

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2015년 7월 30일 (30.07.2015)



(10) 국제공개번호
WO 2015/111797 A1

- (51) 국제특허분류:
C04B 14/02 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2014/003185
- (22) 국제출원일: 2014년 4월 14일 (14.04.2014)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2014-0007238 2014년 1월 21일 (21.01.2014) KR
- (71) 출원인: 인하대학교산학협력단 (INHA-INDUSTRY PARTNERSHIP INSTITUTE) [KR/KR]; 402-751 인천시 남구 인하로 100, Incheon (KR).
- (72) 발명자: 정원조 (CHEONG, Won Jo); 137-040 서울시 서초구 신반포로 45 반포아파트 102-202, Seoul (KR).
- (74) 대리인: 이원희 (LEE, Won Hee); 135-910 서울시 강남구 테헤란로 147 성지하이츠 2차 8층, Seoul (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,

DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

규칙 4.17에 의한 선언서:

- 신규성을 해치지 아니하는 개시 또는 신규성 상실의 예외에 관한 선언 (규칙 4.17(v))

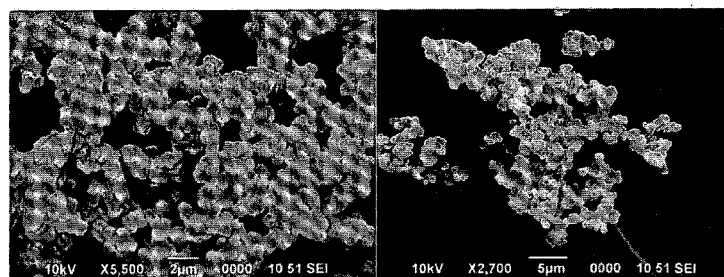
공개:

- 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

(54) Title: METHOD FOR PREPARING ORGANIC MONOLITH POWDER AND ORGANIC MONOLITH POWDER PREPARED THEREBY

(54) 발명의 명칭 : 유기 모노리트 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말

【도 1】



(57) Abstract: The present invention relates to a method for preparing an organic monolith powder and an organic monolith powder prepared thereby and, more specifically, to a method for preparing an organic monolith powder, the method comprising the steps of: mixing a functional monomer and a cross-linking monomer with a solvent to prepare a mixture solution, and removing oxygen in the mixture solution (step 1); mixing the mixture solution with a pore inducing material having a molecular weight of 20,000 to 1,000,000 and a polymerization initiator, followed by a polymerization reaction (step 2); and separating organic monolith from the mixture solution in which the polymerization reaction has been conducted in step 2 (step 3). The method for preparing an organic monolith powder according to the present invention uses the pore induction material having a molecular weight of 20,000 to 1,000,000, thereby preparing an organic monolith powder which has few meso-sized pores and a large total volume of macro-sized pores. Here, the macropores are stuck into a surface region of the monolith while being absent inside the monolith pores, and thus the material transfer rate is fast, and the flow of the charging solvent is fast and strong due to the monolith form, thereby improving charging efficiency and obtaining a maximally dense charging structure. Therefore, the use of the organic monolith powder as a stationary phase of chromatography can obtain excellent separation efficiency, which is similar to that of a 5 µm-silica powder with C18 attachment.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]



본 발명은 유기 모노리트 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말에 관한 것으로, 구체적으로는 기능성 모노머 및 가교 모노머와 용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 혼합용액 내의 산소를 제거하는 단계(단계 1); 상기 혼합용액에 2 만 내지 100 만의 분자량을 갖는 기공유도물질 및 중합개시제를 혼합한 후, 중합반응을 진행하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 중합반응이 수행된 혼합용액에서 유기 모노리트를 분리하는 단계(단계 3);를 포함하는 유기 모노리트 분말의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법은 2 만 내지 100 만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 사용함으로써, 메조크기의 기공은 거의 없으며 매크로크기의 총 기공 부피가 큰 유기 모노리트 분말을 제조할 수 있다. 이때, 매크로 기공이 내부에는 존재하지 않으면서 모노리트 표면 부근에 박혀있는 형태로 존재하므로 물질 전달속도가 빠르고, 모노리트 형태로 인하여 충전 용매의 흐름이 빠르고 힘이 있어서 충전효율이 좋아지고 최대한 조밀한 충전 구조를 얻을 수 있으므로, 크로마토그래피 정지상으로 사용할 때, C18 부착 5 μm 실리카 분말의 분리효율과 유사한 우수한 분리효율을 얻을 수 있다.

【명세서】

【발명의 명칭】

유기 모노리트 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말

【기술분야】

- <1> 본 발명은 유기 모노리트 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말에 관한 것으로, 상세하게는 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 사용함으로써 매크로크기의 기공으로 이루어진 기공의 전체 부피가 큰 특성을 지님으로써 우수한 분리효율을 갖는 유기 모노리트 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말에 관한 것이다.

【배경기술】

- <2> 모노리트란 유기 또는 무기 고분자가 3차원적인 구조로 한 몸통으로 되어 있고 그 안에 직경 1 μm 이상의 크기를 갖는 매크로포어 (macropores, 통과흐름 채널이라고도 함)와 직경 1 μm 미만인 메조포어 (mesopores)가 다수 포함되어 있는 물질을 말한다. 금속관 또는 실리카 모세관 안에 잘 만들어진 모노리트는 액체 크로마토그래피 (liquid chromatography), 모세관 전기크로마토그래피 (capillary electrochromatography), 고체상 추출법 (solid phase extraction) 등에서 정지상으로 흔히 쓰인다. 유기 및 모노리트에 대한 연구는 매우 광범위하게 이루어지고 있다.

<3>

- <4> 비특허문헌 1 내지 7에서는 벌크 유기 모노리트에 대하여 개시하고 있으며, 비특허문헌 8 내지 11에서는 벌크 무기 모노리트에 대하여 개시하고 있다. 그러나, 분말화된 모노리트에 대한 연구는 매우 제한적으로 이루어지고 있다.

