

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. C09D 193/00 (2006.01)	(45) 공고일자 2006년10월11일	(11) 등록번호 10-0631489
(21) 출원번호 10-2005-0015928	(24) 등록일자 2006년09월27일	(65) 공개번호 10-2006-0095053
(22) 출원일자 2005년02월25일	(43) 공개일자 2006년08월30일	

(73) 특허권자 배재대학교 산학협력단
 대전 서구 도마동 439-6

(72) 발명자 윤국중
 대전광역시 서구 관저동 구봉마을아파트 512동 906호

이택혁
대전 서구 괴정동 8-2번지 상수빌라 403

(74) 대리인 김형준

(56) 선행기술조사문헌 JP06287516 A, JP63101460 A, KR1020000041518 A, KR1020000041519 A,
 KR1020010037767 A, KR1020050034059 A

* 심사관에 의하여 인용된 문헌

심사관 : 이순국

(54) 발명의 명칭 **옷추출액을 이용한 생질의 제조방법**

요약

본 발명은 옷추출액을 이용한 생질의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명의 옷추출액을 이용한 생질의 제조방법은, 옷나무 껍질을 유기용매에 넣고 반응시켜 옷추출액을 제조하고, 이 옷추출액을 농축시켜 옷농축물을 제조하고, 아세톤을 첨가하여 용해된 물질을 수집·농축하여 우루시올을 분리하고, 아세톤에 용해되지 않은 물질을 수집한 후, 물을 가하여 물에 용해된 물질을 수집·농축한 후, 동결건조하여 고무질 및 당단백질을 분리한 다음, 상기에서 분리한 우루시올과 고무질 및 당단백질과 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 35 의 중량비율로 혼합하여 생질을 제조하는 것으로 구성된다.

본 발명에 의하여 내구성성이 높고, 품질이 우수하며, 품질이 일정한 생질을 짧은 시간 동안에 대량 생산할 수 있는 방법이 제공된다.

대표도

도1

색인어

옷, 생질, 우루시올, 당단백질

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 옷추출액을 이용한 생질의 제조공정도

발명의 상세한 설명

발명의 목적

[0001]

