



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년05월04일
(11) 등록번호 10-1617994
(24) 등록일자 2016년04월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01G 9/02 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C01G 9/02 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-0002746

(22) 출원일자 2015년01월08일

심사청구일자 2015년01월08일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020050043442 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

홍순익

대전 유성구 대덕대로541번길 68, 101동 604호 (도룡동, 현대아파트)

조그히 수레쉬

디파트먼트 오브 인터스트리얼 케미스트리 스쿨
오브 케미스트리, 알라바마 유니버시티 카라이쿠
다-630 003, 타밀 나두, 인도

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이동희

전체 청구항 수 : 총 8 항

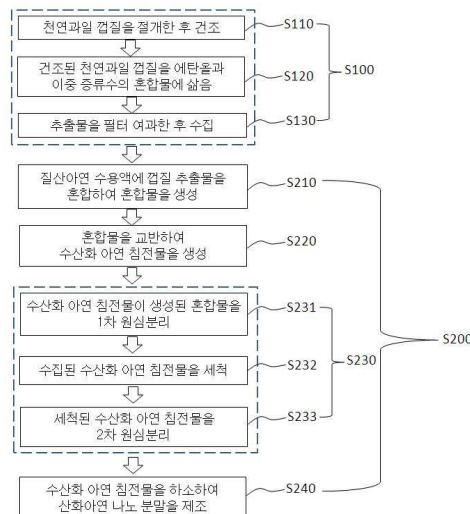
심사관 : 이영환

(54) 발명의 명칭 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말

(57) 요약

산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말이 개시된다. 본 발명의 산화아연 나노 분말 제조방법은, 산화아연 나노 분말을 제조하는 방법으로서, (a) 천연과일 껍질로부터 껍질 추출물을 준비하는 단계; 및 (b) 상기 껍질 추출물을 질산아연 수용액에 첨가하여 산화아연 나노 분말을 제조하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

라디아 유바쿠마

대전 유성구 대학로 99, 에너지기능재료실험실 (궁
동, 충남대학교)

조셉 나싸나엘

대전 유성구 대학로 99, 에너지기능재료실험실 (궁
동, 충남대학교)

마하랑감 썬드라라잔

디파트먼트 오브 인더스트리얼 케미스트리 스쿨 오
브 케미스트리, 알라가파 유니버시티
카라이쿠디-630 003, 타밀 나두, 인도

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

산화아연 나노 분말을 제조하는 방법으로서,

- (a) 천연과일 껍질로부터 껍질 추출물을 준비하는 단계; 및
- (b) 상기 껍질 추출물을 질산아연 수용액에 첨가하여 산화아연 나노 분말을 제조하는 단계를 포함하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (b)단계는,

- (b1) 상기 질산아연 수용액에 상기 껍질 추출물을 혼합하여 혼합물을 생성하는 단계;
- (b2) 상기 혼합물을 교반하여 수산화 아연 침전물을 생성하는 단계; 및
- (b3) 상기 수산화 아연 침전물을 하소(calcination)하여 산화아연 나노 분말을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 (b2)단계와 상기 (b3)단계 사이에는,

- (b25) 상기 수산화 아연 침전물이 생성된 상기 혼합물을 원심분리하여 수산화 아연 침전물을 수집하는 단계가 더 마련되는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 (b25)단계는,

- (b251) 상기 (b2)단계의 상기 수산화 아연 침전물이 생성된 상기 혼합물을 1차 원심분리하여 상기 수산화 아연 침전물을 수집하는 단계;
- (b252) 상기 (b251)단계에서 수집된 상기 수산화 아연 침전물을 세척하는 단계; 및
- (b253) 상기 세척된 수산화 아연 침전물을 2차 원심분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (b)단계에서, 상기 껍질 추출물은 질산아연을 환원시키는 과정에서 천연 환원제로 사용되는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 (a)단계는,

- (a1) 천연과일 껍질을 절개한 후 건조하는 단계;

(a2) 상기 건조된 천연과일 껍질을 에탄올과 이중 증류수의 혼합물에 삶는 단계; 및

(a3) 상기 (a2)단계에서 얻어진 추출물을 필터를 통해 여과한 후 수집하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 천연과일 껍질은 일정 이상의 폴리페놀 함량을 갖는 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 천연과일은 람부탄인 것을 특징으로 하는 산화아연 나노 분말 제조방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말에 관한 것으로서, 보다 상세하게는, 람부탄 등과 같이 폴리페놀 함량이 높은 천연과일 껍질 추출물을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있는 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 산화아연은 고무의 가황촉진제, 합성수지 및 고무의 보강재, 촉매, 전기·전자부품재료, 도료, 안료, 화장품, 의약품 등의 재료로써 용도가 매우 넓은 물질이다.

[0003] 이러한 산화아연 나노입자는 sol-gel법, 균일 용액 침전법, 기계적 밀링법, 유기금속을 이용한 합성, 초단파 방법, 분무 열분해, 진공 열증착, 기계화학적 합성법 등과 같은 다양한 물리화화학적 방법을 통해 합성되었다.

[0004] 최근에는 화학물질이 아닌 천연재료를 이용하여 나노입자를 제조할 수 있는 친환경적 합성법에 대한 관심이 커지고 있다. 화학물질을 극복한 친환경 나노기술을 달성하기 위해, 식물의 추출물과 같은 생체 적합성 재료를 용매나 환원제 또는 안정제로 사용하려는 친환경적 합성법이 요구된다.