<5>

- <6> 한편, 비특허문헌 12 내지 18 및 특허문헌 1에서는 분말화된 실리카 모노리트를 이용하여 크로마토그래피 정지상을 만드는 방법에 대하여 기재하고 있다.

<7>

또한, 비특허문헌 19에서는 저가의 크로마토그래피 정지상으로써 유기 모노리트 분말을 사용하는 초보적인 연구를 세계 최초로 보고하고 있다.

<8>

그러나, 비특허문헌 19에서는 좋은 크로마토그래피 분리효율을 주는 모노리트 분말을 제조하지는 못하였고, 이 분말을 충전한 크로마토그래피 컬럼(30 cm 길이)의 이론단수는 최대 4,000 정도로서, 가장 흔히 쓰이는 C18 부착 구형 다공성 실리카 (5 μm 크기) 분말로 채워진 컬럼의 이론단수인 10,000-20,000에는 크게 못 미치는 결과였다.

<9>

<10> 또한, 상기한 연구에서 얻어진 유기 모노리트 분말의 기공 크기는 20-50 nm로서 적당하였으나 총 기공 부피는 0.02 mL/g에 불과하며, 기공의 수를 늘려 총 기공부피를 0.5 mL/g 이상으로 제조하기가 어려웠다.

<11> 유기 모노리트는 그 강도가 실리카 모노리트에 비하여 매우 약하기 때문에 메조포어의 총 기공부피가 어느 정도 커지면, 분말화할 경우 그 구조가 매우 허약하여 견딜 수 없는 것으로 밝혀졌다.

<12>

<13> 이에 본 발명자들은 우수한 분리효율을 갖는 유기 모노리트 분말을 제조하는 방법을 연구하던 중, 분자 크기가 큰 기공유도물질을 선정하되 기공유도물질의 분자량과 사용량을 최적화함으로써 매크로포어를 주종으로 제조하여 총 기공 부피도 크면서 강도가 높은 유기 모노리트 분말을 제조할 수 있음을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

<14>

<15> <선행기술문헌>

<16> <특허문헌>

<17> (특허문헌 1) 대한민국 등록특허 제10-1116566호;

<18> <비특허문헌>

<19> (비특허문헌 1) Svec 등, *J. Chromatogr. A* 2000, 887, 3;

<20> (비특허문헌 2) Zou 등, *J. Chromatogr. A* 2002, 954, 5;

<21> (비특허문헌 3) Legido-Quigley 등, *Electrophoresis* 2003, 24, 917;

<22> (비특허문헌 4) Klodz 등, *J. Chromatogr. A* 2006, 1109, 51;

<23> (비특허문헌 5) Zhu 등, *J. Sep. Sci.* 2007, 30, 792;

<24> (비특허문헌 6) Aoki 등, *J. Sep. Sci.* 2009, 32, 341;

<25> (비특허문헌 7) Nischang 등, *Anal. Bioanal. Chem.* 2010, 397, 953;

<26> (비특허문헌 8) Cabrera, *J. Sep. Sci.* 2004, 27, 843;

<27> (비특허문헌 9) Kato 등, *J. Sep. Sci.* 2005, 28, 1983;

<28> (비특허문헌 10) El-Safty, *J. Porous Mater.* 2008, 15, 369;

<29> (비특허문헌 12) Wistuba, *J. Chromatogr. A* 2010, 1217, 941;

<30> (비특허문헌 13) Ko 등, *J. Chromatogr. A* 2007, 1144, 269;

<31> (비특허문헌 14) Han 등, *Bull. Korean Chem. Soc.* 2008, 29, 2281;

<32> (비특허문헌 15) Kim 등, *Bull. Korean Chem. Soc.* 2009, 30, 722;

<33> (비특허문헌 16)Hwang 등, Bull. Korean Chem. Soc.. 2009, 30, 722;

<34> (비특허문헌 17)Lee 등, Bull. Korean Chem. Soc. 2010, 31, 2943;

<35> (비특허문헌 18)Ali 등, J. Chromatogr. A, 2013, 1303, 9;

<36> (비특허문헌 19)Chio 등, Bull. Korean Chem. Soc. 2013, 34, 291;

<37>

【발명의 상세한 설명】

【기술적 과제】

<38> 본 발명의 목적은,

<39> 유기 모노리트 분말의 제조방법을 제공하는 데 있다.

<40>

<41> 본 발명의 다른 목적은,

<42> 상기 제조방법에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말을 제공하는 데 있다.

<43>

【기술적 해결방법】

<44> 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은,

<45> 기능성 모노머 및 가교 모노머와 용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 혼합용액 내의 산소를 제거하는 단계(단계 1);

<46> 상기 혼합용액에 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질 및 중합개시제를 혼합한 후, 중합반응을 진행하는 단계(단계 2); 및

<47> 상기 단계 2에서 중합반응이 수행된 혼합용액에서 유기 모노리트를 분리하는 단계(단계 3);를 포함하는 유기 모노리트 분말의 제조방법을 제공한다.

<48>

<49> 또한, 본 발명은,

<50> 상기 제조방법에 따라 제조되는 유기 모노리트 분말을 제공한다.

<51>

【유리한 효과】

<52> 본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법은 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 사용함으로써, 메조크기의 기공은 거의 없으며 매크로크기의 총 기공 부피가 큰 유기 모노리트 분말을 제조할 수 있다.

<53> 이때, 매크로 기공이 내부에는 존재하지 않으면서 모노리트 표면 부근에 박혀있는 형태로 존재하므로 물질 전달속도가 빠르고, 모노리트 형태로 인하여 충전용매의 흐름이 빠르고 힘이 있어서 충전효율이 좋아지고 최대한 조밀한 충전 구조

를 얻을 수 있으므로, C18부착 5 μm 실리카 분말의 분리효율과 유사한 우수한 분리 효율을 얻을 수 있다.