발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술

- [0002] 본 발명은 옷추출액을 이용한 생질의 제조방법에 관한 것이다.
- [0003] 옷나무(Rhus verniciflua)는 옷나무과에 속하는 낙엽교목으로, 동양에서 많이 재배되고 있으며, 특히 한국, 일본, 중국 등에서는 옷나무 껍질에 상처를 내어 여기서 생성된 수액을 채취하여 옷칠에 주로 사용하여 왔다.
- [0004] 옷칠은 여러 가지 성분이 혼합된 혼합물로 구성되어져 있으며 크게 주성분과 부성분으로 구분할 수 있다. 통상적으로 옷칠의 옷도막을 형성하는 주성분은 우루시올이라고 알려져 있으며 이 우루시올의 화학적 화학적 구조는 카테콜의 3번 탄소의 결사슬 R기가 탄소수 15 ~ 17개의 이중결합을 함유하는 불포화 화합물이며, 5 개 이상의 혼합물로 혼재되어 있으며, 옷의 주된 약리작용은 항암, 항산화, 속취작용 등이 알려져 있으며, 위장병, 심장병, 관절염, 고혈압, 당뇨, 중풍, 만성피로 등에 효능이 있다고 알려져 있다.
- [0005] 종래의 일반적인 옷의 수액인 옷칠의 채취방법으로는 살소법과 화철법이 있다.
- [0006] 살소법은 옷나무의 껍질을 낮으로 굵어서 흙을 낸 후 칠이 이 흙에 고이면 칠주걱을 이용하여 칠을 받아내는 방법이다. 그러나, 이 방법은 노동력이 많이 들고, 경험에 의한 숙련정도에 따라 채취량이 크게 달라지고, 가장 더운 계절에 작업을 하기 때문에 일의 능률성과 효율성이 떨어지는 문제점을 가지고 있다.
- [0007] 화철법은 옷나무에 상처를 낸 다음, 모닥불이나 숯불 등과 같은 타는 불 위에 대고 회전시키면서 불의 열을 이용하여 옷나무를 가열시킨 후, 옷칠이 흘러나오면 채취하는 방법이다. 그러나, 이 방법은 옷액속에 포함된 효소의 활성을 저해시키므로 옷칠로 사용할 때 건조가 잘 되지 않고, 옷액이 불속에서 손실될 수 있는 문제점이 있다.
- [0008] 이러한 종래의 문제점과 옷액의 특성을 제거하기 위해 많은 연구가 이뤄지고 있다.
- [0009] 한국등록특허공보 10-0367286(독성이 제거된 옷나무 추출물의 추출방법)에는, 옷나무에서 채취한 수액 또는 껍질을 열풍건조시키는 제1차 독성제거 공정 및 건조된 옷수액 또는 껍질에 용매를 첨가하고 열처리하여 독성을 제거함과 동시에 옷추출액을 추출하는 제2차 독성제거 및 추출공정과 추출된 옷추출액을 여과한 후 농축시키는 농축공정으로 구성된 옷나무 추출물의 추출방법에 관한 것이 공개되어 있다.
- [0010] 그러나, 상기와 같은 발명은 옷나무 수액의 독성제거시 열풍건조시 100 ~ 400 °C에서 3 ~ 24 시간동안 건조시키는데, 이 과정에서 효소의 활성을 파괴시켜 옷추출액의 품질을 떨어뜨리며, 추출시간이 오래걸리는 문제가 있었다.
- [0011] 한국공개특허공보 특2000-0041519(옷칠의 정제법)에는, 생질에 유기용매를 혼합하여 반복 여과하는 방법으로 우루시올을 얻고, 상기 과정에서 나온 여과잔사를 증류수로 세척하여 나온 여과액을 동결건조하여 다당류를 얻은 후, 생질에 상기 우루시올을 생질기준 중량비 1 ~ 50 % 첨가하여 정제함을 그 특징으로 한 정제법에 관한 것이 공개되어 있다.
- [0012] 그러나, 상기와 같은 발명은 옷나무에서 채취하는 것이 아니라 이미 채취된 생질에 우루시올을 첨가하거나, 우루시올 및 다당류를 첨가하여 정제액을 제조하는 것으로 생질을 채취할 때 발생할 수 있는 문제를 해결할 수 없었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0013] 본 발명은 상기의 문제를 해결하기 위하여, 내구성이 높고, 품질이 우수하며, 품질이 일정한 생질을 짧은 시간 동안에 대량 생산할 수 있는 생질의 제조방법을 제공하는데 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