[0005] 부연하자면, 전 세계적으로 엄청난 양의 농산품 폐기물들이 발생하고 있으며, 이는 심각한 환경적 이슈를 가져올 수 있기 때문에 최근 폐기물 재활용에 관한 연구가 활발하게 이루어지고 있다. 더하여, 외부의 오염으로부터 건강을 보호할 수 있는 항균성 물질에 대한 연구가 큰 흥미를 얻고 있으며, 천연재료를 이용하여 생체적합성이 좋은 나노 분말을 제조할 수 있는 방안에 대한 기술의 개발이 요구된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 한국 등록특허 제10-1012217호 (2011. 01. 25 등록)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명의 목적은, 화학적인 합성법을 적용하지 않고 람부탄 등과 같이 폴리페놀 함량이 높은 천연과일 껍질 추출물인 친환경 재료를 사용하여 친환경적인 합성법으로 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있는 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말을 제공하는 것이다.
- [0008] 본 발명의 다른 목적은, 기존에는 폐기되었던 람부탄 껍질 등과 같은 천연과일 껍질을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조함으로써 폐기 자원을 재활용하여 사용할 수 있는 경제성이 우수한 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말을 제공하는 것이다.
- [0009] 본 발명의 또 다른 목적은, 람부탄 껍질 등과 같은 천연과일 껍질이 함유하고 있는 다양한 항균성 물질을 통해 인체 건강에 유익하고 생체에 적합한 나노입자를 제조할 수 있는 산화아연 나노 분말 제조방법 및 이에 의해 제조되는 산화아연 나노 분말을 제공하는 것이다.
- [0010] 본 발명의 해결과제는 이상에서 언급된 것들에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 해결과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해되어 질 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명의 일 측면에 따르면, 산화아연 나노 분말을 제조하는 방법으로서, (a) 천연과일 껍질로부터 껍질 추출물을 준비하는 단계; 및 (b) 상기 껍질 추출물을 질산아연 수용액에 첨가하여 산화아연 나노 분말을 제조하는 단계를 포함하는 산화아연 나노 분말 제조방법이 제공될 수 있다.
- [0012] 상기 (b)단계는, (b1) 상기 질산아연 수용액에 상기 껍질 추출물을 혼합하여 혼합물을 생성하는 단계; (b2) 상기 혼합물을 교반하여 수산화 아연 침전물을 생성하는 단계; 및 (b3) 상기 수산화 아연 침전물을 하소(calcination)하여 산화아연 나노 분말을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0013] 상기 (b2)단계와 상기 (b3)단계 사이에는, (b25) 상기 수산화 아연 침전물이 생성된 상기 혼합물을 복수회 원심 분리하여 수산화 아연 침전물을 수집하는 단계가 더 마련될 수 있다.
- [0014] 상기 (b25)단계는, (b251) 상기 (b2)단계의 상기 수산화 아연 침전물이 생성된 상기 혼합물을 1차 원심분리하여 상기 수산화 아연 침전물을 수집하는 단계; (b252) 상기 (b251)단계에서 수집된 상기 수산화 아연 침전물을 세척하는 단계; 및 (b253) 상기 세척된 수산화 아연 침전물을 2차 원심분리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0015] 상기 (b)단계에서, 상기 껍질 추출물은 질산아연을 환원시키는 과정에서 천연 환원제로 사용될 수 있다.
- [0016] 상기 (a)단계는, (a1) 천연과일 껍질을 절개한 후 건조하는 단계; (a2) 상기 건조된 천연과일 껍질을 에탄올과 이중 증류수의 혼합물에 삶는 단계; 및 (a3) 상기 (a2)단계에서 얻어진 추출물을 필터를 통해 여과한 후 수집하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0017] 상기 천연과일 껍질은 일정 이상의 폴리페놀 함량을 갖는 것이 바람직하다.
- [0018] 상기 천연과일은 람부탄일 수 있다.

발명의 효과

- [0019] 본 발명에 따르면, 화학적인 합성법을 적용하지 않고 람부탄 등과 같이 폴리페놀 함량이 높은 천연과일 껍질 추출물인 친환경 재료를 사용하여 친환경적인 합성법으로 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있다.
- [0020] 또한, 기존에는 폐기되었던 람부탄 껍질 등과 같은 천연과일 껍질을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조함으로써 폐기 자원을 재활용하여 사용할 수 있는 경제적인 이점이 있다.
- [0021] 또한, 람부탄 껍질 등과 같은 천연과일 껍질이 함유하고 있는 다양한 항균성 물질을 통해 인체 건강에 유익하고 생체에 적합한 나노입자를 제조할 수 있다.
- [0022] 본 발명의 효과는 이상에서 언급된 것들에 한정되지 않으며, 언급되지 아니한 다른 효과들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해되어 질 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 나타내는 순서도이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 나타내는 도면이다.

도 3은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있는 메커니즘을 나타내는 도면이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 XRD 스펙트럼을 나타낸 도표이다.

도 5는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정을 다른 배율로 나타낸 SEM 이미지이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 입자 크기 분포도이다($X_{10}=401$, $X_{50}=447$ and $X_{90}=482$).

도 7은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 AFM 이미지 (2D)를 나타낸 도표이다.

도 8은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 AFM 이미지 (3D)를 나타낸 도표이다.

도 9는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정으로 처리되지 않은 섬유(a_1 , a_2)(500 μ m, 100 μ m)와, 처리된 섬유(b_1 , b_2 , b_3)(500 μ m, 100 μ m, 30 μ m)의 SEM 이미지이다.

도 10은 산화아연 나노 결정이 처리되지 않은 무명 섬유의 EDX 이미지를 나타낸 도표이다.

도 11은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정이 처리된 무명 섬유의 EDX 이미지를 나타낸 도표이다.

도 12는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정으로 처리된 무명 섬유, 처리되지 않은 무명 섬유, 일반적인 나노 산화아연, 표준 항생제의 대장균과 황색포도당상구균에 대한 항균활동을 나타낸 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 더욱 상세히 설명하기로 한다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다. 도면상에서 동일 부호는 동일한 요소를 지칭한다.
- [0025] 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법(이하, '제조방법'이라 함)은, 기존의 화학적인 합성법을 적용하지 않고 친환경 재료를 사용한 친환경적인 합성법을 사용하여 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있을 뿐만 아니라, 생체적합성 및 항균성이 우수한 산화아연 나노 분말을 제조하도록 마련된다.
- [0026] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 나타내는 순서도이고, 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 나타내는 도면이며, 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있는 메커니즘을 나타내는 도면이다.
- [0027] 도 1 내지 도 3에 도시한 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 제조방법은, 천연과일 껍질로부터 껍질 추출물을 준비하는 단계(S100)와, 껍질 추출물을 질산아연 수용액에 첨가하여 산화아연 나노 분말을 제조하는 단계(S200)를 포함한다.
- [0028] 먼저, 전처리 공정으로서, 천연과일 껍질로부터 껍질 추출물을 준비한다(S100).
- [0029] 구체적으로, S100단계는, 천연과일 껍질을 절개한 후 건조하는 단계(S110)와, 건조된 천연과일 껍질을 에탄올과 이중 증류수의 혼합물에 삶는 단계(S120)와, S120단계에서 얻어진 추출물을 필터를 통해 여과한 후 수집하는 단계(S130)를 포함한다.
- [0030] 본 실시예에서, 천연과일 껍질은 일정 이상의 폴리페놀(polyphenol) 함량을 갖는 것이 바람직하다.
- [0031] 이러한 폴리페놀은 후술하는 바와 같이 금속염이 가수분해하는데 필수적인 요소로서, 천연과일 껍질을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조하기 위해서는 천연과일 껍질이 충분한 폴리페놀 함량을 갖는 것이 요구된다.
- [0032] 아래에서 다시 설명하겠지만, 산화아연 나노 분말을 형성하기 위해 질산아연을 환원시키는 처리 과정에서, 본

실시예는 화학적 환원제 대신에 천연과일 껍질 추출물을 환원제로 사용한다.