<54>

【도면의 간단한 설명】

<55>

도 1은 실시예 1의 단계 3에서 제조된 유기 모노리트 분말을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이고;

<56>

도 2는 실시예 1의 단계 3에서 제조된 유기 모노리트 분말을 투과전자현미경으로 관찰한 사진이고;

<57>

도 3은 실시예 1의 단계 3에서 제조된 유기 모노리트 분말의 부피 기반 입자 크기 분포도를 나타낸 그래프이고;

<58>

도 4는 실시예 1의 단계 3에서 제조된 유기 모노리트 분말의 기공 크기 분포도를 나타낸 그래프이고;

<59>

도 5는 실시예 1, 2, 3에서 제조된 마이크로 컬럼으로 얻은 크로마토그램을 나타낸 그래프이고;

<60>

도 6는 실시예 1, 4, 5에서 제조된 마이크로 컬럼으로 얻은 크로마토그램을 나타낸 그래프이다.

<61>

【발명의 실시를 위한 최선의 형태】

<62>

본 발명은

<63>

기능성 모노머 및 가교 모노머와 용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 혼합용액 내의 산소를 제거하는 단계(단계 1);

<64>

상기 혼합용액에 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질 및 중합개시제를 혼합한 후, 중합반응을 진행하는 단계(단계 2); 및

<65>

상기 단계 2에서 중합반응이 수행된 혼합용액에서 유기 모노리트를 분리하는 단계(단계 3);를 포함하는 유기 모노리트 분말의 제조방법을 제공한다.

<66>

<67>

이하, 본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

<68>

<69>

본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법에 있어서 단계 1은 기능성 모노머 및 가교 모노머와 용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 혼합용액 내의 산소를 제거하는 단계이다.

- <70> 구체적으로는 기능성 모노머 및 가교 모노머를 반응용기에 넣고 용매와 교반하며 가열하여 완전한 용액으로 제조하는 단계이다.
- <71>
- <72> 상기 단계 1의 혼합용액은 용매 100 중량부에 대하여, 기능성 모노머 3 내지 20 중량부 및 가교 모노머 5 내지 20 중량부를 포함할 수 있다.
- <73> 만약, 상기 혼합용액이 용매 100 중량부에 대하여 기능성 모노머를 3 중량부 미만으로 포함하는 경우에는 후속 단계에서 모노리트가 잘 형성되지 않는 문제점이 있고, 20 중량부를 초과하여 포함하는 경우에는 너무 단단한 모노리트가 형성되는 문제점이 있다.
- <74> 또한, 상기 혼합용액이 용매 100 중량부에 대하여 가교 모노머를 5 중량부 미만으로 포함하는 경우에는 후속 단계에서 모노리트가 잘 형성되지 않는 문제점이 있고, 20 중량부를 초과하여 포함하는 경우에는 너무 단단한 모노리트가 형성되는 문제점이 있다.
- <75>
- <76> 상기 단계 1의 혼합은 50 내지 80 °C의 온도에서 10분 내지 1시간 동안 수행할 수 있다.
- <77> 만약, 상기 단계 1의 혼합이 50 °C 미만의 온도에서 수행되는 경우에는 후속 중합반응이 제대로 수행되지 않는 문제점이 있고, 상기 단계 1의 혼합이 80 °C 초과의 온도에서 수행되는 경우에는 후속과정에서 너무 급격한 중합반응의 진행으로 과열되는 문제점이 있다.
- <78> 또한, 상기 단계 1의 혼합이 10 분 미만의 시간 동안 수행되는 경우에는 완전한 용액이 되지 않는 문제점이 있고, 60 분을 초과하는 시간 동안 수행되는 경우에는 에너지가 낭비되는 문제점이 있다.
- <79>
- <80> 상기 단계 1의 혼합용액 제조 후, 혼합용액 내의 산소를 제거한다.
- <81> 혼합 용액 내의 산소를 제거하지 않으면 후속 중합반응이 원활히 이루어질 수 없다.
- <82> 상기 혼합용액 내의 산소의 제거는 질소로 퍼징하여 수행될 수 있으나, 상기 산소의 제거방법이 이에 제한되는 것은 아니다.
- <83>
- <84> 이때, 질소 퍼징은 10분 내지 120 분 동안 수행될 수 있다.
- <85> 만약, 상기 질소 퍼징이 10 분 미만의 시간 동안 수행되는 경우에는 산소가

제대로 제거되지 못하는 문제점이 있고, 상기 질소 퍼징이 60 분 초과 시간 동안 수행되는 경우에는 에너지가 낭비되는 문제점이 있다.

<86>

<87> 한편, 상기 용매는 이소옥탄, 톨루엔, 자일렌, 메틸이소부틸케톤, 메틸이소프로필케톤, 싸이클로펜탄온 및 프로필아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 용매를 사용할 수 있으나, 상기 용매가 이에 제한되는 것은 아니며, 이미 공지된 용매 중에서 끓는 점이 60 °C 이상인 물질을 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 특히, 비극성이거나, 약하게 극성을 띄는 용매가 바람직하고, 더욱 바람직하게는 끓는점이 80 °C 이상인 것이 바람직하다.

<88>

<89> 상기 기능성 모노머는 아크릴산, 메타크릴산, 메틸메타크릴산, 메틸메타크릴레이트, 비닐알코올, 비닐아세테이트, 비닐아세톤, 스티렌, 4-에틸스티렌, 4-히드록시스티렌, 4-아미노스티렌, 4-비닐피리딘, 2-비닐피리딘, 1-비닐이미다졸, 아크릴아미드 및 메타크릴아미드로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 사용할 수 있으나, 상기 기능성 모노머가 이에 제한되는 것은 아니며, 1 이상의 이중결합을 지닌 화합물을 적절하게 선택하여 사용할 수 있다. 특히, 분자량이 500 이하인 것이 바람직하다.

