



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0039979
(43) 공개일자 2009년04월23일

(51) Int. Cl.

B01D 15/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0105505

(22) 출원일자 2007년10월19일

심사청구일자 2007년10월19일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천 남구 용현동 253 인하대학교

(72) 발명자

구윤모

인천 남구 용현동 253 인하대학교 2남 117호

이주원

인천 부평구 부평2동 673-20

김진일

인천 서구 가좌2동 30-38

(74) 대리인

이원희

전체 청구항 수 : 총 3 항

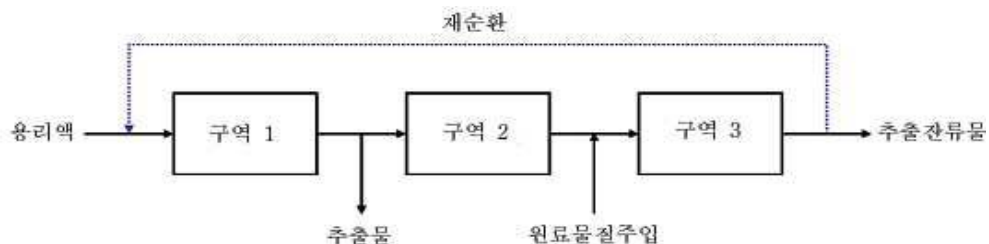
(54) 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정방법

(57) 요약

본 발명은 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 이동상의 한 순환에 있어서 구역 1에 용리액을 주입한 후 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 1에서 용리액에 의해 탈착되어 추출물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 1); 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 구역 2에서 용리액에 의해 탈착되는 단계(단계 2); 원료물질을 주입한 후, 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 3에서 고정상에 흡착되는 단계(단계 3); 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 추출 잔류물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 4); 및 상기 단계 4에서 배출되고 남은 잔류 이동상을 단계 1로 재순환하는 단계(단계 5)를 포함하는 3구역 모사이동층 공정방법에 관한 것이다.

본 발명은 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 재순환 공정을 추가함으로써, 앞부분 재순환 공정을 적용한 경우는 목적 산물의 순도 및 농축도 의 측면에서, 뒷부분 재순환 공정을 적용한 경우는 목적 산물의 순도, 수율 및 농축도의 측면에서 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 비해 향상된 결과를 보였고, 또한 양자 모두에서 이동상 소모량이 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 비해 감소되는 결과를 보였다.

대표도 - 도6



특허청구의 범위

청구항 1

이동상의 한 순환에 있어서 구역 1에 용리액을 주입한 후 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 1에서 용리액에 의해 탈착되어 추출물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 1);

원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 구역 2에서 용리액에 의해 탈착되는 단계(단계 2);

원료물질을 주입한 후, 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 3에서 고정상에 흡착되는 단계(단계 3);

원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 추출 잔류물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 4); 및

상기 단계 4에서 배출되고 남은 이동상을 단계 1로 재순환하는 단계(단계 5)를 포함하는 3구역 모사이동층 공정 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 이동상의 한 순환 내에 포트의 한 교환 시간을 이분하여 그 앞부분 또는 뒷부분에 대해서 단계 5의 재순환을 선택적으로 수행하는 것을 특징으로 하는 3구역 모사이동층 공정 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 한 교환 시간의 앞부분과 뒷부분의 비율은 추출 잔류물 용출포트의 농도 그래프를 기준으로 한 교환시간의 시작부터 추출 잔류물이 용출되는 부분과 그 이후부터 한 교환시간의 마지막 부분으로 이분되는 것을 특징으로 하는 3구역 모사이동층 공정 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정방법(method of three-zone simulated moving bed process using partial recycle)에 관한 것으로서, 종래의 3 구역 모사이동층 공정의 효율을 향상시키기 위하여 부분 재순환을 이용하는 3구역 모사이동층 공정방법을 제공한다.

배경 기술

- <2> 본 발명은 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정방법에 관한 것으로서, 3 구역 모사이동층 공정은 크로마토그래피의 일종이다. 크로마토그래피는 복잡한 혼합물을 구성하고 있는 유사한 성분을 분리할 수 있는 분리법으로 혼합된 시료성분이 분리관(column)의 고정상(stationary Phase)과 이동상(mobile Phase)의 흡착작용, 분배작용, 이온교환작용, 분자크기 배제작용 등의 작용에 의해 각각 단일 성분으로 분리시킬 수 있다. 이와 같은 크로마토그래피를 사용한 혼합물의 분리는 다른 분리 방법에 비해 낮은 에너지를 사용하는 장점이 있으며, 특히 상온에서 분리가 주로 이루어져 열에 민감한 물질의 분리(의약품 및 생약제제 등)에 특히 적합하다.
- <3> 산업현장에서 주로 사용하고 있는 크로마토그래피는 회분식 크로마토그래피이다. 회분식 크로마토그래피는 컬럼(column)에 고정상(stationary phase)인 흡착제를 채워놓고 이동상(mobile phase)을 하나의 유입포트로 주입하고 고정상의 빈 공간들을 지나 하나의 유출포트로 배출시킴으로써 이동상에 있는 여러 성분들이 흡착제와 상호작용을 통하여 진행속도에 차이를 유발시켜 유출포트까지 도달되는 단일성분들의 시간에 대한 차이를 이용하여 혼합물을 분리한다.
- <4> 상기 회분식 크로마토그래피는 간단한 장치구조를 이용하여 쉽게 혼합물을 분리시킬 수 있는 장점이 있으나 컬럼내의 액상의 조성이 시간에 따라 주기적으로 변하게 되므로 컬럼내에서 고정상의 비효율적인 이용과 많은 양의 용매가 분리를 수행하기 위해 사용됨으로 인해 분리 대상 물질들의 회석과 고정상에 대한 친화력이 거의 비슷한 경우에는 고순도의 분리가 불가능하며 연속 운전이 불가능한 단점을 가지고 있다.
- <5> 따라서 상기 회분식 크로마토그래피의 단점들을 극복하여 상업적으로 중요한 분리공정의 응용을 위해 연속식 크로마토그래피의 개발이 필요하게 되었다. 이러한 연속식 크로마토그래피는 모사 이동층 공정(simulated moving