- [0033] 따라서, 본 실시예는, 직접 식용 또는 음용 제품 등의 제조 후 폐기되는 과일 껍질을 산화아연 나노 분말을 제조하는 용도로 재활용하는 것이 가능하게 되며, 합성과정에서 어떠한 유독성 화학물질도 사용하지 않기 때문에 친환경적인 합성법으로 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있는 이점이 있다.
- [0034] 본 실시예에서, 천연과일 껍질 추출물은 람부탄 껍질 추출물(rambutan peels extract)인 것이 바람직하다.
- [0035] 람부탄은 쌍떡잎식물 무환자나무목 무환자나무과의 상록교목으로서, 말레이시아가 원산지이고, 높이는 10~15m이다. 잎은 어긋나고 5~7쌍으로 된 깃꼴겹잎이며 두껍고 광택이 있다. 어릴 때는 잎 뒷면에 털이 있다. 꽃은 4~6월에 노란빛을 띤 녹색으로 피고 암수딴그루 또는 잡성화이며 원추꽃차례를 이루며 달린다. 꽃받침조각과 꽃잎은 5개이다. 수술대는 서로 떨어져 있으며 털이 있다. 씨방은 상위(上位)이다.
- [0036] 또한, 열매는 타원 모양이며 10~12개씩 모여 달리고 작은 달걀만한 크기이며 7~8월에 붉은 색으로 익고 길고 부드러운 돌기로 덮여 있다. 종자에 배젓이 없다. 람부탄이란 말레이시아어로 털이 있는 열매라는 뜻인데, 돌기로 덮인 모양 때문에 생긴 이름이다. 열대지방의 중요한 과일로서, 과육은 흰색이고 과즙이 많으며 달고 신맛이 있다. 나무 껍질과 뿌리는 치약으로 사용한다.
- [0037] 이러한 람부탄 껍질에는 전술한 바와 같이 금속염이 가수분해하는데 필수적인 요소인 폴리페놀이 높은 함량으로 있기 때문에, 산화아연 나노 분말을 질산아연으로 환원처리하는 과정에서 천연 환원제로서 사용하기에 적합하다.
- [0038] 또한, 폐기된 람부탄 껍질은 강력한 석탄산의 산화방지제를 함유하고 있다. 구체적으로, 람부탄 껍질 안에 존재하는 주된 성분인 엘라그 산(Ellagic acid), 코릴라진(corilagin), geranin, 엘라지타닌(ellagitannins) 들은 항산화, 항바이러스, 항 돌연변이, 항암 기능을 가지고 있으며 유방 및 식도, 피부, 결장, 전립선과 췌장 등에서 암세포 활동을 억제하는 역할을 하는 것으로 보고되고 있다. 따라서, 람부탄 껍질 추출물로 합성하여 제조되는 산화아연 나노 분말에는 전술한 성분들이 표면에 흡착된 상태를 가지며, 이러한 흡착 성분들은 산화아연 나노 분말에 항균성을 부여하며 생체적합성도 우수하게 한다.
- [0039] 다음, 후처리 공정으로서, S100단계에서 얻어진 껍질 추출물, 즉, 람부탄 껍질 추출물을 질산아연 수용액에 첨가하여 산화아연 나노 분말을 제조한다(S200).
- [0040] 도 1 내지 도 3에 도시한 바와 같이, S200단계는, 질산아연 수용액에 껍질 추출물을 혼합하여 혼합물을 생성하는 단계(S210)와, 혼합물을 충분히 교반하여 수산화 아연 침전물을 생성하는 단계(S220)와, 수산화 아연 침전물이 생성된 혼합물을 복수회 원심분리하여 수산화 아연 침전물을 분리 수집하는 단계(S230)와, 수산화 아연 침전물을 하소(calcination)하여 산화아연 나노 분말을 형성하는 단계(S240)를 포함한다.
- [0041] 본 실시예에서, 람부탄 껍질 추출물은 질산아연을 환원시키는 과정에서 화학적 환원제 대신에 천연 환원제로 사용되고, 후술하는 수산화 아연의 침전을 위한 침전제로 사용된다.
- [0042] 도 1 내지 도 3에 도시한 바와 같이, S210단계에서는, 먼저 람부탄 껍질 추출물과 고형물인 질산아연을 준비하고, 이를 혼합하여 착체 형성(complex formation)시킨다. 이러한 착체 형성 과정에 의해 Zinc-ellagate complex가 생성된다.
- [0043] 다음, S220단계에서는, S210단계에서의 혼합물을 교반하여 수산화 아연 침전물을 생성한다.
- [0044] 구체적으로, S210단계에서 생성된 Zinc-ellagate complex를 교반시킴으로써 가수분해에 의한 침전(precipitation by hydrolysis) 반응을 유도하여 수산화 아연 침전물(zinc hydroxide precipitate)을 생성한다. 이때 수산화 아연 침전물의 표면에는 엘라그 산이 흡착되어 있는 상태를 가진다.
- [0045] 다음, S230단계에서는, 수산화 아연 침전물이 생성된 혼합물을 복수회 원심분리하여 수산화 아연 침전물을 분리 수집한다.
- [0046] 구체적으로, S230단계는, S220단계의 수산화 아연 침전물이 생성된 혼합물을 1차 원심분리하여 수산화 아연 침전물을 수집하는 단계(S231)와, S231단계에서 수집된 수산화 아연 침전물을 세척하는 단계(S232)와, 세척된 수산화 아연 침전물을 2차 원심분리하는 단계(S233)를 포함한다.
- [0047] 먼저, S231단계에서는, S220단계를 통해 교반 후 생성된 혼합물(흰색의 수산화 아연 침전물이 침전된 상태)을 대략 9,000 내지 11,000rpm으로 8분 내지 12분 동안 원심분리하여 수산화 아연 침전물을 혼합물로부터 분리하여

수집할 수 있다.