- [0014] 본 발명은 옷추출액을 이용한 생질의 제조방법에 관한 것이다.
- [0015] 본 발명의 옷추출액을 이용한 생질의 제조방법은, 준비된 옷나무의 껍질부분을 벗겨 껍질을 수집한 후, 반응기에 반응기 부피의 2/3를 유기용매로 채우고, 질소를 30 분 통기시켜 유기용매 속에 포함되어 있는 산소를 제거한 후, 준비된 옷나무의 껍질을 넣는 제1공정, 제1공정에서 준비된 반응기안에 질소를 연속적으로 공급하면서 30 ~ 90 °C에서 6 ~ 24 시간 반응시켜 옷추출액을 제조하는 제2공정, 이 옷추출액을 여과시켜 걸러진 것은 버리고, 남은 여과액을 20 ~ 40 °C에서 4 ~ 12 시간 가열하여 농축시켜 옷농축물을 제조하는 제3공정, 제3공정의 옷농축물에 옷농축물 중량의 2 ~ 3 배의 아세톤을 첨가하여 용해된 물질과 용해되지 않은 물질을 분리하는 과정을 2 ~ 3 회 반복하여 분리하여, 아세톤에 용해된 물질을 수집한 후 진공농축하여 우루시올을 분리하는 제4공정, 상기의 아세톤에 용해되지 않은 물질을 수집하여 2 ~ 3 배의 물을 가하여 물에 용해된 물질을 수집하고, 진공농축한 후 동결건조하여 고무질 및 당단백질을 분리하는 제5공정, 상기의 제4공정에서 분리한 우루시올과 제5공정에서 분리한 고무질 및 당단백질과, 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 35 의 중량비율로 혼합하는 제6공정을 거쳐 생질을 제조하는 것으로 구성된다.
- [0016] 통상적으로 생질은 화철법 또는 살소법을 이용하여 옷나무에서 직접 채취하며, 이렇게 채취된 통상적인 생질은 소수성 물질인 우루시올 55 ~ 60 %, 친수성인 물 25 ~ 30 %, 다당류와 효소 5 ~ 10 %, 그리고 조건에 따라서 양성적인 성질을 갖는 당단백 3 ~ 5 %로 구성된다. 그러나 이러한 방법으로 채취할 시 오랜 시간이 걸리며 불순물이 많이 첨가되어 있어서 따로 정제과정을 거쳐야하는 문제점이 있다.
- [0017] 본 발명에서는 옷나무 껍질에서 우루시올과 고무질 및 당단백질을 따로 추출한 후, 우루시올과 고무질 및

당단백질과 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 35 의 중량비율로 혼합하여 생칠을 제조한다.

[0018] 또한, 물과 우루시올간의 분포는 도막의 품질을 결정하는 데 중요한 인자 이므로 우루시올을 바탕으로 하여 되도록 작고 균일한 물입자가 분포되도록 하는 것이 필요함으로써 본 발명의 생칠 제조시 우루시올과 고무질 및 당단백질과 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 10 의 중량비율로 혼합할 시 가장 효능이 좋다.

[0019] 본 발명의 발명자는 종래의 옷나무 생칠의 제조시간이 오래걸리거나, 추출시 효소를 파괴시켜 칠의 질을 떨어뜨리거나, 옷나무의 산지나 품질에 따라 생칠의 질적 차이가 생기는 문제가 있어, 이를 해결하기 위해 많은 연구를 하던 중 본 발명을 완성하게 되었다.

[0020] 유기용매에 옷나무껍질을 넣고 산화를 방지하기 위해 질소를 투입하면서 옷추출액을 제조한 후, 진공농축시키고, 이 옷추출액에 아세톤을 가하여 용해된 부분을 수집·농축시켜 우루시올을 분리하고, 아세톤에 용해되지 않은 물질을 수집한 후 물에 용해시켜 고무질 및 당단백질을 분리함으로써 짧은 시간동안 효율적으로 생칠의 성분을 수집할 수 있다.

[0021] 따라서 본 발명에 의해, 좋은 품질을 일정하게 유지하면서 대량생산이 가능하여 효율성이 높게 생칠을 제조할 수 있다.

[0022] 한편, 우루시올(urushiol)은 옷나무 수액(옷칠)의 주성분이며, 주로 칠공예에 사용되는 엷은 노란색 액체로서 알코올, 에테르, 클로로포름에 용해되는 비극성 물질로 알려져 있는 물질이다.

[0023] 본 발명의 옷추출액을 이용한 생칠의 제조방법에 대하여 실시예와 실험예를 통하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0024] <생칠의 제조방법>

[0025] 1. 제1공정 : 재료 준비

[0026] 반응기에 약 2/3의 유기용매를 채우고 질소를 30 분 통기시켜 유기용매 속에 포함되어 있는 산소를 제거한 후 준비된 옷나무의 껍질부분을 벗겨 즉시 반응기에 넣는다.

[0027] 2. 제2공정 : 옷추출액 제조

[0028] 제1공정에서 준비된 반응기안에 질소를 연속적으로 공급하면서 30 ~ 90 °C에서 6 ~ 24 시간 반응시켜 옷추출액을 제조한다.

