



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0095667
(43) 공개일자 2023년06월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A01N 65/36 (2009.01)

(52) CPC특허분류
A01N 65/36 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0185354

(22) 출원일자 2021년12월22일

심사청구일자 2021년12월22일

(71) 출원인
한남대학교 산학협력단

대전광역시 유성구 유성대로 1646 (전민동)

(72) 발명자

김운중

대전광역시 서구 청사로 70 누리아파트 109-903

(74) 대리인

박노춘

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 감귤 과피 추출물의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 향산화성, 항균성 등의 특성을 향상시킬 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 (a) 감귤 과피를 세척하는 단계; (b) 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계; 및 (c) 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 포함하는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명은 쉽고 간단하게 제조할 수 있으며 수득율, 향산화성, 항균성 등의 특성을 극대화할 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법을 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711133880
과제번호	2021-DD-RD-0418
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	연구개발특구진흥재단
연구사업명	21년도 대학 기술창업 아이템 고도화 지원사업(I-Spark)
연구과제명	화장품 조제 키트용 천연 향균 소재 개발 및 사업화
기 여 율	1/1
과제수행기관명	한남대학교
연구기간	2021.09.15 ~ 2022.03.14

명세서

청구범위

청구항 1

- (a) 감귤 과피를 세척하는 단계;
- (b) 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계; 및
- (c) 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 포함하는 감귤 과피 추출물의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 단계 (b)는 초음파를 인가하여 추출액을 제조하는 것을 특징으로 하는 감귤 과피 추출물의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 용매는 에탄올 및 물의 혼합용매인 것을 특징으로 하는 감귤 과피 추출물의 제조방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 에탄올 및 물의 중량비는 55~80:20~45 인 것을 특징으로 하는 감귤 과피 추출물의 제조방법.

청구항 5

제1항의 제조방법으로 제조되는 감귤 과피 추출물.

청구항 6

제5항의 감귤 과피 추출물을 포함하는 천연보존제.

발명의 설명

기술분야

본 발명은 향산화성, 항균성 등의 특성을 향상시킬 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 (a) 감귤 과피를 세척하는 단계; (b) 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계; 및 (c) 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 포함하는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0003] 식물 유래의 다양한 화학물질들은 향산화성, 항균성, 노화방지, 항 골다공증 작용 등을 포함한 여러 가지 생리 활성들을 나타내어 화장품, 의약품 및 건강기능식품의 유용한 소재로서 각광을 받고 있다.
- [0004] 한편 국내뿐 아니라 전 세계적으로 고령화, 운동 부족, 흡연, 음주 등에 의해 증가하고 있는 성인병은 노년기의 삶의 질을 크게 저하시키기 때문에 이를 예방하고 치료하기 위한 생리활성물질의 개발이 요구된다.
- [0005] 이와 관련하여 한국공개특허 제10-2021-0048467호는 감귤류 과피를 140 내지 155℃의 온도로 볶는 단계를 포함하는 감귤류 과피 추출물의 제조방법을 개시하고 있다.
- [0006] 그러나 상기 문헌에 개시된 기술은 수득율, 향산화성, 항균성 등의 특성을 향상시킬 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 대해서는 개시하고 있지 않다.
- [0007] 따라서 감귤 과피로부터 수득율, 향산화성, 항균성 등의 특성을 극대화할 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 대한 기술개발이 필요하다.
- [0008]

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제10-2021-0048467호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명은 상기 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 쉽고 간단하게 제조할 수 있으며 수득율, 향산화성, 항균성 등의 특성을 극대화할 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0012] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 (a) 감귤 과피를 세척하는 단계;
- [0013] (b) 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계; 및
- [0014] (c) 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 포함하는 감귤 과피 추출물의 제조방법을 제공한다.
- [0015] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 단계 (b)는 초음파를 인가하여 추출액을 제조하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 용매는 에탄올 및 물의 혼합용매인 것을 특징으로 한다.
- [0017] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 에탄올 및 물의 중량비는 55~80:20~45 인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 또한 본 발명은 상기 제조방법으로 제조되는 감귤 과피 추출물을 제공한다.
- [0019] 아울러 본 발명은 상기 감귤 과피 추출물을 포함하는 천연보존제를 제공한다.