- [0048] 이어서, S232단계에서는 분리된 수산화 아연 침전물을 물 등을 이용하여 세척한다. 이어서, S233단계에서는, S232단계에서 세척된 수산화 아연 침전물을 2차 원심분리한다. 2차 원심분리는 앞선 1차 원심분리와 유사한 속도 및 시간 동안 행해질 수 있다.
- [0049] S220단계를 통해 교반 후 생성된 혼합물에는 많은 유기물이 포함되어 있으며, 상기 유기물은 후속 반응에서 영향을 줄 수 있으므로, 1차 원심분리에 의하여 분리된 유기물 등의 불순물을 분리하고, 세척을 통하여 유기물 농도를 낮춘 후, 2차 원심분리를 하면 유기물 및 불순물 분리의 효율성을 높일 수 있다.
- [0050] 다음, S240단계에서는 S230단계를 통해 분리된 수산화 아연 침전물을 하소(calcination)하여 산화아연 나노 분말을 형성한다.
- [0051] 구체적으로, S240단계에서는, 분리된 수산화 아연 침전물을 열처리하여 건조시킨 후 적절한 분쇄도구를 이용하여 분쇄한다. 이후, 분쇄된 수산화 아연 침전물을 대략 400 내지 500℃의 온도 범위에서 하소하여 1 내지 500nm의 입자 크기를 갖는 산화아연 나노 분말을 생성할 수 있다.
- [0052] 정리하자면, 본 실시예는, 람부탄 껍질 폐기물로부터 얻은 추출물을 이용한 나노입자 합성법으로서, 기존에는 폐기되었던 람부탄 껍질을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조함으로써 폐기 자원을 재활용하여 사용할 수 있는 경제적이고 친환경적인 이점이 있다. 또한, 본 실시예는, 유독성 화학물질을 사용하지 않기 때문에 친환경적인 합성법으로 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있으며, 구체적으로 람부탄 껍질이 함유하고 있는 다양한 항균성 물질을 통해 인체 건강에 유익하도록 하며 생체에 적합한 나노입자를 제조할 수 있다.
- [0053] 덧붙이자면, 본 실시예는, 람부탄 껍질에 함유되어 있는 항산화, 항바이러스, 항 돌연변이, 항암기능 등을 갖는 물질로 인해 제조 완료된 산화아연 나노 분말에도 이러한 기능을 갖는 물질이 표면 흡착된 상태를 가짐으로써, 일정 이상의 항균성을 가지며 생체적합성이 우수한 산화아연 나노 분말을 제조할 수 있다.
- [0054] 일 예로, 본 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노 분말은 시트르산(citric acid), 라우릴유산소다(sodium lauryl sulphate), 에탄올(ethanol) 등을 이용하여 섬유 가닥에 표면 코팅될 수 있으며, 이때 산화아연 나노 분말이 표면 코팅된 섬유는 산화아연 나노 분말의 특성인 일정 이상의 항균성을 갖게 된다.
- [0055] 이하 실시예 및 시험예에 의거 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.
- [0056] 실시예 : 람부탄 껍질 추출물을 이용하여 산화아연 나노 분말을 제조
- [0057] 손으로 분리한 람부탄 과일 껍질을 흐르는 물로 철저히 세척하였고, 이후 작은 조각으로 절개한 후, 50℃의 순환 오븐에 넣어 완전 건조시켰다.
- [0058] 완전 건조된 람부탄 껍질 3g을 에탄올과 이중 증류수의 혼합물(1:2 비율)에 10분 동안 삶았다.
- [0059] 이와 같은 삶는 과정을 통해 얻어진 추출물을 Whatman No.1 필터를 통해 여과하고 여과된 액체 250ml를 삼각 플라스크에 수집한 후 냉장 보관하였다.
- [0060] 수산화 아연 침전물을 생성하기 위해 0.1 몰의 질산아연을 50ml 이중 증류수에 준비하였고, 10ml의 람부탄 껍질 추출물을 두 시간 동안 80℃에서 자기교반하는 용액에 천천히 떨어뜨렸다.
- [0061] 진술한 바와 같이 충분한 시간 동안 혼합용액을 교반한 후, 10,000rpm에서 10분 동안 원심분리하여 흰색의 수산화 아연 침전물을 수집하였다.
- [0062] 이어서 원심분리된 분말(수산화 아연 침전물)을 물로 세척하고, 다시 10분 동안 5,000rpm에서 원심분리하였다.
- [0063] 원심분리 방식을 통해 분리된 흰색의 수산화 아연 침전물을 40℃의 오븐에서 8시간 동안 건조시켰고, 막자와 사발을 이용하여 갈았다.
- [0064] 이후, 산화아연 나노 분말을 얻기 위해, 450℃의 머플로(muffle furnace)에서 그 시료 분말을 하소(물질을 고온으로 가열하여 그 휘발성분의 일부 또는 전부를 제거하는 조작)시켰다.

- [0065] 이러한 과정을 통해 1 내지 500nm의 입자 크기를 갖는 산화아연 나노 분말을 제조하였다.
- [0066] 비교예 1 : 일반적인 나노 산화아연을 준비
- [0067] 일반적인 나노 아연(Aldrich, 50nm) 분말을 준비하였으며, 이를 비교예 1로 하였다.
- [0068] 비교예 2 : 표준 항생제 준비
- [0069] 양성 대조군(Himedia)과 같은 표준 항생제를 준비하였으며, 이를 비교예 2로 하였다.
- [0070] 나노-클러스터 형태의 ZnO 존재 확인
- [0071] 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 XRD 스펙트럼을 나타낸 도표이다.
- [0072] 도 4에는 $2\theta = 31.71^\circ, 34.38^\circ, 36.21^\circ, 47.52^\circ, 56.54^\circ, 62.84^\circ, 67.95^\circ, 69.05^\circ$ 에서 별개의 회절 피크는 산화아연의 육각형 결정 평면에 (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112), (201)로 할당되어 있는 것이 도시되어 있다.
- [0073] 도 4에서 보여지는 예리한 회절피크의 위치는 산화아연 결정면 피크와 일치한다. 따라서 제조된 산화아연 분말은 대부분이 다른 불순물의 함량이 작은 결정질 산화아연 이라는 것을 나타낸다.
- [0074] 산화아연 나노 분말 결정의 형태 및 구조 확인
- [0075] 도 5는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정을 다른 배율로 나타낸 SEM 이미지이고, 도 6은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 입자 크기 분포도이다($X_{10}=401$, $X_{50}=447$ and $X_{90}=482$).
- [0076] 도 5의 a, b 이미지를 살펴보면, 산화아연 나노 분말의 결정 구조는 바늘과 같은 구조에서 일부 비 균일한 분포를 나타내는 것을 확인할 수 있다. 덩어리 형태와 같은 바늘은 대략 450nm의 평균 지름과 5 μ m의 평균 길이를 갖는 것을 확인할 수 있다.
- [0077] 도 6을 살펴보면, 본 발명의 일 예에 따라 제조된 산화아연 나노 분말의 평균 사이즈 분포는 447nm인 것을 확인할 수 있었다($d_{10\%}=401\text{nm}$, $d_{50\%}=447\text{nm}$, $d_{90\%}=482\text{nm}$).
- [0078] 도 7은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 AFM 이미지(2D)를 나타낸 도표이다. 도 8은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정의 AFM 이미지(3D)를 나타낸 도표이다.
- [0079] 도 6의 2D 이미지를 살펴보면, 본 발명의 실시예에 따라 제조된 산화아연 나노 분말 결정이 바늘 형태 구조를 갖는지 명확하게 관찰되지 않지만, 도 7의 3D 이미지를 살펴보면, 본 발명의 실시예에 따라 제조된 산화아연 나노 분말 결정의 대부분이 바늘형태 구조, 매끄러운 표면 및 조밀한 구조로 이루어지는 것이 관찰되었다.
- [0080] 아연 이온의 존재 확인
- [0081] 도 9는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정으로 처리되지 않은 섬유(a_1, a_2)(500 μ m, 100 μ m)와, 처리된 섬유(b_1, b_2, b_3)(500 μ m, 100 μ m, 30 μ m)의 SEM 이미지이다.
- [0082] 도 10은 산화아연 나노 결정이 처리되지 않은 무명 섬유의 EDX 이미지를 나타낸 도표이다. 도 11은 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정이 처리된 무명 섬유의 EDX 이미지를 나타낸 도표이다.
- [0083] 도 9를 살펴보면, 섬유의 표면으로의 산화아연 나노결정의 도입으로 인해 산화아연 나노결정이 처리된 섬유와

처리되지 않은 섬유 사이에 명확한 차이가 나타남을 알 수 있다.