[0029] 3. 제3공정 : 옷농축물 제조

[0030] 제2공정의 옷추출액을 여과시켜 걸러진 것은 버리고, 남은 여과액을 20 ~ 40 °C에서 4 ~ 12 시간 가열하여 농축시킨다.

[0031] 4. 제4공정 : 우루시올 분리

[0032] 제3공정의 옷농축물에 옷농축물 중량의 2 ~ 3 배의 아세톤을 첨가하여 용해된 물질과 용해되지 않은 물질을 분리하는 과정을 2 ~ 3 회 반복하여 분리하여, 아세톤에 용해된 물질을 수집한 후 진공농축한다.

[0033] 5. 제5공정 : 고무질 및 당단백질 분리

[0034] 제4공정의 아세톤에 용해되지 않은 물질을 수집하여 2 ~ 3 배의 물을 가하여 물에 용해된 물질을 수집하고, 진공농축한 후 동결건조한다.

[0035] 6. 제6공정 : 생칠 제조

[0036] 상기의 제4공정에서 분리한 우루시올과 제5공정에서 분리한 고무질 및 당단백질과 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 35 의 중량비율로 혼합하여 제조한다.

[0037] <실시예 1> 옷추출액을 이용한 생칠의 제조 1

[0038] 충북 옥천군 소재의 옷나무 밭에서 옷나무 가지부분을 제거한 옷나무를 채취하였다.

[0039] 이 옷나무의 무게는 21 kg이었다.

[0040] 부피가 50 ℓ 인 반응기를 준비하여 유기용매인 시클로헥산(Cyclohexane) 33.3 ℓ 를 채운 다음 질소를 30 분 동안 통기시켜 시클로헥산 속의 산소를 제거시켰다.

[0041] 준비된 옷나무의 껍질부분을 칼로 벗겨 껍질을 즉시 반응기안에 넣었다.

[0042] 반응기에 연속으로 질소를 공급하면서 반응기를 50 °C의 온도로 조절하여 6시간동안 추출하였다.

[0043] 이 과정을 2번에 나누어서 추출하여 총 옷추출액 40 ℓ 를 제조하였다.

[0044] 이 옷추출액을 여과한 후 진공농축하여 옷농축물 185.85g을 제조하였다.

[0045] 이 옷농축물의 성분을 분석한 결과 다음 표 1과 같았다.

[0046] <표 1> 옷농축물의 성분분석 결과

성분	우루시올	고무질 및 당단백질	수분	불순물	손실량
함량(%)	58.54	2.71	2.57	33.19	2.99

[0048] 상기의 율농축물에 아세톤 1ℓ (율농축물의 3배)을 첨가하여 아세톤에 용해되는 물질과 용해되지 않는 물질을 분리하였다.

[0049] 이 과정을 3 회 반복하여 분리하였다.

[0050] 상기에서 분리된 아세톤에 용해되는 물질을 수집하고, 진공농축하여 우루시올 108.80g을 분리하였다.

[0051] 또, 상기에서 분리된 아세톤에 용해되지 않는 물질을 수집하여 물 300ml 를 가하여 물에 용해되는 물질을 수집하고, 이를 진공농축한 후 동결건조하여 고무질 및 당단백질 5.04g을 분리하였다.

[0052] 상기의 과정을 2회 실시하였다.

[0053] 준비한 우루시올 130g과 고무질 및 당단백질 10g과 물 60g (65 : 5 : 30의 중량비율)을 혼합하여 본 발명의 생질을 제조하였다.

[0054] <실시예 2> 율추출액을 이용한 생질의 제조 2

[0055] 본 발명의 상기 실시예 1의 생질 제조방법과 같은 방법으로 우루시올과 고무질 및 당단백질을 분리하였다.

[0056] 준비한 우루시올 165g과 고무질 및 당단백질 15g과 물 20g (82.5 : 7.5 : 10 의 중량비율)을 혼합하여 생질을 제조하였다.