발명의 효과

- [0021] 본 발명은 쉽고 간단하게 제조할 수 있으며 수득율, 향산화성, 항균성 등의 특성을 극대화할 수 있는 감귤 과피 추출물의 제조방법을 제공할 수 있다.

[0022]

도면의 간단한 설명

[0023]

도 1은 감귤 과피 추출물의 항균 시험 결과를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0024]

이하 실시예를 바탕으로 본 발명을 상세히 설명한다. 본 발명에 사용된 용어, 실시예 등은 본 발명을 보다 구체적으로 설명하고 통상의 기술자의 이해를 돕기 위하여 예시된 것에 불과할 뿐이며, 본 발명의 권리범위 등이 이에 한정되어 해석되어서는 안 된다.

[0025]

본 발명에 사용되는 기술 용어 및 과학 용어는 다른 정의가 없다면 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 나타낸다.

[0027]

본 발명은 (a) 감귤 과피를 세척하는 단계;

[0028]

(b) 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계; 및

[0029]

(c) 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 포함하는 감귤 과피 추출물의 제조방법에 관한 것이다.

[0031]

상기 단계 (a)는 감귤 과피 또는 청피를 세척하는 단계로서, 채취된 감귤 과피를 적당한 크기로 절단하여 사용할 수 있으며, 필요에 따라 분말화하여 사용할 수도 있다.

[0032]

상기 감귤 과피를 흐르는 물이나 스팀 분사법으로 세척하여 표면에 존재하는 농약이나 각종 이물질을 제거한다.

[0033]

세척한 감귤 과피는 건조하지 않고 그대로 사용하거나 또는 건조가 이루어지는 건조수단에 투입하여 수분을 일정 함량 이하로 조절할 수 있다. 건조방법으로는 열풍건조, 냉풍건조, 동결건조, 상온건조, 진공건조 등이 있다.

[0035]

상기 단계 (b)는 상기 세척된 감귤 과피 및 용매를 혼합하고, 40~150℃에서 30분~50시간 추출하여 추출액을 제조하는 단계로서, 상기 세척된 감귤 과피를 가열 추출하여 추출액을 제조할 수 있다.

[0036]

상기 감귤 과피를 물, 알코올(에탄올, 메탄올, 주정, 발효주정 등), 아세톤 등의 용매로 가열 추출하여 추출액을 제조할 수 있다.

[0037]

가열 추출은 감귤 과피 100중량부에 대하여 용매 100~2,000중량부를 가하고 40~150℃에서 30분~50시간 가열하여 추출할 수 있다.

[0038]

본 발명은 용매로서 에탄올 및 물의 혼합용매를 사용하는 것이 바람직하다. 이때 상기 에탄올 및 물의 중량비는 55~80:20~45 인 것이 바람직하다. 에탄올 및 물의 중량비가 상기 수치범위를 만족하는 경우, 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.

[0039]

또한 본 발명은 용매로서 에탄올, 메탄올 및 물의 혼합용매를 사용하는 것이 바람직하다. 이때 상기 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비는 100:30~60:20~40 인 것이 바람직하다. 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비가 상기 수치범위를 만족하는 경우, 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.

[0040]

본 발명은 추출액을 제조하는 단계에서 초음파를 인가할 수 있으며, 상기 초음파를 10분~2시간 사용함으로써 제조된 추출액의 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.

[0042]

상기 단계 (c)는 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계로서, 상기 추출액을 여과막 등으로 여과하여 여액을 수득한 후, 이를 감압 농축하여 추출물을 제조할 수 있다.