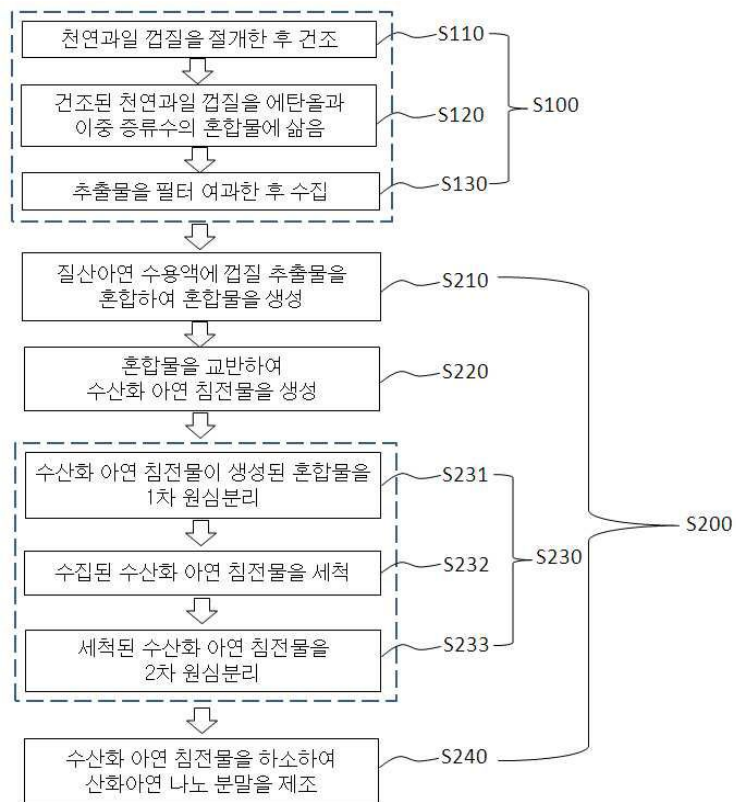
- [0084] 또한, 도 10을 살펴보면, 산화아연 나노 결정이 처리되지 않은 무명 섬유에는 특히 아연 이온과 같은 어떠한 특성 물질의 존재가 나타나지 않는 것을 명확히 확인할 수 있었다. 반면에, 도 11을 살펴보면, 본 발명의 실시예를 통해 제조된 산화아연 나노 분말이 처리된 무명 섬유의 표면에 아연 이온이 나타나는 것을 명확히 확인할 수 있었다.
- [0085] 항균활동 시험
- [0086] 도 12는 본 발명의 실시예에 따른 산화아연 나노 분말 제조방법을 통해 제조된 산화아연 나노결정으로 처리된 무명 섬유(실시예 적용), 처리되지 않은 무명 섬유, 일반적인 나노 산화아연(비교예 1), 표준 항생제(비교예 2)의 대장균과 황색포도당상구균에 대한 항균활동을 나타낸 사진이다.
- [0087] 항균활동 시험에 대해 구체적으로 설명하면, 항균 활동에 대한 시험 미생물로서 대장균(E.coli)과 황색포도당상구균(S.aureus)을 사용하였다. 준비된 산화아연 나노 결정의 항균 활동은 효능을 검사하기 위해 일반적인 나노 아연(Aldrich, 50nm)과 양성 대조군(Himedia)과 같은 표준 항생제와 같은 2개의 다른 대조군을 사용하여 비교하였다.
- [0088] 산화아연 나노결정이 코팅된 섬유의 항균성을 조사하기 위해, 디스크 확산법(disk diffusion method)을 사용하였으며, 이러한 방법은 코팅된 입자의 확산을 방지하고 탁도로 인한 방해를 방지하기 위한 적절하고 적합한 방법이다.
- [0089] 본 발명의 일 예에 따라 준비된 박테리아의 성장을 억제하는 산화아연 나노결정의 능력은 2개의 대조군과 디스크 확산법을 함께 사용하여 테스트하였다. 본 발명의 일예에 따라 준비된 산화아연 나노결정의 항균 활동은 상기 대조군에 대한 억제 영역을 측정하여 평가하였다. 억제 영역은 상기 미생물에 대한 산화아연 나노결정의 억제 효과를 측정하는 반면에 박테리아 성장은 제균(bacteriostatic) 효과로 인해 중지되었다.
- [0090] 도 12의 a, b는 산화아연 나노 결정이 처리되지 않은 섬유의 항균 활동을 나타내고, c, d는 산화아연 나노 결정이 처리된 섬유의 항균 활동을 나타낸다. 또한, 도 12의 e, f는 일반적인 산화아연 (Aldrich, 50nm)(비교예 1) 처리된 섬유의 항균 활동을 나타낸다. 도 12의 g, h는 표준 항생제(비교예 2)의 항균 활동을 나타낸다.
- [0091] 도 12의 a,b의 대조 섬유는 억제 사인(sign)을 나타내지 않음을 나타내지만, 이에 반해 도 12의 c,d를 살펴보면 산화아연 나노결정이 처리된 섬유 주변에 억제 영역이 명확히 나타남을 확인할 수 있다.
- [0092] 본 발명을 첨부 도면과 전술된 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였으나, 본 발명은 그에 한정되지 않으며, 후술되는 특허청구범위에 의해 한정된다. 따라서, 본 기술분야의 통상의 지식을 가진 자라면 후술되는 특허청구범위의 기술적 사상에서 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 변형 및 수정할 수 있다.

부호의 설명

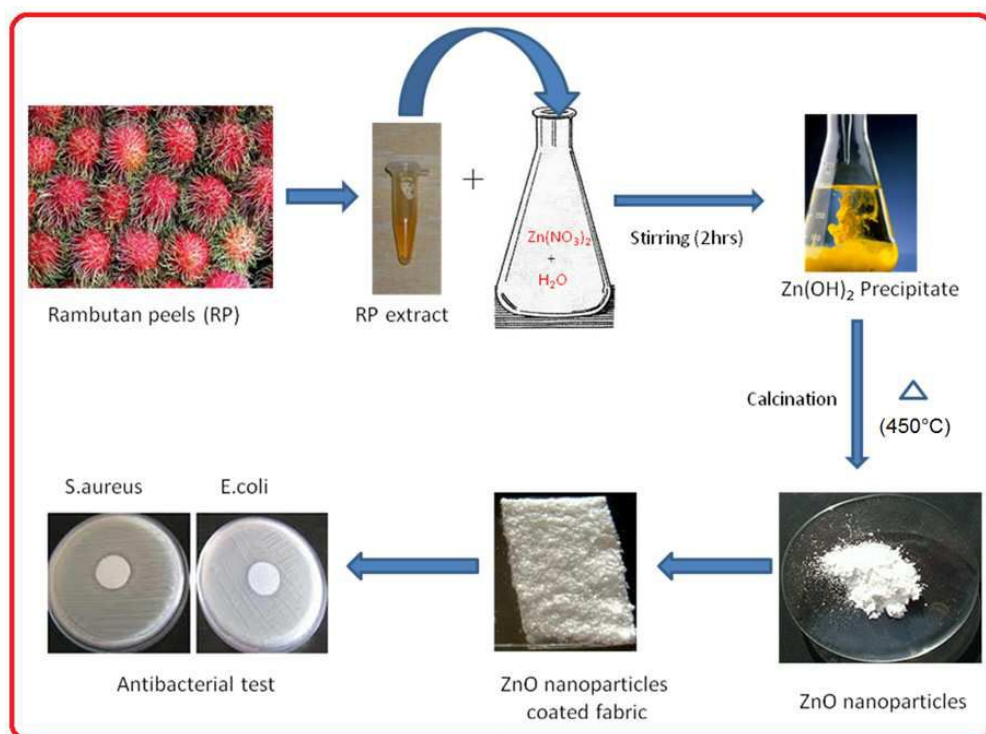
- [0093] S100: 껍질 추출물 준비 단계 S200: 산화아연 나노분말 제조단계