<90>

<91> 상기 가교 모노머는 에틸렌글리콜디메타크릴레이트, 에틸렌디메타크릴레이트, 디비닐벤젠, N,N'-메틸렌디아크릴아미드, N,N'-1,4-페닐렌디아크릴아미드, 1,3-다이소프로페닐벤젠, 3,5-비스(아크릴아미도)벤조산, 테트라메틸렌디메타크릴레이트, 2,6-비스아크릴로일아미도피리딘, N,O-비스아크릴로일-페닐알라니놀, 1,4-디아크릴로일피페라진, 트리메틸프로판트리메타크릴레이트 및 펜타에리트리톨테트라아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 사용할 수 있으나, 상기 가교 모노머가 이에 제한되는 것은 아니며, 2 이상의 이중결합을 지닌 화합물을 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 특히, 분자량이 500 이하인 것이 바람직하다.

<92>

<93> 본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법에 있어서 단계 2는 상기 혼합용액에 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질 및 중합개시제를 혼합한 후, 중합반응을 진행하는 단계이다.

<94>

<95> 본 발명에서는 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 사용함으로

써, 메조크기의 기공은 거의 없으며 매크로크기의 총 기공 부피가 큰 유기 모노리트 분말을 제조할 수 있다. 이때, 매크로 기공이 내부에는 존재하지 않으면서 모노리트 표면 부근에 박혀있는 형태로 존재하므로 물질 전달속도가 빠르고, 모노리트 형태로 인하여 충전 용매의 흐름이 빠르고 힘이 있어서 충전효율이 좋아지고 최대한 조밀한 충전 구조를 얻을 수 있으므로, C18부착 5 μm 실리카 분말의 분리효율과 유사한 우수한 분리효율을 얻을 수 있다.

<96>

<97> 본 발명에서는 상기 단계 1의 혼합용액에 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 혼합한다.

<98>

만약, 상기 단계 1의 혼합용액에 2만 미만의 분자량을 갖는 기공유도물질을 혼합하는 경우에는 기공의 평균 크기 및 전체 부피가 너무 작은 문제점이 발생할 수 있고, 상기 단계 1의 혼합용액에 100만 초과 분자량을 갖는 기공유도물질을 혼합하는 경우에는 기공유도물질이 반응용매에 녹지 않는 문제점이 발생할 수 있다.

<99>

상기 단계 1의 혼합용액에 포함되는 기공유도물질의 분자량은 사용하는 기공유도물질의 종류에 따라 그 최적치가 변화할 수 있다.

<100>

<101>

이때, 상기 단계 2의 기공유도물질은 상기 단계 1의 용매 100 중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부, 상기 단계 2의 중합개시제는 상기 단계 1의 용매 100 중량부에 대하여 0.1 내지 2 중량부의 함량으로 포함될 수 있다.

<102>

만약, 상기 기공유도물질이 용매 100 중량부에 대하여 0.5 중량부 미만으로 포함되는 경우에는 모노리트의 기공 생성이 부족한 문제점이 있고, 5 중량부를 초과하여 포함하는 경우에는 너무 큰 크기의 매크로 기공을 생성시켜 모노리트의 기능이 저해되는 문제점이 발생할 수 있다.

<103>

또한, 상기 중합개시제가 용매 100 중량부에 대하여 0.1 중량부 미만으로 포함되는 경우에는 중합이 잘 진행되지 않는 문제점이 있고, 2 중량부를 초과하여 포함하는 경우에는 너무 분자량이 낮은 고분자가 생성되어 모노리트의 구조가 부적합하게 되는 문제점이 발생할 수 있다.

<104>

<105>

상기 단계 2의 혼합은 50 내지 80 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 10분 내지 30분 동안 수행할 수 있다. 상기 단계 2는 질소 기류에서 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

<106> 만약, 상기 단계 1의 혼합이 50 °C 미만의 온도에서 수행되는 경우에는 후속 중합반응이 제대로 수행되지 않는 문제점이 있고, 상기 단계 1의 혼합이 80 °C 초과 온도에서 수행되는 경우에는 후속과정에서 너무 급격한 중합반응의 진행으로 과열되는 문제점이 있다.

<107> 또한, 상기 단계 1의 혼합이 10 분 미만의 시간 동안 수행되는 경우에는 용해가 불완전한 문제점이 있고, 30 분을 초과하는 시간 동안 수행되는 경우에는 초기 모노리트 형성의 구조를 교란시키는 문제점이 있다.

<108>

<109> 상기 단계 2의 중합반응은 혼합을 중지한 후, 50 내지 80 °C의 온도에서 6 내지 48시간 동안 수행할 수 있다.

<110> 만약, 상기 단계 1의 혼합이 50 °C 미만의 온도에서 수행되는 경우에는 중합반응이 제대로 수행되지 않는 문제점이 있고, 상기 단계 1의 혼합이 80 °C 초과 온도에서 수행되는 경우에는 너무 급격한 중합반응의 진행으로 과열되는 문제점이 있다.

<111> 또한, 상기 단계 1의 혼합이 6 시간 미만 동안 수행되는 경우에는 모노리트의 형성이 불완전한 문제점이 있고, 48 시간을 초과하면 시간과 에너지가 낭비되는 문제점이 있다.

<112>

<113> 한편, 상기 중합개시제는 아조비스이소부티로니트릴 또는 아조비스디메틸발레로니트릴과 같은 아조계 개시제, 벤조일퍼록사이드 또는 라우로일퍼록사이드와 같은 유기 퍼록사이드계 개시제, 과황산칼륨 및 과황산암모늄과 같은 수용성 개시제로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 사용할 수 있으나, 상기 중합개시제가 이에 제한되는 것은 아니며 일반적으로 공지된 물질들 중에서 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 특히, 아조비스이소부티로니트릴이 접근성 면에서 일반적으로 가장 바람직하다.

