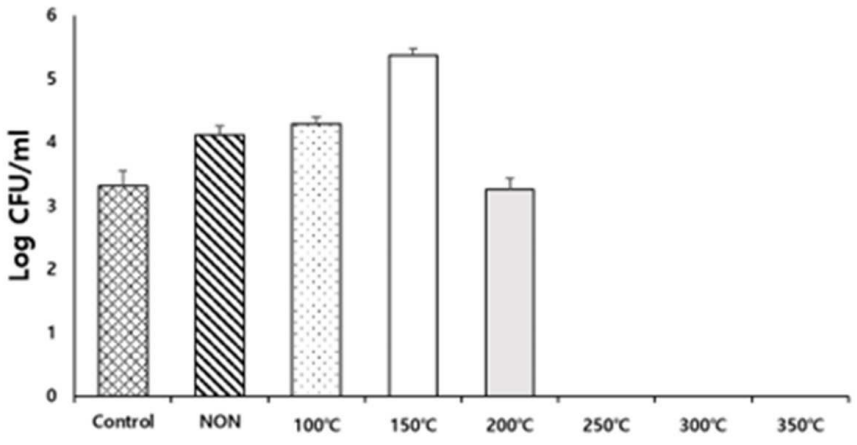
도면9



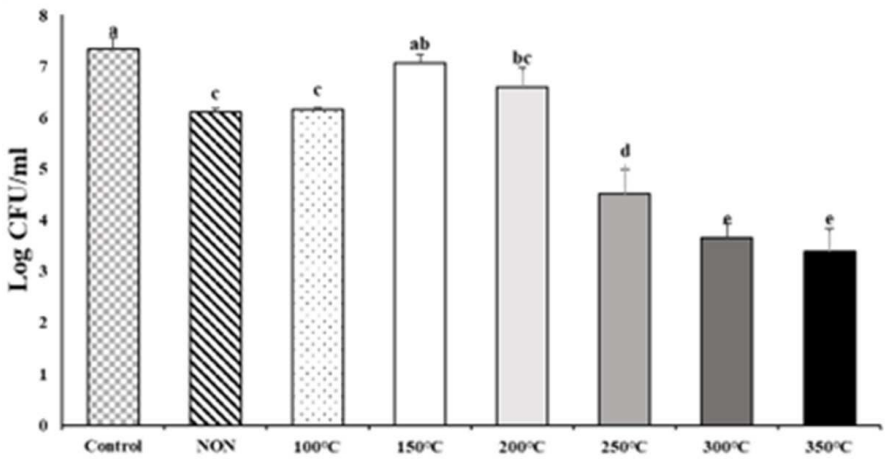
도면10



도면11



도면12


Log CFU/ml
0
1
2
3
4
5
6
7
8
a
c
c
ab
bc
d
e
e
Control
NON
100℃
150℃
200℃
250℃
300℃
350℃