- [0043] 상기 추출액은 열을 가하면서 농축하거나 진공 하에서 농축하여 점도가 높은 상태의 추출물을 제조하거나 분말 형태의 추출물을 제조할 수 있다.
- [0045] 또한 본 발명은 상기 (c) 단계 이후에, 상기 제조된 추출물을 정제수로 수용화하여 수용성 추출물을 제조하는 단계 (d)를 추가로 포함할 수 있다.
- [0046] 상기 수용성 추출물은 수용화 과정을 거치면서 유효성분의 함량이 증가하고 항균성 및 항산화 특성이 향상될 수 있다.
- [0047] 상기 수용성 추출물은 그대로 사용하거나 감압 농축하여 정제수를 제거하여 사용할 수 있다.
- [0049] 또한 본 발명은 상기 (c) 단계에서 제조된 추출물 및 상기 (d) 단계에서 제조된 수용성 추출물을 혼합하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0050] 이때 상기 (c) 단계에서 제조된 추출물 및 상기 (d) 단계에서 제조된 수용성 추출물의 중량비는 60~80:20~40 인 것이 바람직하며, 상기 수치범위를 만족하는 경우 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.
- [0052] 또한 본 발명은 상기 (c) 단계 이후에, 상기 제조된 추출물을 용매로 가열 추출하여 추출액을 제조하고, 상기 추출액을 감압 농축하여 추출물을 수득하는 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [0053] 상기 가열 추출은 추출물 100중량부에 대하여 용매 100~2,000중량부를 가하고 40~150℃에서 30분~50시간 가열하여 추출할 수 있다. 이때 추출액을 제조하는 단계에서 초음파를 인가할 수 있다.
- [0054] 이때 용매로서 에탄올, 메탄올 및 물의 혼합용매를 사용하는 것이 바람직하다. 이때 상기 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비는 100:30~60:20~40 인 것이 바람직하다. 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비가 상기 수치범위를 만족하는 경우, 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.
- [0056] 또한 본 발명은 상기 제조방법으로 제조되는 감귤 과피 추출물에 관한 것이다.
- [0057] 상기 감귤 과피 추출물은 쉽고 간단하게 제조할 수 있으며, 항균성 및 항산화성이 극대화될 수 있다.
- [0059] 아울러 본 발명은 상기 감귤 과피 추출물을 포함하는 천연보존제에 관한 것이다.
- [0061] 이하 실시예를 통해 본 발명을 상세히 설명한다. 하기 실시예는 본 발명의 실시를 위하여 예시된 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.
- [0063] (실시예 1) 감귤 과피 추출물의 제조
- [0064] 감귤 과피를 채취한 후, 흐르는 물에서 세척하였다.
- [0065] 상기 세척된 감귤 과피 100중량부에 대하여 용매 1,000중량부를 첨가한 후, 60℃에서 10시간 가열 추출하여 추출액을 제조하였다. 이때 초음파를 30분 동안 인가하였다. 용매로는 에탄올과 물의 혼합용매를 사용하였고, 에탄올과 물의 중량비를 조절하였다.
- [0066] 상기 추출액을 감압 농축하여 감귤 과피 추출물을 수득하였다.
- [0068] (실시예 2) 감귤 과피 추출물의 제조
- [0069] 감귤 과피를 채취한 후, 흐르는 물에서 세척하였다.

- [0070] 상기 세척된 감귤 과피 100중량부에 대하여 용매 1,000중량부를 첨가한 후, 60℃에서 10시간 가열 추출하여 추출액을 제조하였다. 이때 초음파를 30분 동안 인가하였다. 용매로는 에탄올, 메탄올 및 물의 혼합용매를 사용하였고, 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비를 조절하였다.
- [0071] 상기 추출액을 감압 농축하여 감귤 과피 추출물을 수득하였다.
- [0073] (실시예 3) 감귤 과피 수용성 추출물의 제조
- [0074] 감귤 과피를 채취한 후, 흐르는 물에서 세척하였다.
- [0075] 상기 세척된 감귤 과피 100중량부에 대하여 용매 1,000중량부를 첨가한 후, 60℃에서 10시간 가열 추출하여 추출액을 제조하였다. 이때 초음파를 30분 동안 인가하였다. 용매로는 에탄올과 물의 혼합용매를 사용하였고, 에탄올과 물의 중량비를 조절하였다.
- [0076] 상기 추출액을 감압 농축하여 감귤 과피 추출물을 수득하였다.
- [0077] 상기 제조된 감귤 과피 추출물을 정제수로 수용화한 후, 감압 농축하여 정제수를 제거하여 감귤 과피 수용성 추출물을 수득하였다.
- [0079] (실시예 4) 혼합 감귤 과피 추출물의 제조
- [0080] 실시예 1의 감귤 과피 추출물 및 실시예 3의 감귤 과피 수용성 추출물을 혼합하여 혼합 감귤 과피 추출물을 제조하였다.
- [0081] 상기 감귤 과피 추출물 및 감귤 과피 수용성 추출물 제조 시 사용되는 에탄올 및 물의 중량비는 70:30 이었다.
- [0083] (항균성)
- [0084] 감귤 과피 추출물에 대한 항균성은 ASTM E2149 SHAKE FLASK TEST로 측정하였다. 균(*Staphylococcus aureus*, *E. coli*)이 배양된 배양액에 상기 추출물 100 μ l을 넣고 24시간 배양 후 생존 균수를 측정한 후, 초기 균수 및 24시간 후 균수로부터 세균 감소율을 측정하였다.
- [0086] (항산화 특성)
- [0087] 자유라디칼 소거활성 평가는 안정한 자유라디칼인 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl radical (DPPH, Sigma, USA)을 이용하는 방법을 사용하였다.
- [0088] 테스트 튜브에 DPPH 용액, 시료 및 에탄올을 6:3:1의 부피비로 첨가한 후, 실온에서 10분 동안 방치한 다음 UV/Vis Spectrophotometer(OPTIZEN POP-S)로 517nm에서 흡광도를 측정하였다.
- [0089] 측정된 흡광도를 이용하여 각 추출물의 저해율(IR)을 아래의 식으로부터 계산하였으며, 측정된 저해율로부터 50% 저해활성 농도(IC₅₀)를 결정하였다.
- $$IR \text{ 저해율 (\%)} = \frac{Abs(\text{control}) - Abs(\text{sample})}{Abs(\text{control})} \times 100$$
- [0090]
- [0092] 실시예 1로부터 제조된 추출물의 특성은 표 1에 제시된다.