<114>

<115> 상기 기공유도물질은 유기 모노리트가 형성될 때 유기 모노리트의 내부에는 내포되지 않지만 유기 모노리트와 친화성이 있어서 유기모노리트의 외벽 근처에 큰 덩어리 분자단 형태로 박혀있어 모노리트의 표면에 기공을 형성하게 할 수 있다.

<116> 이때, 폴리에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 폴리비닐알코올, 폴리비닐아세테이트, 폴리비닐아세톤, 폴리비닐피리딘, 폴리아크릴아미드, 폴리아크릴로니트릴, 폴리에틸렌디아민, 폴리비닐클로라이드, 폴리카프로락탐 및 폴리에스테르로 이루

어진 군으로부터 선택된 1종 이상을 사용할 수 있으나, 상기 기공유도물질이 이에 제한되는 것은 아니며, 유기모노리트의 성분과 용매의 물성을 고려하여, 일반적으로 공지된 물질들을 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 특히, 분자량 10,000~1,000,000인 고분자 물질을 사용하는 것이 바람직하며, 그 중 폴리에틸렌글리콜이 접근성 면에서 일반적으로 가장 바람직하다.

<117>

<118> 본 발명에 따른 유기 모노리트 분말의 제조방법에 있어서 단계 3은 상기 단계 2에서 중합반응이 수행된 혼합용액에서 유기 모노리트를 분리하는 단계이다.

<119>

<120> 이때, 상기 단계 3의 분리는 상기 단계 2의 중합반응이 진행된 혼합용액을 교반하고, 침전물이 침전된 후 상등액을 제거하는 공정을 반복함으로써 수행될 수 있으나, 상기 유기 모노리트의 분리 방법이 이에 제한되는 것은 아니다.

<121>

상기 교반을 수행함으로써 상기 단계 2에서 생성된 부드러운 모노리트가 분쇄될 수 있으며, 다단계의 침전 및 상등액 제거 공정을 거쳐 유기모노리트와 기공유도물질 및 혼합용액을 분리할 수 있다.

<122>

<123> 상기 교반은 1 내지 60분 동안 수행될 수 있으며, 바람직하게는 25분 내지 35분 동안 수행될 수 있다.

<124>

본 발명의 유기 모노리트 분말 제조방법은 바닥에 교환 가능한 필터를 부착하고 그 아래 밸브와 진공장치로 연결되는 구조를 지닌 반응기를 제공하며, 상기 단계들이 상기 반응기 내에서 연속적으로 수행될 수 있다.

<125>

이와 같이, 대부분의 공정을 한 반응용기에서 단순한 단계들로 연속적으로 진행할 수 있기 때문에 제조 경비를 절감할 수 있는 효과가 있다.

<126>

이때, 상기 교반 또한 본 발명의 반응기에 의하여 수행될 수 있으며, 반응기 아래의 바닥 밸브를 열고 진공을 걸어주어 바닥 필터를 거쳐 반응 용매를 제거하고, 바닥 밸브를 잠근 후 후속 공정을 연속적으로 진행할 수 있다.

<127>

<128> 상기 상등액의 제거 후, 다시 교반을 수행하기 전에 아세톤, 아세토니트릴 및 메탄올로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 세척액을 도입하는 단계를 더 포함할 수 있다.

<129>

구체적으로, 상기 세척액을 침전물이 잠길 정도로 충분히 붓고 25 내지 35분 동안 교반한 후, 거름으로써 수행될 수 있으며, 2번 정도 반복하는 것이 바람직하

다.

<130> 이때, 상기 세척액이 이에 제한되는 것은 아니며 끓는점이 낮은 용매를 적절히 선택하여 사용할 수 있다.

<131>

<132> 또한, 상기 상등액의 제거 후, 다시 교반을 수행하기 전에 극성혼합용매를 도입하는 단계를 더 포함할 수 있다. 상기 단계를 통해 유기 모노리트 내에 내포된 기공유도물질을 완전하게 제거할 수 있다.

<133> 구체적으로, 극성혼합용매를 침전물이 잠길 정도로 충분히 붓고, 가열하여 리플릭스 조건으로 20 내지 30 시간 동안 교반한 후, 뜨거운 상태에서 거른 후 냉각함으로써 수행할 수 있다.

<134> 이때, 상기 극성혼합용액으로 예를 들어 2-프로판올/초산이 9/1의 비율로 혼합된 혼합용매를 사용할 수 있으나, 상기 극성혼합용매가 이에 제한되는 것은 아니다.

<135>

<136> 한편, 상기 단계 3의 분리 후, 분리된 유기 모노리트를 건조하는 단계를 더 포함할 수 있다.

<137> 구체적으로는 상기 단계 3에서 얻어진 정제된 유기 모노리트 분말을 넓게 펼쳐서 먼지 보호막 아래에서 상온 건조함으로써 수행할 수 있다. 바람직하게는 상온에서 24시간 이상 건조하는 것이 바람직하며, 제조된 분말을 차폐되고 건조한 용기에 보관하는 것이 바람직하다.

<138>

<139> 본 발명은,

<140> 상기 제조방법에 따라 제조되며,

<141> 0.3 내지 10 μm 의 기공크기 및 1 내지 4 ml/g의 총 기공 부피를 갖는 유기 모노리트 분말을 제공한다.

<142>

<143> 본 발명은 입자 크기(구형의 입자가 뭉쳐진 덩어리의 크기)는 0.5 내지 100 μm 이고, 기공 크기는 0.2 내지 10 μm 이며, 총 동공부피가 1 내지 4 mL/g인 유기모노리트 분말을 제공하는데, 이것은 크로마토그래피나 고체상추출법의 정지상으로 사용할 수 있다.

<144>

고성능 액체 크로마토그래피 컬럼용으로는 입자 크기는 1 내지 40 μm 이고 기공 크기는 0.5 내지 3 μm 인 유기 모노리트 분말이 정지상의 성능 면에서 바람직하

다.