bed process; SMB)이 대표적이다.

- <6> 모사이동층 공정은 연속식 향류 분리 공정(continuous counter-current separation process) 중 하나로 주목을 받고 있다. 전통적 방식의 4 구역 모사이동층 공정은 회분식 공정(batch process 혹은 batch chromatography)의 단점을 극복하기 위해 고안된 참이동층(true moving bed; TMB) 공정의 작동 원리를 모사하여 보다 효율적인 운전을 가능케 하는 공정이다. 회분식 공정은 장치 설비의 단가가 비교적 저렴하고, 설치가 쉬운 장점을 가지고 있다. 반면에 비효율적인 운영 방식으로 흡착제 및 이동상의 사용률이 상대적으로 저조하고, 목적 산물의 순도와 수율을 동시에 달성하기가 상대적으로 어렵다. 회분식 공정은 도 1과 같다.
- <7> 참이동층 공정은 흡착제와 이동상의 흐름을 연속적인 향류로 하여 분리능을 증가시킨 기술이다. 회분식 공정에 비해 참이동층 공정은 목적 산물과 불순물 혹은 또 다른 목적 산물의 부분적인 분리 상태에서도 순도와 수율을 동시에 달성하는 것이 가능하지만, 장치가 비교적 복잡하고 흡착제의 기계적·물리적 마찰 및 파손, 이동상의 누출과 같은 문제가 발생하기 쉽다. 참이동층 공정의 모식도는 도 2에 나타내었다.
- <8> 일반적인 모사이동층 공정은 참이동층 공정의 흡착제를 4 구역(zone)으로 세분화하여 시료 및 이동상 유입포트와 추출물 및 추출 잔류물의 유출포트를 일정한 교환 시간마다 이동시켜 참이동층 공정의 작동 원리를 모사한 공정이다.(도 3 참조) 전통적 방식의 4 구역 모사이동층 공정은 각 구역마다 일정 숫자의 컬럼으로 구성되고, 각 컬럼은 적합한 분리능을 보이는 흡착제(또는 충전제)로 충전된다.
- <9> 3 구역 모사이동층 공정은 전통적 방식의 4 구역 모사이동층 공정에서 구역 4를 삭제한 공정이다.(도 4 참조) 컬럼의 수가 4 구역 모사이동층 공정에 비해 적기 때문에, 흡착제에 소요되는 비용이 상대적으로 높은 경우에 적합하다.
- <10> 또한, 추출 잔류물에 의한 추출물의 오염이 우려되는 경우에 쉽게 적용될 수 있는 장점을 가지고 있으므로, 전통적 방식의 4 구역 모사이동층 공정을 대체할 수 있다.
- <11> 상기와 같은 3 구역 모사이동층 공정은 4 구역 모사이동층 공정에 비해 비교적 간단한 장치 설비를 필요로 하고, 상대적으로 간단한 조업 방법을 보여준다. 그러나 전통적 방식의 4 구역 모사이동층 공정의 구역 4에서 수행되던 이동상 재생 과정이 생략되어 있으므로, 이동상의 소모가 크며, 추출 잔류물의 농축도가 낮아지게 된다. 이는 모사이동층 공정의 운전 및 목적 산물을 생산하는데 소요되는 비용의 증가를 초래하게 된다.
- <12> 종래의 3 구역 모사이동층 공정의 단점인 비효율적인 이동상 소모를 해결하기 위한 방법이 소개되었다. 3 구역 모사이동층 공정의 구역 3의 유출포트의 농도 그래프를 분석하여, 순수하거나 약간의 추출 잔류물 혹은 추출물을 포함한 이동상을 선택적으로 재순환시키는 방법이다. 이 방법은 모사이동층 공정의 한 교환 시간을 세 부분으로 나누어 중간 부분을 재순환시켜, 상대적으로 이동상의 소모가 큰 3 구역 모사이동층 공정의 단점을 극복하기 위한 것이다.
- <13> 이에 본 발명자들은 종래의 3 구역 모사이동층 공정의 단점인 비효율적인 이동상 소모를 줄이고, 추출 잔류물의 농축도를 증가시킬 뿐만 아니라, 추출 잔류물의 농도를 증가시킬 수 있는 방법을 알아내고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <14> 본 발명의 목적은 목적 산물의 순도, 농축도의 증가 및 이동상의 소모를 감소시켜 종래의 3 구역 모사이동층 공정의 조업을 보다 효율적으로 향상시킬 수 있는 부분 재순환을 이용하는 3 구역 모사이동층 공정방법을 제공하는데 있다.

과제 해결수단

- <15> 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정방법을 제공한다.