표 1

[0094]

	세균 감소율 (%)	IC ₅₀
에탄올:물 (50:50)	94.3	7.91
에탄올:물 (60:40)	99.1	5.32
에탄올:물 (70:30)	99.9	5.24
에탄올:물 (90:10)	96.2	7.76

[0096]

상기 표에서 알 수 있듯이, 에탄올 및 물의 중량비가 55~80:20~45 인 경우, 추출물의 항균성 및 항산화성이 향상될 수 있다.

[0098]

도 1은 감귤 과피 추출물의 항균 시험 결과를 나타낸다. 에탄올 및 물의 중량비가 70:30 인 경우 항균성이 우수함을 확인할 수 있다.

[0100]

또한 실시예 2로부터 제조된 추출물의 특성은 표 2에 제시된다.

표 2

[0102]

	세균 감소율 (%)	IC ₅₀
에탄올:메탄올:물 (100:40:10)	96.6	7.16
에탄올:메탄올:물 (100:40:30)	99.9	4.89
에탄올:메탄올:물 (100:40:50)	95.2	6.73

[0104]

상기 표에서 알 수 있듯이, 에탄올, 메탄올 및 물의 중량비가 100:30~60:20~40 인 경우, 추출물의 항균성 및 항산화성이 향상될 수 있다.

[0106]

또한 실시예 3으로부터 제조된 추출물의 특성은 표 3에 제시된다.

표 3

[0108]

	세균 감소율 (%)	IC ₅₀
에탄올:물 (50:50)	96.5	6.92
에탄올:물 (60:40)	99.9	4.86

에탄올:물 (70:30)	99.9	4.79
------------------	------	------

[0110] 상기 표에서 알 수 있듯이, 감귤 과피 수용성 추출물의 경우, 감귤 과피 추출물에 비해 추출물의 항균성 및 항산화성이 향상됨을 알 수 있다.

[0112] 또한 실시예 4로부터 제조된 추출물의 특성은 표 4에 제시된다.

표 4

[0114]

	세균 감소율 (%)	IC ₅₀
감귤 과피 추출물:감귤 과피 수용성 추출물 (50:50)	96.3	5.28
감귤 과피 추출물:감귤과피 수용성 추출물 (70:30)	99.9	3.70
감귤과피 추출물:감귤 과피 수용성 추출물 (90:10)	97.2	5.96

[0116] 상기 표에서 알 수 있듯이, 감귤 과피 추출물 및 감귤 과피 수용성 추출물의 중량비가 60~80:20~40 인 경우, 추출물의 항균성 및 항산화성이 향상됨을 알 수 있다.

도면

도면1