[0057] <실험예 1> 생질 율 도막의 내구성 실험

[0058] 본 발명의 실시예 1과 2의 방법으로 제조된 생질과 통상적인 방법으로 채취된 생질을 준비하였다.

[0059] 준비한 생질 율 도막의 내구성을 알아보기 위해 동일한 조건에서 각각 10개의 시편을 만들어 측정하였다.

[0060] 이때, 여러구성성분 중 경도, 밀착성, 내산성, 내알카리성, 유기용매내성을 측정하였다.

[0061] 이를 산술평균 하였다.

[0062] 그 결과를 아래의 표 1에 나타내었다.

[0063]

시험항목	시험조건	시험결과		
		통상의 생질	실시예2의 생질	실시예3의 생질
경도 시험	uni-pencil(500g)	4.5H	5.4H	5.6H
밀착성 시험	1mm×H100 Cross cut	83.6	91.5	91.7
내산성 시험	5% H ₂ SO ₄ 상온 168시간	이상없음	이상없음	이상없음
내알카리성 시험	5% NaOH 상온 168시간	이상없음	이상없음	이상없음
유기용매 내성시험	95% 이상 Benzene toluene hexane T.H.F. acetone ethyl alcohol	도막팽윤, 부식없음	도막팽윤, 부식없음	도막팽윤, 부식없음

[0064] 상기의 표 1의 결과와 같이, 본 발명의 실시예 1과 2의 방법으로 제조된 생질이 통상적인 방법으로 채취된 생질보다 내구성이 높아 효과가 더 우수함을 알 수 있었다. 또한, 짧은 시간에 생질을 제조 가능하여 대량 생산이 가능함으로 통상적인 방법으로 생질을 채취할 시 발생하는 문제점을 해소 할 수 있었다.

발명의 효과

[0065] 본 발명에 의해, 내구성이 높고 품질이 우수하며, 품질이 일정한 생질을 짧은 시간 동안에 대량 생산을 할 수 있는 방법이 제공된다.

청구의 범위

청구항 1

생철의 제조방법에 있어서,

옻나무의 껍질부분을 벗겨 껍질을 수집한 후, 반응기에 반응기부피의 2/3의 유기용매를 채우고 질소를 30 분 통기시켜 유기용매 속에 포함되어 있는 산소를 제거한 후, 준비된 옻나무의 껍질을 넣는 제1공정,

제1공정에서 준비된 반응기안에 질소를 연속적으로 공급하면서 30 ~ 90 °C에서 6 ~ 24 시간 반응시켜 옻 추출액을 제조하는 제2공정,

이 옻추출액을 여과하여 걸러진 것은 버리고, 남은 여과액을 20 ~ 40 °C에서 2 시간 가열하여 농축시켜 옻 농축물을 제조하는 제3공정,

옻농축물에 아세톤을 첨가하여 용해된 물질을 수집·농축하여 우루시올을 분리하는 제4공정,

옻농축물론에 용해되지 않은 물질을 수집한 후, 물을 가하여 물에 용해된 물질을 분리·농축한 후, 동결건조하여 고무질 및 당단백질을 분리하는 제5공정,

상기의 제4공정에서 분리된 우루시올과 제5공정에서 분리된 고무질 및 당단백질과, 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 35 의 중량비율로 혼합하는 제6공정을 거쳐 생철을 제조하는 것으로 구성된,

옻추출액을 이용한 생철의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

제6공정의 생철 제조시,

우루시올과 고무질 및 당단백질과 물을 60 ~ 85 : 5 ~ 10 : 5 ~ 10 의 중량비율로 혼합하는 것이 특징인,

옻추출액을 이용한 생철의 제조방법.

청구항 3

제1항 내지 제2항 중 어느 한 항의 방법에 의해 제조된,

옻추출액을 이용한 생철.

도면

도면1