효 과

- <16> 본 발명에 의하면 부분 재순환을 이용한 3 구역 모사이동층 공정은 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 재순환 공정을 추가함으로써, 앞부분 재순환 공정을 적용한 경우는 목적 산물의 순도 및 농축도의 측면에서, 뒷부분 재순환 공정을 적용한 경우는 목적 산물의 순도, 수율 및 농축도의 측면에서 종래의 3구역 모사이동층 공정에 비해

향상된 결과를 보였고, 또한 양자 모두에서 이동상 소모량이 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 비해 감소되는 결과를 나타내었다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <17> 상기 목적을 달성하기 위해, 본 발명은 이동상의 한 순환에 있어서 구역 1에 용리액을 주입한 후 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 1에서 용리액에 의해 탈착되어 추출물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 1); 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 구역 2에서 용리액에 의해 탈착되는 단계(단계 2); 원료물질을 주입한 후, 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 3에서 고정상에 흡착되는 단계(단계 3); 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 추출잔류물 용출포트에서 배출되는 단계(단계 4); 및 상기 단계 4에서 배출되고 남은 이동상을 단계 1로 재순환하는 단계(단계 5)를 포함하는 3구역 모사이동층 공정방법을 제공한다.
- <18> 상기 단계 1 내지 5를 단계별로 더욱 구체적으로 설명한다.
- <19> 본 발명에 따른 단계 1은 이동상의 한 순환에 있어서 구역 1에 용리액을 주입한 후 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 1에서 용리액에 의해 탈착되어 추출물 용출포트에서 배출되는 단계이다. 상기 단계 1은 구역 2와 구역3 사이의 원료물질 유입포트에서 주입된 흡착력이 강한 물질이 구역 2와 구역 3에서 흡착력이 약한 물질과 분리된 후, 용리액에 의해 구역 1에서 탈착된 후 추출물 용출포트에서 배출되는 단계이다.
- <20> 다음으로 단계 2는 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 추출잔류물이 되므로, 추출물 용출포트가 추출잔류물에 의해 오염이 일어나지 않도록 구역 2에서 용리액에 의해 탈착되는 단계이다. 추출물 용출포트에서는 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 추출물이 되므로, 구역 1의 구역 유량은 추출물을 탈착시킬 수 있는 범위에서 선정된다. 따라서 상기 단계 1에서 흡착력이 강한 물질이 탈착이 되어 추출되고, 단계 2에서는 원료물질 중 상대적으로 흡착력이 약한 물질이 탈착된다.
- <21> 다음으로 단계 3은 원료물질을 주입한 후, 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 구역 3에서 고정상에 흡착되는 단계이다. 구역 3에서는 고정상에 원료물질 중 흡착력이 상대적으로 강한 물질인 추출물이 흡착됨으로써, 추출잔류물 용출포트에서 추출물로 인한 오염을 막고, 추출잔류물과 추출물의 분리를 원활하게 하는 작용을 한다.
- <22> 다음으로 단계 4는 원료물질 중 흡착력이 약한 물질이 추출 잔류물 용출포트에서 배출되는 단계이다. 단계 3에서 원료물질 중 흡착력이 강한 물질이 대부분 흡착이 됨으로써 이동상에는 흡착력이 약한 물질인 추출 잔류물의 농도가 상대적으로 높아지게 되며, 추출잔류물 용출포트에서 배출되어 추출 잔류물을 분리할 수 있다.
- <23> 마지막으로 단계 5는 상기 단계 4에서 배출되고 남은 잔류 이동상을 단계 1로 재순환하는 단계이다. 종래의 3 구역 모사이동층 공정의 경우 추출 잔류물 용출포트에서 용출된 이동상이 재순환되지 않아 이동상 소모가 많은 단점이 있었는바, 본 발명에서는 재순환 단계를 추가하여 이러한 이동상 소모를 최소화하였다(도 6 참조).
- <24> 또한 본 발명은 상기 이동상의 한 순환 내에 포트의 한 교환 시간을 이분하여 그 앞부분 또는 뒷부분에 대해서만 단계 5의 재순환을 수행하는 것을 특징으로 하는 3구역 모사이동층 공정방법을 제공한다.
- <25> 도 7을 참조하면 한 교환 시간을 이분하여 그 앞부분을 재순환하는 경우, 재순환 단계에서 구역 3의 원료물질이 모두 고정상에 흡착이 되므로 용리액을 주입하는 단계로 재순환되는 이동상에는 원료물질이 포함되어 있지 않고, 순수한 이동상의 재사용이 가능하게 되며, 표 2의 결과와 같이 목적 산물의 순도 및 농축도의 측면에서 종래의 3구역 모사이동층 공정에 비해 우수한 결과를 나타냄을 알 수 있다.
- <26> 도 8을 참조하면 한 교환 시간을 이분하여 그 뒷부분을 재순환하는 경우, 앞부분을 재순환하는 경우와 마찬가지로, 구역 3에서 배출된 이동상이 용리액을 주입하는 단계로 재순환됨으로써, 이동상의 재사용이 가능하며, 표 2의 결과와 같이 목적 산물의 순도, 수율 및 농축도의 측면에서 종래의 3구역 모사이동층 공정에 비해 우수한 결과를 나타냄을 알 수 있다.
- <27> 나아가 본 발명에 따른 상기 한 교환 시간의 이분 비율에 특별한 제한이 있는 것은 아니나, 바람직하게는 추출 잔류물 용출포트의 농도 그래프를 기준으로 한 교환시간의 시작부터 추출 잔류물이 용출되는 부분과 그 이후부터 한 교환시간의 마지막 부분으로 이분되는 것을 특징으로 하는 3구역 모사이동층 공정방법을 제공한다.