도면

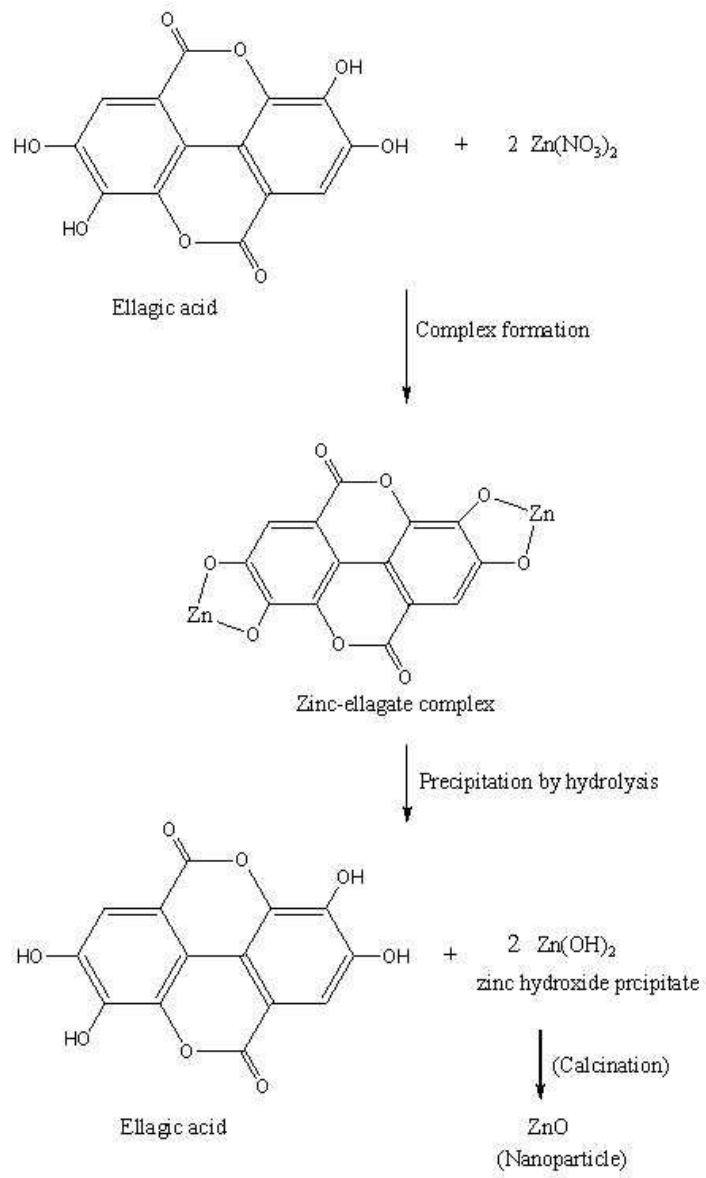
도면1



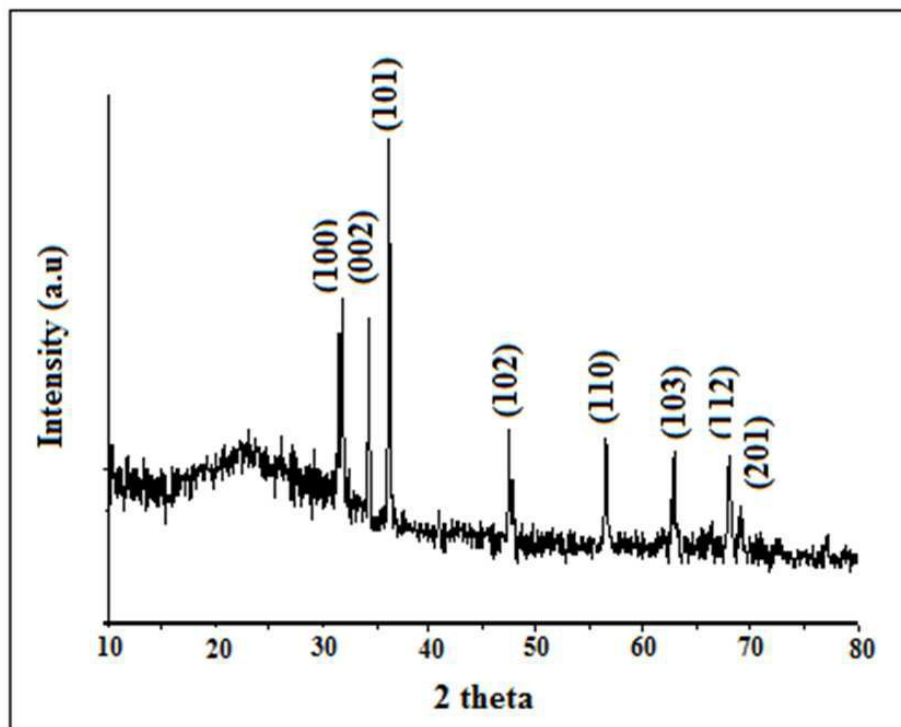
도면2



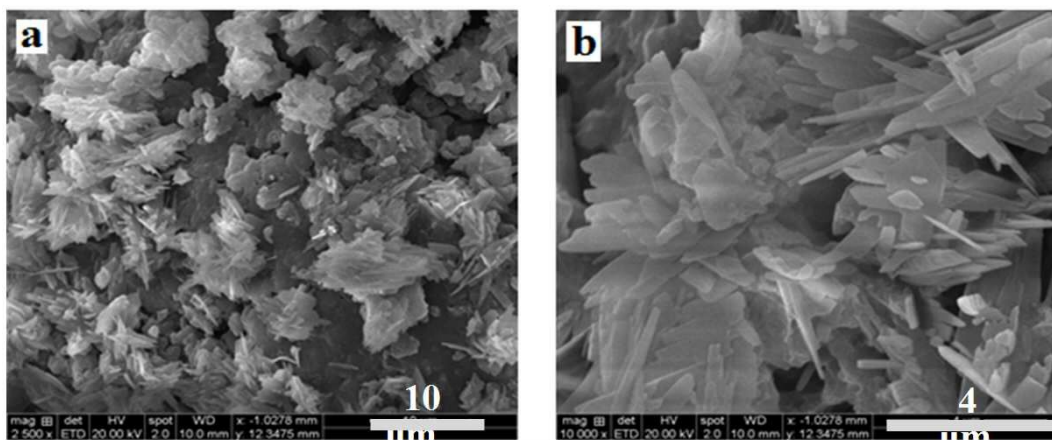
도면3