<145>

<146>

본 발명에 의한 유기 모노리트 분말은 메조크기의 기공은 거의 없고, 총 기공부피가 큰 매크로 크기의 기공으로 구성되어 있는데, 상기 매크로 기공이 모노리트 내부에 존재하지 않고, 다양하게 비틀리고 꼬인 모노리트 입자가 생성되는 가운데, 자연적으로 표면 부근에 박혀 있는 형태로 되어 있고 이로 인하여 물질 전달속도가 빨라져서 크로마토그래피 분리 효율이 증대되는 효과가 있다. 또한, 모노리트 형태로 인하여 충전 용매의 흐름이 빠르고 힘이 있어서 충전효율이 좋아지고 최대한 조밀한 충전 구조를 얻을 수 있으므로, C18부착 5 μm 실리카 분말의 분리효율과 유사한 우수한 분리효율을 얻을 수 있다.

<147>

<148>

또한, 본 발명은,

<149>

상기 유기 모노리트 분말을 포함하는 마이크로컬럼을 제공한다.

<150>

<151>

상기 유기 모노리트 분말을 내벽에 유리가 코팅된 스테인레스 스틸관에 충전함으로써 액체크로마토그래피용 컬럼이 제조될 수 있다.

<152>

이때, 상기 충전은 15,000 psi에서 5분, 10,000 psi에서 10분, 8,000 psi에서 30분간 진동을 가하는 슬러리 충전법을 사용할 수 있으나, 상기 충전 방법이 이에 제한되는 것은 아니다.

<153>

【발명의 실시를 위한 형태】

<154>

이하, 실시예를 통하여 본 발명을 상세히 설명한다. 단, 하기의 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

<155>

<156>

<실시예 1>

<157>

단계 1: 메타크릴산 1.35 mL, 에틸렌글리콜디메타크릴레이트 1.14 mL, 2.00 mL 이소옥탄, 그리고 톨루엔 10.0 mL를 리플렉스 장치가 부착된 용기에 넣고, 질소 퍼징을 20 분간 수행하여 산소를 제거하고 70 $^{\circ}\text{C}$ 로 가열하였다.

<158>

<159>

단계 2: 질소 기류 하에서 상기 가열된 혼합용액에 분자량 10만의 폴리에틸렌글리콜 100 mg과 아조비스이소부티로니트릴 50 mg를 신속하게 가하고 교반하여

녹이고, 교반을 중지한 다음 70 °C에서 24시간 반응하여 부드러운 유기모노리트를 생성하였다.

<160>

<161> 단계 3: 상기 유기 모노리트가 생성된 혼합용액을 30분간 교반하여 분쇄하고, 10분간 방치하여 침전이 가라앉은 뒤 상등액을 스포이드로 제거하였다.

<162> 침전에 아세톤 30 mL를 가하여 30 분간 교반하고 10 분간 방치하여 침전이 가라앉은 뒤 상등액을 스포이드로 제거하는 과정을 2번 반복하였다.

<163> 다시 침전에 부피비 9/1인 2-프로판올/초산 혼합용매 50 mL를 가하고 80 °C 리플릭스 조건에서 24 시간 동안 교반하여 내포된 기공유도물질을 완전하게 제거하였다.

<164> 마지막으로 상온에서 침전에 아세톤 30 mL를 가하여 30 분간 교반하고 10 분간 방치하여 침전이 가라앉은 뒤 상등액을 스포이드로 제거하는 과정을 3번 반복하였다.

<165>

<166> 단계 4: 상기 침전을 거르고 먼지가 떨어지는 것을 막는 보호막 아래서 상온으로 하루 밤 정도 건조하고 데시케이터에 보관하여 유기 모노리트 분말을 제조하였다.

<167>

<168> 단계 5: 상기 유기 모노리트 분말을 메탄올 용액에 분산시키고, 이 분산액을 내벽에 유리가 코팅된 스테인레스 스틸관에 15,000 psi에서 5분, 10,000 psi에서 10분 및 8,000 psi의 압력에서 30분간 진동을 가하는 슬러리 충전법으로 충전하여 마이크로컬럼 (내경 1mm, 길이 30cm)을 제조하였다.

<169>

<170> <실시예 2>

<171> 상기 실시예 1의 단계 2에서 폴리에틸렌글리콜 50 mg을 혼합하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제작하였다.

<172>

<173> <실시예 3>

<174> 상기 실시예 1의 단계 2에서 폴리에틸렌글리콜 200 mg을 혼합하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제작하였다.

<175>

<176> <실시예 4>

<177> 상기 실시예 1의 단계 2에서 분자량 2만의 폴리에틸렌글리콜을 혼합하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제작하였다.

<178>

<179> <실시예 5>

<180> 상기 실시예 1의 단계 2에서 분자량 40만의 폴리에틸렌글리콜을 혼합하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제작하였다.

<181>

<182> <비교예 1>

<183> 단계 1: 메타크릴산 270 μl , 에틸렌글리콜디메타크릴레이트 228 μl , 400 μl 이소옥탄, 톨루엔 1.5 ml 그리고 아조비스이소부티로니트릴 10 mg 및 분자량 10000의 폴리에틸렌글리콜 24 mg을 용기에 준비하고, 질소 퍼징을 10 분간 수행하였다.

<184>

<185> 단계 2: 상기 혼합용액을 70 °C에서 24시간 반응하여 부드러운 유기모노리트를 생성하였다.

<186>

<187> 단계 3: 상기 유기 모노리트가 생성된 혼합용액을 스패툴라(spatula)로 분쇄하고, 리플렉스가 있는 둥근바닥 플라스크에 이동시킨 후, 2-프로판올/초산 혼합용매 30 mL를 가하고 리플렉스 하에서 24시간 동안 교반하였다. 상기 리플렉스 세척 단계는 두 번 수행하였다.

<188>

<189> 단계 4: 상기 세척된 유기 모노리트 분말을 거르고, 아세톤으로 헹군 후, 상온에서 건조하여 유기 모노리트 분말을 제조하였다.