<28> 상기 한 교환 시간의 이분 비율은 하기의 식에 의해 정해진다.

$$x_{split} = \frac{L/a_s}{t}$$

<29>

<30> 여기서, x_{split} 는 이분 비율, L은 컬럼의 길이, a_s 는 구역 내에서 추출 잔류물의 이동속도, t는 교환 시간이다.

<31> 상기의 경우 이분 비율은 0 내지 1에서 결정된다. 비율에 따라, 한 교환시간의 앞부분 또는 뒷부분의 재순환을 결정할 수 있게 된다.

<32> 이하, 본 발명을 실시예 및 첨부된 도면을 참조하여 더욱 상세하게 설명한다. 단, 하기의 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

<33> <실시예 1> 앞부분 재순환 법을 적용한 3 구역 모사이동층 공정방법을 이용한 분리

<34> 3구역 모사이동층 공정의 구성

<35> 3 구역 모사이동층 공정의 공정장치는 흡착제가 들어 있는 컬럼을 직렬로 연결시킨 형태로 되어 있으며, 3 구역으로 되어 있다. 각 구역은 하나의 컬럼으로 구성되고, 두 개의 유입포트(시료 및 이동상 유입포트)와 두 개의 유출포트(추출물 및 추출 잔류물)의 유량(flow rate)은 각 구역의 유량(zone flow rate)으로 결정된다. 각 구역의 유량 및 각 유입포트, 유출포트의 교환 시간은 분리하고자 하는 두 물질의 흡착식에 따라 분리에 적합하게 설계된다.

<36> 상기 구성의 공정장치를 이용하여 앞부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정으로 퀴니딘(quinidine)과 신코니딘(cinchonidine)의 혼합물을 분리하였다.

<37> 공정수행을 위한 공정조건은 하기 표 1과 같다.

표 1

<38>

원료물질의 농도 (g/L)	퀴 니 디	0.10
	신코니딘	0.10
유 량 (ml/min)	원료물질	1.000
	용 리 액	4.436
	추 출 물	1.855
	추출 잔류물	3.581
순 환 비 율	앞부분재순환	0.60
	뒷부분재순환	0.40
교 환 시 간 (min)		8.275

<39> 상기 공정조건은 원료물질의 농도와 유량을 고정하고 공정을 수행한 것이며, 이분 비율은 한 교환 시간을 1.0으로 보았을 때 한 교환 시간 대비 앞부분 내지 뒷부분의 비율을 나타낸 것이다. 공정조건에 관한 결과는 도 5와 같고, 상기 공정조건은 당업계에서 널리 알려진 삼각형 이론을 적용하여 결정된 것이다. [(a) Marco mazzotti *Journal of Chromatography A*. 2006, 1126, 311-322 (b) Marco mazzotti; Giuseppe storti; Massimo morbidelli *Journal of Chromatography A*. 1997, 769, 3-24.]

<40> 분리하고자 하는 두 물질의 흡착식은 경쟁적 랭뮤어 흡착 모델을 가지고 있으며, 그 결과는 도 9와 도 10에 나타난 바와 같다.

<41> 도 9는 공정 부 농도 분포도를 나타낸 것으로, 우측 점선이 원료물질의 주입포트, 좌측 점선이 추출물 용출 포트, 컬럼 길이가 0 cm인 부분이 용리액을 주입하는 포트, 및 컬럼 길이가 30 cm인 부분이 추출잔류물 용출 포트를 나타낸다. 또한 컬럼 길이가 0 내지 10 cm인 부분이 구역 1에 해당하고, 10 내지 20 cm인 부분이 구역 2에 해당하며, 20 내지 30 cm인 부분이 구역 3에 해당하며, 빨간선이 추출물인 퀴니딘의 농도 그래프, 파란선이 추출잔류물인 신코니딘의 농도 그래프이며, 도 11 및 도 13도 상기 도 9의 설명과 같다.

<42> 도 9를 참조하면 한 교환 시간의 전반부에서 중반부, 중반부로 갈수록 이동상의 흐름에 따라 구역 1에서는 흡착

력이 강한 물질, 즉, 추출물인 퀴니딘이 탈착이 되고, 구역 2에서는 흡착력이 약한 물질, 즉, 추출 잔류물인 신코니딘이 탈착이 되며, 구역 3에서는 퀴니딘이 고정상에 흡착되어 구역 내의 이동상에서 퀴니딘의 농도가 상대적으로 감소됨을 알 수 있다.