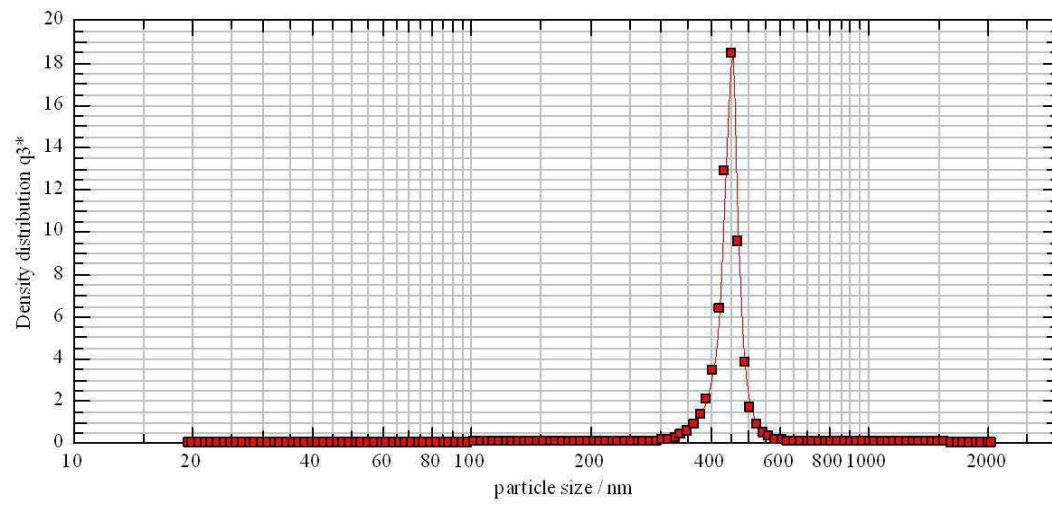
도면4



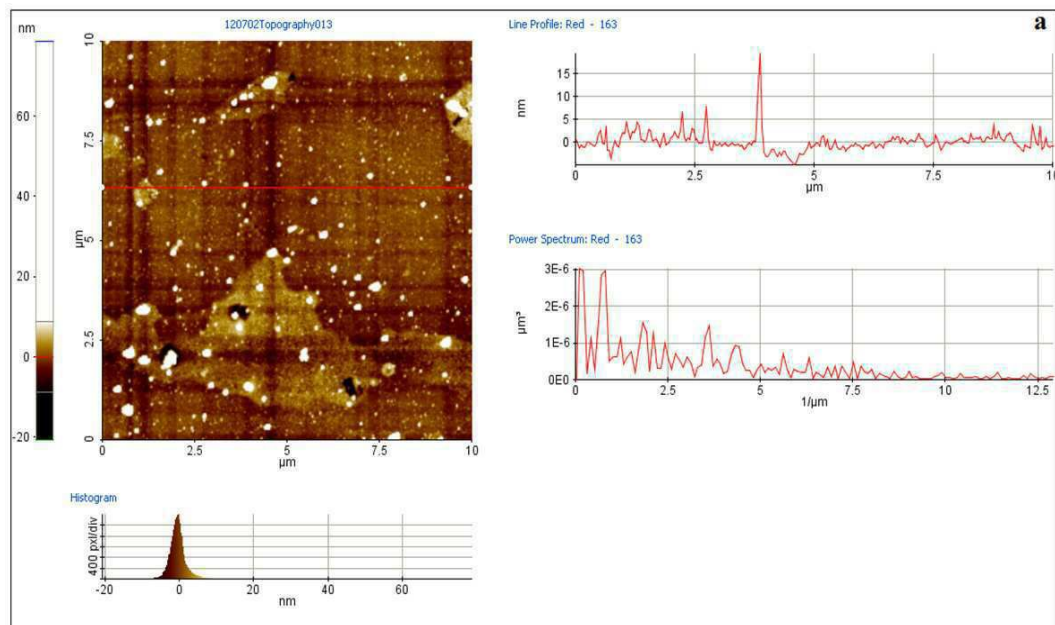
도면5



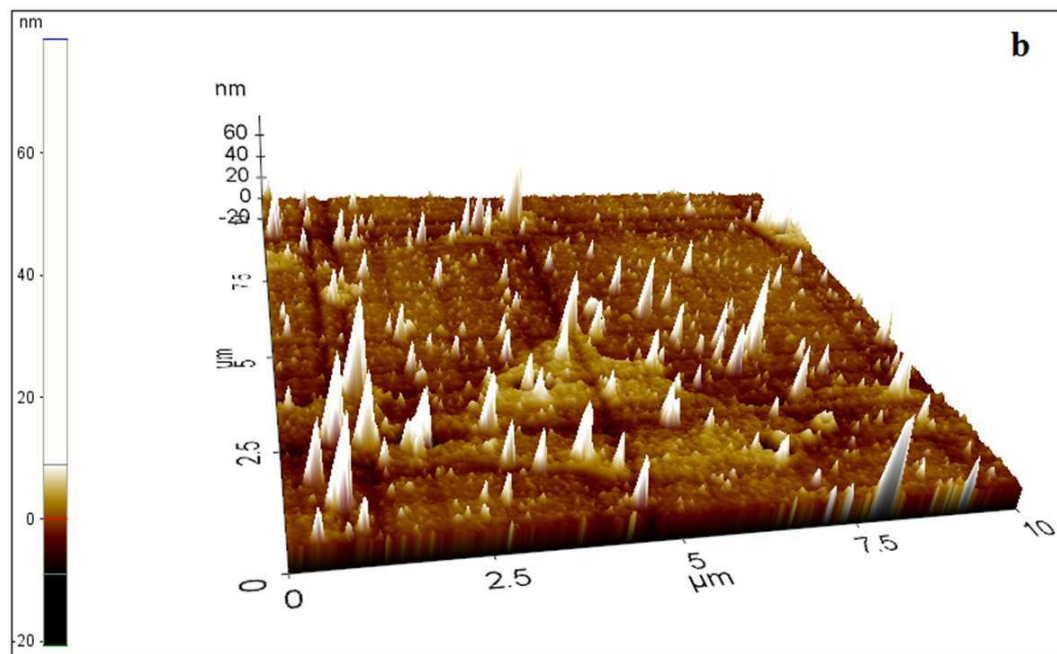
도면6