<190>

<191> 단계 5: 상기 유기 모노리트 분말을 메탄올 용액에 분산시키고, 이 분산액을 내벽에 유리가 코팅된 스테인레스 스틸관에 14,000 psi에서 5분, 10,000 psi에서 10분 및 8,000 psi의 압력에서 40분, 다시 14,000 psi에서 5분간 진동을 가하는 슬러리 충전법으로 충전하여 마이크로컬럼 (내경 0.5mm, 길이 30cm)을 제조하였다.

<192>

<193> <비교예 2>

<194> 상기 비교예 1의 단계 1에서 폴리에틸렌글리콜 36 mg을 준비하는 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제조하였다.

<195>

<196> <비교예 3>

<197> 상기 비교예 1의 단계 1에서 폴리에틸렌글리콜 48 mg을 준비하는 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일하게 수행하여 마이크로컬럼을 제조하였다.

<198>

<199> <실험예 1> 유기 모노리트 분말의 특성 측정

<200> 상기 실시예 1의 단계 3에서 제조된 유기 모노리트 분말의 특성을 관찰하기 위하여, 주사전자현미경(Hitachi (일본) S-4200 FE-SEM 기기), 투과전자현미경(JEOL (미국) JEM 2100F 기기)로 입자의 형상을 관찰하여 그 결과를 도 1 및 도 2에 도시하였고, 입자 크기분포 측정법(Malvern (영국) Mastersizer 2000 기기)으로 입자크기의 분포를 관찰하여 그 결과를 도 3에 도시하였으며, BET/BJH 질수 흡착/탈착법(BEL-Japan (일본) BELSORP-Max 기기), 수은 침투 기공 측정법 (mercury intrusion porosimetry, Micrometrics (미국) Autopore IV 기기)으로 기공(기공)의 분포를 관찰하고 그 결과를 도 4 및 표 1에 도시하였다.

<201>

<202> 도 1 및 도 2에 나타난 바와 같이, 직경 1 μm 미만의 구형 기본입자들이 결합하여 모노리트 구조를 형성하면서 5 내지 30 μm 의 크기를 가진 다양한 모양의 모노리트 입자들이 생성되며, 그 모노리트 입자의 표면 부근에 0.2 내지 5 μm 의 기공이 형성되어 있는 것을 확인할 수 있다.

<203>

<204> 도 3에 나타난 바와 같이, 부피 기반 입자크기 분포에 따르면 평균 입자크기가 15 μm 이고 대부분은 5 내지 30 μm 의 범위에 있어서 그 분포가 매우 넓은 것을 알 수 있다.

<205>

<206> 【표 1】

	BET 특정표면적	메조기공의 총부피
실시예 1	4.2 m^2/g	0.007 mL/g

<207>

<208> 표 1에 나타난 바와 같이, BET/BJH 질수 흡착/탈착법의 결과에 따르면, BET 특정표면적은 4.2 m^2/g 이고, 메조크기의 기공의 총부피는 0.007 mL/g 에 불과한 것으로 나타났다.

<209>

<210> 도 4에 나타난 바와 같이, 기공 크기가 0.5 μm 미만인 기공이 총 기공부피(

메소크기 및 매크로크기의 기공)에 기여하는 기여도는 무시할 만하고, 따라서 총 기공 부피는 3.0 내지 3.4 mL/g 인 것으로 나타났다. 이 중 기공 크기가 대략 10 μm 이상인 기공들은 입자에 내재하는 기공이 아니라 입자간 존재하는 틈새 부피에 의한 것으로 입자 자체의 실제 총 기공부피는 위 측정치보다 다소 작아서 2.0 내지 3.0 mL/g 정도이다.

<211>

<212> <실험예 2> 유기 모노리트 분말로 제조된 컬럼의 특성 측정

<213> 상기 실시예 1 내지 실시예 5 및 비교예 1 내지 3에서 제조된 마이크로컬럼의 크로마토그래피 성능을 조사하기 위하여, 액체크로마토그래피를 이용하여 N-메틸아닐린, 페놀, 아세트페논, 벤젠 및 톨루엔의 혼합용액을 시료로 하고, 0.1% 트리플루오로초산을 함유하고 아세트니트릴과 물이 40/60 부피%로 혼합된 용액을 이동상으로 하여, 15 μl /분의 유속으로 이동시켜 분리효율을 측정하였고, 용리순서는, N-메틸아닐린, 페놀, 아세트페논, 벤젠, 톨루엔 순이다. 그 결과를 표 2 및 도 5, 표 3 및 도 6, 표 4에 도시하였다.

<214> 이때, 도 5 및 6에서 각 용질에 대하여 측정된 이론단수(N)은 $5.54(t_R/W_{1/2})^2$ 에 의하여 계산되었으며, t_R 은 물질의 머무름 시간이고, $W_{1/2}$ 는 크로마토그램에서 피크 높이가 1/2인 지점의 피크 너비이다.

<215>

<216> 【표 2】

	PEG 함량	N-메틸 아닐린	페놀	아세트 페논	벤젠	톨루엔
실시예 1	100 mg	10,400	16,100	15,300	14,700	13,900
실시예 2	50 mg	8,900	14,000	12,100	12,900	12,700
실시예 3	200 mg	8,400	11,000	11,400	11,600	11,000

<217>

<218> 표 2 및 도 5에 도시한 바와 같이, 이론단수값은 실시예 1의 경우 가장 높았으며, 다음으로 폴리에틸렌글리콜 함량이 50 mg인 실시예 2, 200 mg인 실시예 3의 순으로 나타났다.

<219> 이로부터, 폴리에틸렌글리콜의 최적사용량은 실시예 1의 반응용액에 대하여 100 mg인 것으로 밝혀졌다.