- <43> 한편 도 9는 재순환을 적용하지 않은 3구역 모사이동층 공정의 내부 농도 분포도인 도 13과 같은바, 이는 재순환되는 이동상에 원료물질이 포함되어 있지 않기 때문에 컬럼내의 내부 농도 분포도는 재순환이 없는 경우와 동일한 것이다.
- <44> 도 10은 추출 잔류물의 농도 그래프를 나타낸 것으로, 점선이 추출잔류물 유출포트에서 추출잔류물의 유량을 나타낸 그래프이고, 빨간선이 추출물인 퀴니딘의 농도 그래프이고, 파란선이 추출 잔류물인 신코니딘의 농도 그래프이며, 도 12도 상기 도 10의 설명과 같다.
- <45> 도 10을 참조하면 한 교환 시간의 앞부분에서는 원료물질을 포함하지 않은 이동상만이 구역 1로 재순환되고, 뒷부분에서 추출잔류물을 분리하였으므로, 재순환이 없는 경우(비교예 1)에 비해 추출잔류물의 농축도가 크게 향상되었음을 알 수 있다.(표 2 참조)
- <46> <실시예 2> 뒷부분 재순환 법을 적용한 3 구역 모사이동층 공정방법을 이용한 분리
- <47> 실시예 2에서는 3 구역 모사이동층 공정에 뒷부분 재순환을 적용하여 퀴니딘(quinidine)과 신코니딘(cinchonidine)의 혼합물을 분리하였다. 공정수행을 위한 공정조건은 상기 표 1과 같고, 분리하고자 하는 두 물질의 흡착식은 경쟁적 랭뮤어 흡착 모델을 가지고 있으며, 그 결과는 도 11 및 도 12에 나타낸 바와 같다.
- <48> 도 11은 공정 내부 농도 분포도를 나타낸 것으로, 도 11을 참조하면 도 9와 달리 한 교환 시간의 후반부에서 용리액 유입포트에서 주입된 이동상에 퀴니딘과 신코니딘의 농도가 높음을 알 수 있다. 이는 한 교환 시간의 뒷부분을 재순환함으로 인해 재순환되는 이동상에 원료물질인 퀴니딘과 신코니딘이 다량 포함되어 있기 때문이다.
- <49> 도 12는 추출 잔류물의 농도 그래프를 나타낸 것으로, 도 12를 참조하면 앞부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정과 달리 뒷부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정에서는 뒷부분에서 이동상이 재순환되고, 추출물의 농도가 낮은 한 교환 시간의 앞부분에서 추출 잔류물을 분리하기 때문에 추출 잔류물의 농도가 재순환이 없는 경우(비교예 1) 보다 증가하였음을 알 수 있다.(표 2 참조)
- <50> <비교예 1> 3 구역 모사이동층 공정방법을 이용한 분리
- <51> 비교예에서는 기존 3 구역 모사이동층 공정에 의해 퀴니딘(quinidine)과 신코니딘(cinchonidine)의 혼합물을 분리하였다. 공정조건은 상기 표 1과 같고, 분리하고자 하는 두 물질의 흡착식은 경쟁적 랭뮤어 흡착 모델을 가지고 있으며, 그 결과는 도 13 과 도 14에 나타낸 바와 같다.
- <52> 도 13은 공정 내부 농도 분포도를 나타낸 것으로, 도 13을 참조하면 한 교환 시간의 전반부에서 중반부, 중반부로 갈수록 이동상의 흐름에 따라 구역 1에서는 흡착력이 강한 물질, 즉, 추출물인 퀴니딘이 탈착이 되고, 구역 2에서는 흡착력이 약한 물질, 즉, 추출 잔류물인 신코니딘이 탈착이 되며, 구역 3에서는 퀴니딘이 고정상에 흡착되어 구역 내의 이동상에서 상대적으로 퀴니딘의 농도가 감소됨을 알 수 있다.
- <53> 이러한 결과는 앞부분 재순환을 적용한 3 구역 모사이동층 공정과 같지만, 재순환을 적용한 3 구역 모사이동층 공정에 비해, 이동상의 소모가 많고 목적 산물의 순도 및 농축도의 측면에서 열등한 결과를 보였다.
- <54> 도 14는 재순환이 없는 3 구역 모사이동층 공정에서 교환 횟수에 따른 추출물 및 추출 잔류물 유출포트의 농도 그래프로서 교환 횟수가 증가 됨에 따라 추출물 및 추출잔류물의 농축도가 증가하는 것을 알 수 있다.
- <55> 이러한 결과는 모사이동층 공정이 연속 공정으로서 원료물질의 주입과 공정내의 농도분포가 포트 교환 횟수가 증가함에 따라 점차적으로 주기적 정상상태(cyclic steady state)에 도달하였기 때문이다.
- <56> 다만, 모사이동층 공정내의 농도분포가 임계치에 도달하면 더 이상의 농도분포 증가는 일어나지 않게 된다. 도 14를 참조하면 신코니딘의 경우 대략 5회, 퀴니딘의 경우 대략 10회 정도 교환이 일어나면 정상상태에 도달함을 알 수 있다.
- <57> 상기 실시예 1, 실시예 2, 및 비교예 1에 의해 각각 3 구역 모사이동층 공정방법, 앞부분 재순환 3 구역 모사이동층 공정방법, 뒷부분 재순환 3 구역 모사이동층 공정방법을 통해 퀴니딘과 신코니딘의 혼합물을 분리하였는바, 앞부분 재순환 공정방법을 적용한 경우에는 목적 산물의 순도 및 농축도의 측면에서, 뒷부분 재순환 공정방법을 적용한 경우에는 목적 산물의 순도, 수율 및 농축도의 측면에서 또한 양자 모두에서 이동상 소

모량이 종래의 3 구역 모사이동층 공정에 비해 향상된 결과를 나타내었으며, 그 결과를 표 2에 나타내었다.