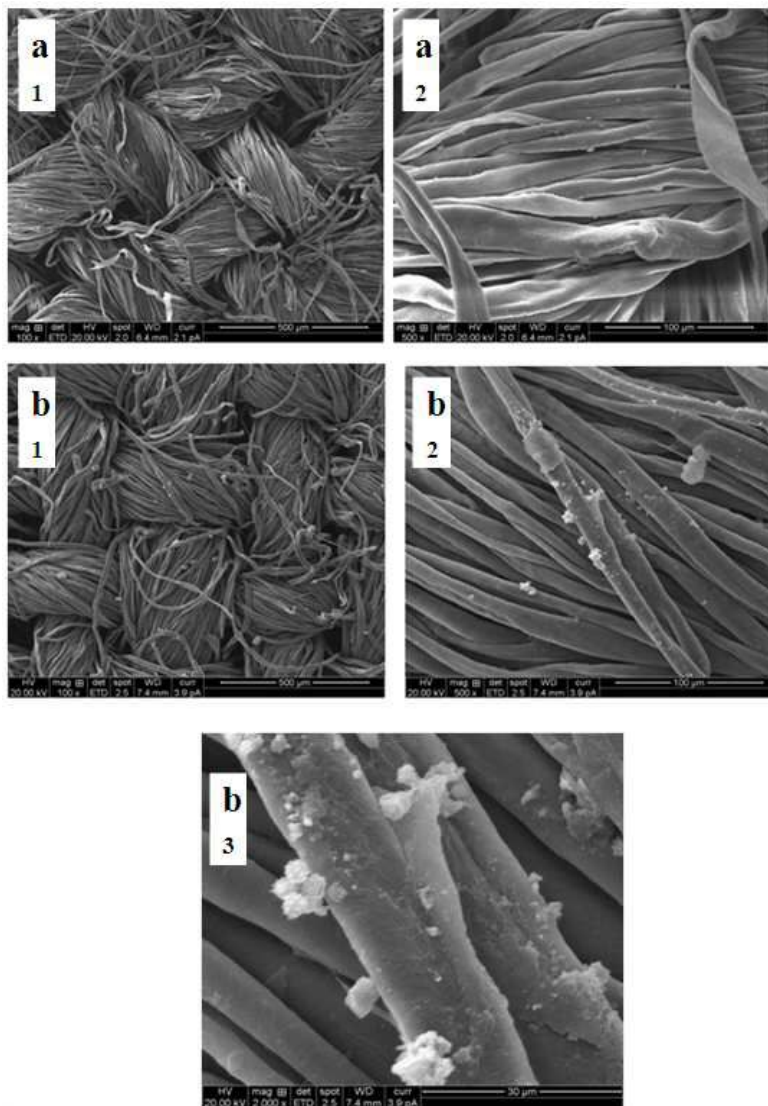
도면7



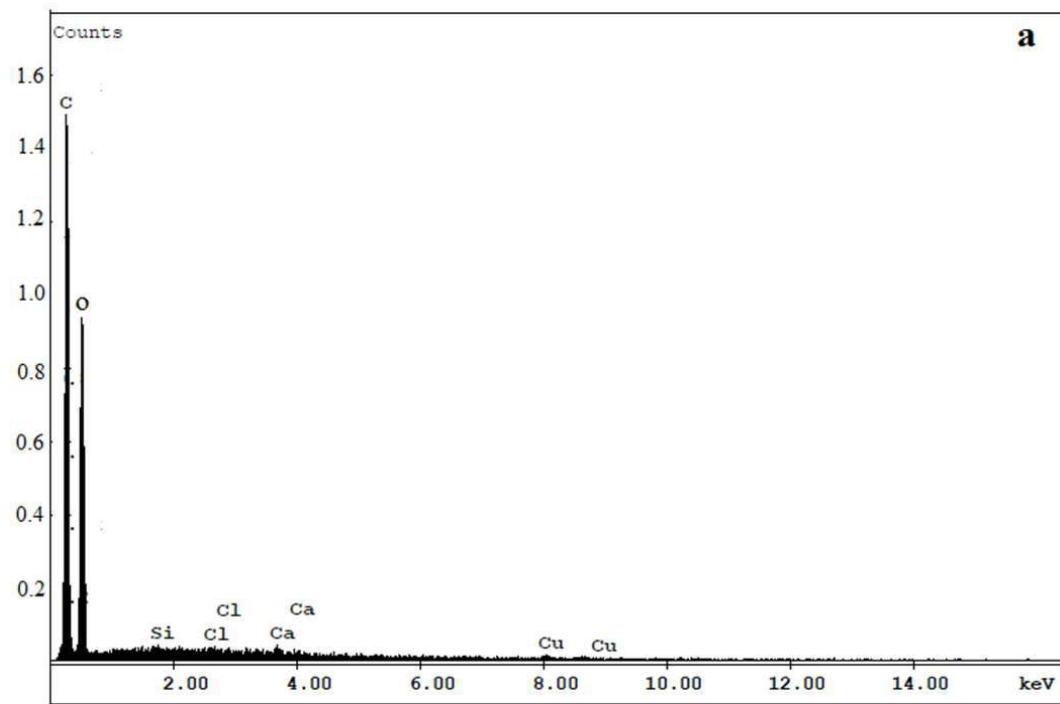
도면8



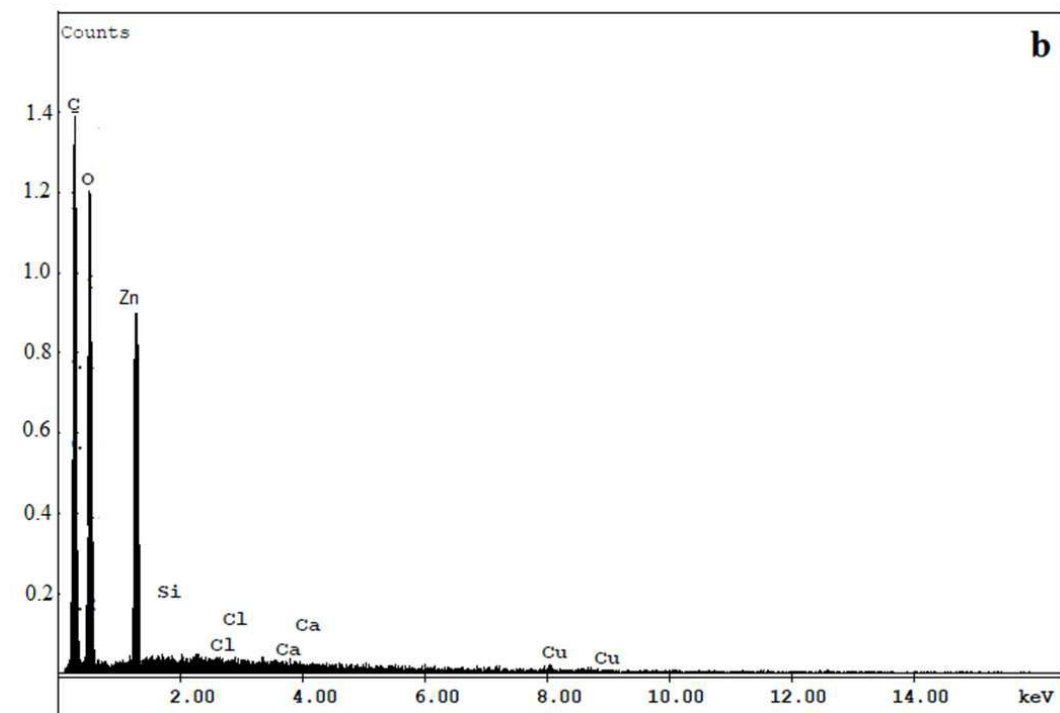
도면9



도면10



도면11



도면12