<58> 단, 표 2의 DC는 Desorbent Consumption의 약어로서 이동상 소모량을 나타내는 것이며, *DC는 4구역 모사이동층 공정 대비 재순환이 없는 3구역 모사이동층 공정, 앞부분 재순환 3구역 모사이동층 공정, 및 뒷부분 재순환 3구역 모사이동층 공정의 이동상 소모량의 비율을 나타낸 것이다.

표 2

<59>

공 정	결 과						DC (ml/ cycle)	* DC (%)
	순 도(%)		수 율(%)		농축도(-)			
	추출잔류물	추출물	추출잔류물	추출물	추출잔류물	추출물		
4 구 역	98.00	99.18	99.19	97.97	0.775	0.527	17.675	100
실시예 1	98.36	99.59	99.59	98.33	0.696	0.528	18.928	107
실시예 2	100.00	99.58	99.59	99.99	0.464	0.528	24.855	141
비교예 1	98.36	99.59	99.60	98.33	0.278	0.528	36.708	208

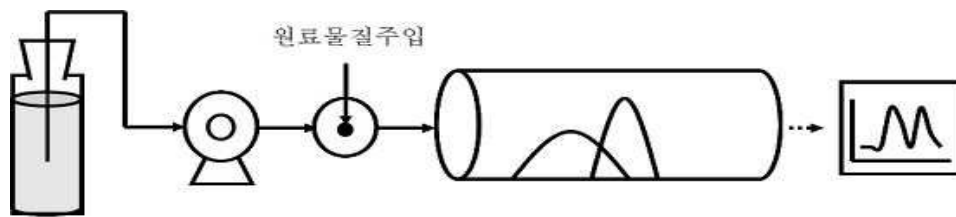
<59> 상기 표 2를 참조하면, 앞부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정방법(실시에 1)의 경우 추출잔류물의 농축도가 종래의 3구역 모사이동층 공정방법(비교예 1)에 비해 0.418 증가하였고, 뒷부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정방법(실시에 2)의 경우 각각 추출잔류물의 순도가 1.64 %, 추출물의 수율이 1.66 %, 농축도가 0.186 증가하였다. 또한 이동상 소모량이 각각 실시예 1의 경우 17.78 ml/ cycle, 실시예 2의 경우 11.853 ml/ cycle 감소하였다.

도면의 간단한 설명

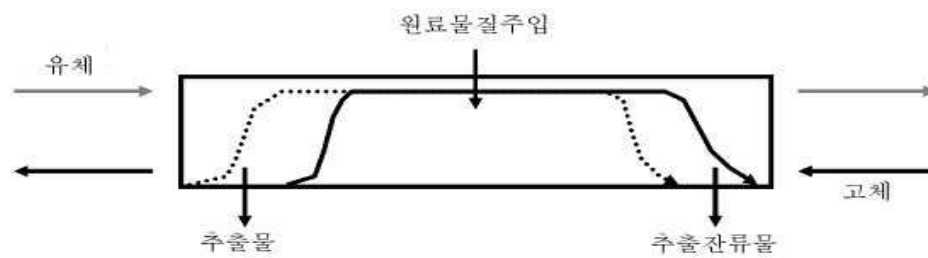
- <61> 도 1은 회분식 공정의 장치 및 분리 과정을 보여주는 모식도이고,
- <62> 도 2는 참이동층 공정의 작동 원리, 추출물 및 추출 잔류물의 농도 분포도를 나타낸 모식도이고,
- <63> 도 3은 한 구역 당 2개의 컬럼을 갖는 전통적 방식의 4구역 모사이동층 공정에 대한 모식도이고,
- <64> 도 4는 4 구역 모사이동층 공정의 구역 4를 삭제한 3 구역 모사이동층 공정에 대한 모식도이고,
- <65> 도 5는 분리하고자 하는 두 물질이 비선형 등온 흡착 평형식을 갖는 경우(비교예 및 실시예 1, 2), 삼각형 이론(triangle theory)을 이용하여 결정한 조업 조건을 나타낸 그래프이고,
- <66> 도 6은 부분 재순환을 도입한 3 구역 모사이동층 공정에 대한 모식도이고,
- <67> 도 7은 3 구역 모사이동층 공정에서 교환 시간의 일정 비율 중 앞쪽 부분 재순환 방식을 나타낸 모식도이고,
- <68> 도 8은 3구역 모사이동층 공정에서 교환 시간의 일정 비율 중 뒤쪽 부분 재순환 방식을 나타낸 모식도이고,
- <69> 도 9는 실시예 1의 결과로서, 앞부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정의 내부 농도 분포를 나타낸 그래프이고,
- <70> 도 10은 실시예 1의 결과로서, 앞부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정의 추출 잔류물의 농도 그래프이고,
- <71> 도 11은 실시예 2의 결과로서, 뒷부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정의 내부 농도 분포를 나타낸 그래프이고,
- <72> 도 12는 실시예 2의 결과로서, 뒷부분 재순환을 적용한 3구역 모사이동층 공정의 추출 잔류물의 농도 그래프이고,
- <73> 도 13은 비교예 1의 결과로서, 종래의 3 구역 모사이동층 공정에서 한 교환 시간 동안 내부 농도 분포도(internal concentration profile)를 나타낸 그래프이고,
- <74> 도 14는 비교예 1의 결과로서, 종래의 3 구역 모사이동층 공정에서 교환 횟수에 따른 추출물 및 추출 잔류물 유출포트의 농도 그래프이다.

도면

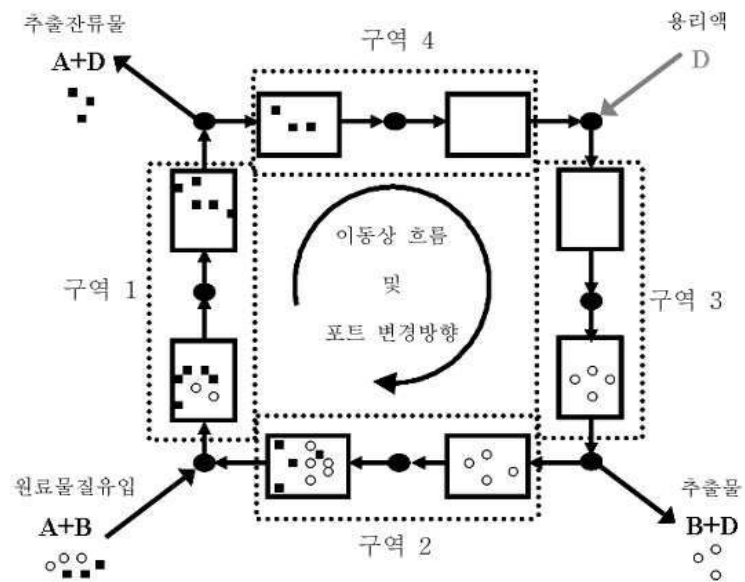
도면1



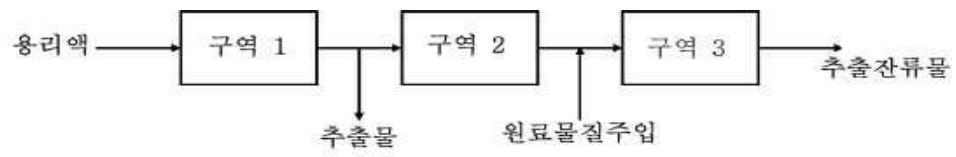
도면2



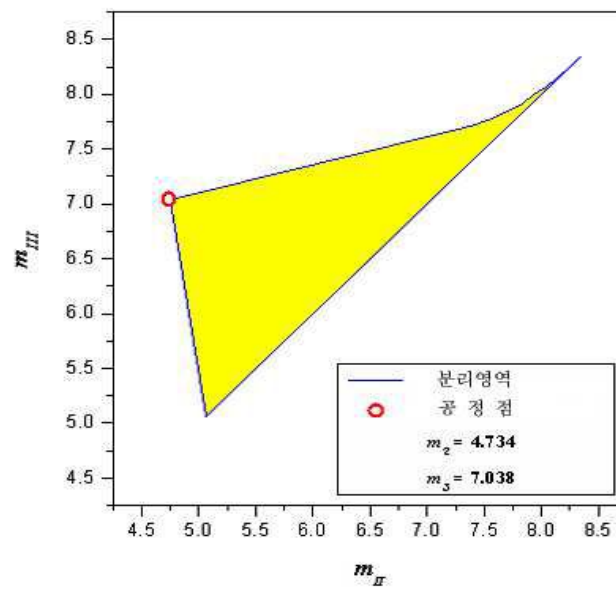
도면3



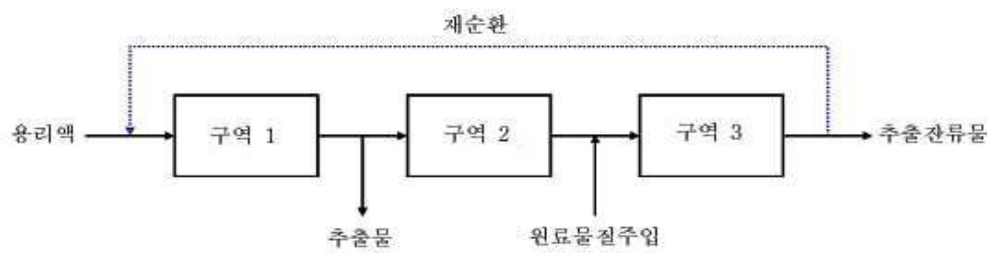
도면4



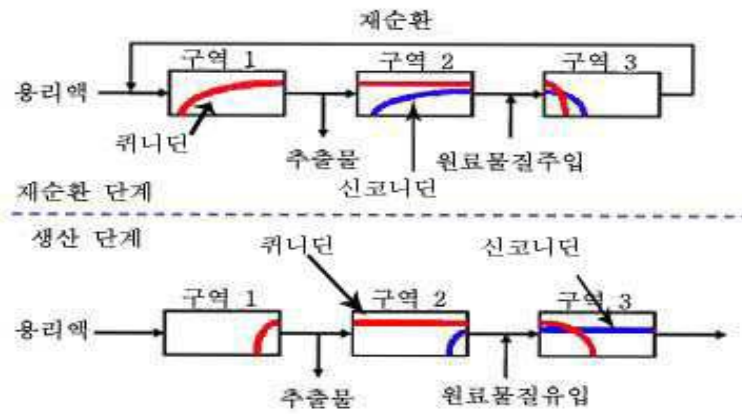
도면5



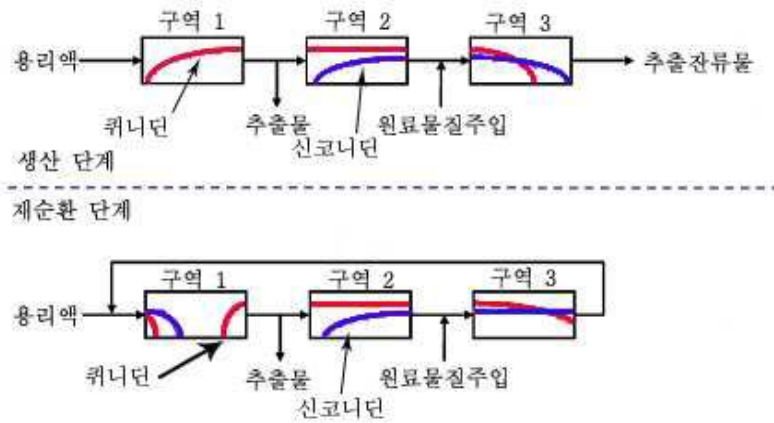
도면6



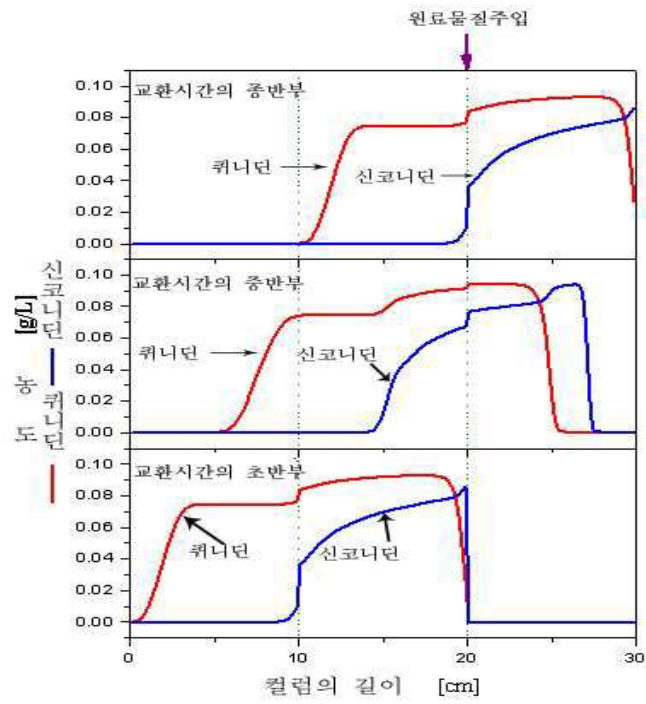
도면7



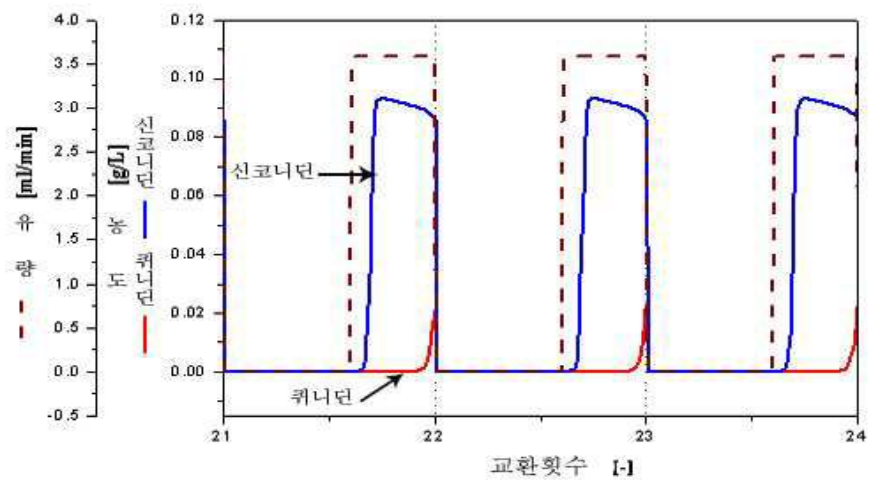
도면8



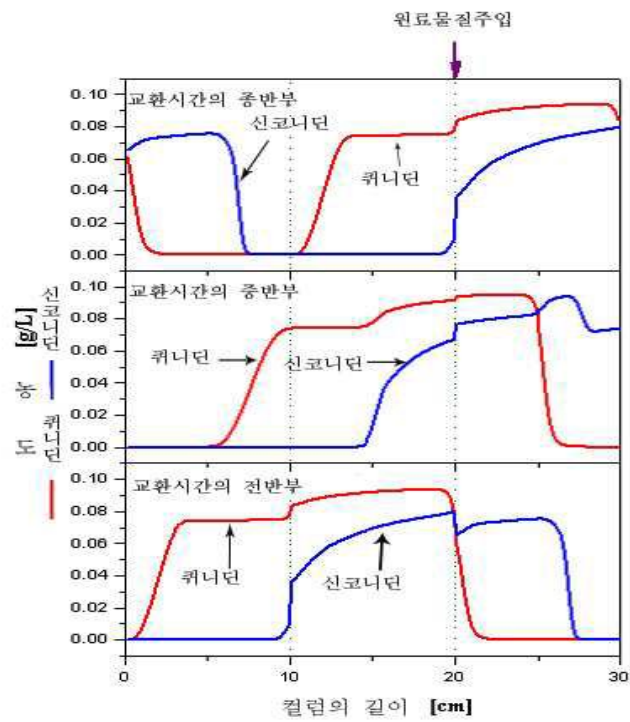
도면9



도면10



도면11



도면12