<220>

<221> 【표 3】

	PEG 분자량	N-메틸 아닐린	페놀	아세트 페논	벤젠	톨루엔
실시예 1	100,000	10,400	16,100	15,300	14,700	13,900
실시예 4	20,000	5,300	10,600	10,000	10,200	9,900
실시예 5	400,000	9,200	11,100	97,00	10,900	10,800

<222>

<223>

표 3 및 도 6에 도시한 바와 같이, 이론단수값은 실시예 1의 경우 가장 높았으며, 다음으로 아세트페톤의 경우를 제외하고는 폴리에틸렌글리콜 분자량이 400,000인 실시예 5, 20,000인 실시예 4의 순으로 나타났다.

<224>

이로부터, 폴리에틸렌글리콜의 최적분자량은 100,000인 것으로 밝혀졌다.

<225>

<226>

【표 4】

	PEG 첨가량(mg)	N-메틸 아닐린	페놀	아세트 페논	벤젠	톨루엔
비교예 1	24	1,300	3,900	3,200	3,800	3,100
비교예 2	36	1,600	4,100	3,900	4,400	2,500
비교예 3	48	1,600	2,900	2,600	2,900	2,600

<227>

<228>

표 4에 나타난 바와 같이, 비교예 1 내지 비교예 3의 이론단수값은 2500 내지 4400으로 실시예 1 내지 5에 비하여 상당히 낮은 수치로 나타났다.

<229>

<230>

이를 통해, 실시예 1의 최적의 유기 모노리트 분말로 충전한 컬럼으로부터 얻은 결과를 보면, 그 이론단수가 10,000 내지 16,000 정도로서 상업화된 5 μ m의 C18 컬럼에 비견할만한 좋은 결과를 얻을 수 있음을 알 수 있다.

【청구의 범위】**【청구항 1】**

기능성 모노머 및 가교 모노머와 용매를 혼합하여 혼합용액을 제조하고, 혼합용액 내의 산소를 제거하는 단계(단계 1);

상기 혼합용액에 2만 내지 100만의 분자량을 갖는 기공유도물질 및 중합개시제를 혼합한 후, 중합반응을 진행하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 중합반응이 수행된 혼합용액에서 유기 모노리트를 분리하는 단계(단계 3);를 포함하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 2】

제1항에 있어서,

상기 단계 1의 혼합용액은 용매 100 중량부에 대하여, 기능성 모노머 3 내지 20 중량부 및 가교 모노머 5 내지 20 중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 3】

제1항에 있어서,

상기 단계 1의 혼합은 50 내지 80 °C의 온도에서 10분 내지 1시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 4】

제1항에 있어서,

상기 단계 1의 혼합용액 내의 산소 제거는 질소 퍼징하여 수행되는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 5】

제1항에 있어서,

상기 단계 2의 기공유도물질은 상기 단계 1의 용매 100 중량부에 대하여 0.5 내지 5 중량부, 상기 단계 2의 중합개시제는 상기 단계 1의 용매 100 중량부에 대하여 0.1 내지 2 중량부의 함량으로 포함되는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 6】

제1항에 있어서,

상기 단계 2의 혼합은 50 내지 80 ℃의 온도에서 10분 내지 30분 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 7】

제1항에 있어서,

상기 단계 2의 중합반응은 혼합을 중지한 후, 50 내지 80 ℃의 온도에서 6 내지 48시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 8】

제1항에 있어서,

상기 단계 3의 분리는 상기 단계 2의 중합반응이 진행된 혼합용액을 교반하고, 침전물이 침전된 후 상등액을 제거하는 공정을 반복함으로써 수행되는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 9】

제8항에 있어서,

상기 교반은 1 내지 60분 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 10】

제8항에 있어서,

상기 상등액의 제거 후, 다시 교반을 수행하기 전에 아세톤, 아세토니트릴 및 메탄올로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 세척액을 도입하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 11】

제8항에 있어서,

상기 상등액의 제거 후, 다시 교반을 수행하기 전에 극성혼합용매를 도입하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

【청구항 12】

제1항에 있어서,

상기 단계 3의 분리 후, 분리된 유기 모노리트를 건조하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 모노리트 분말의 제조방법.

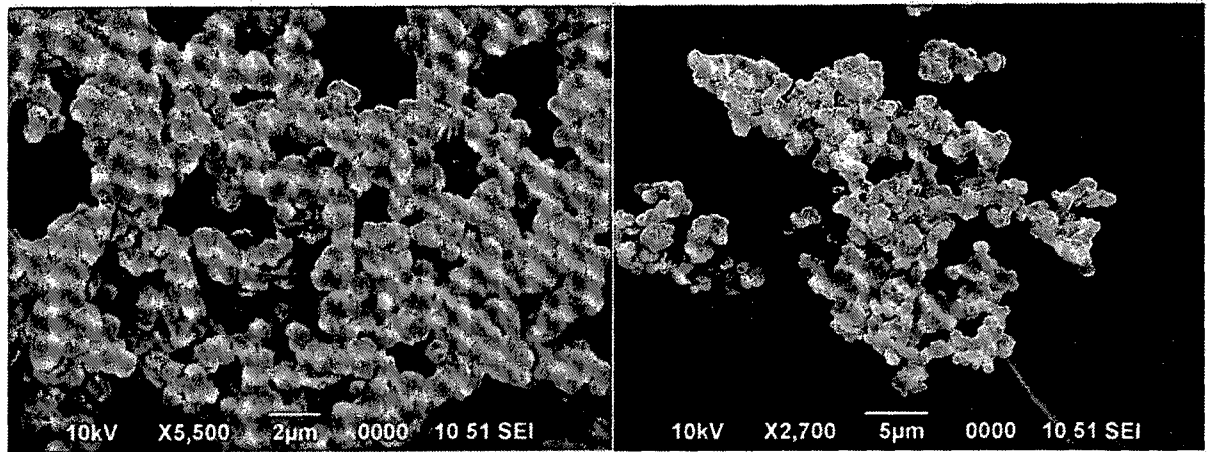
【청구항 13】

제1항의 제조방법에 따라 제조되며,

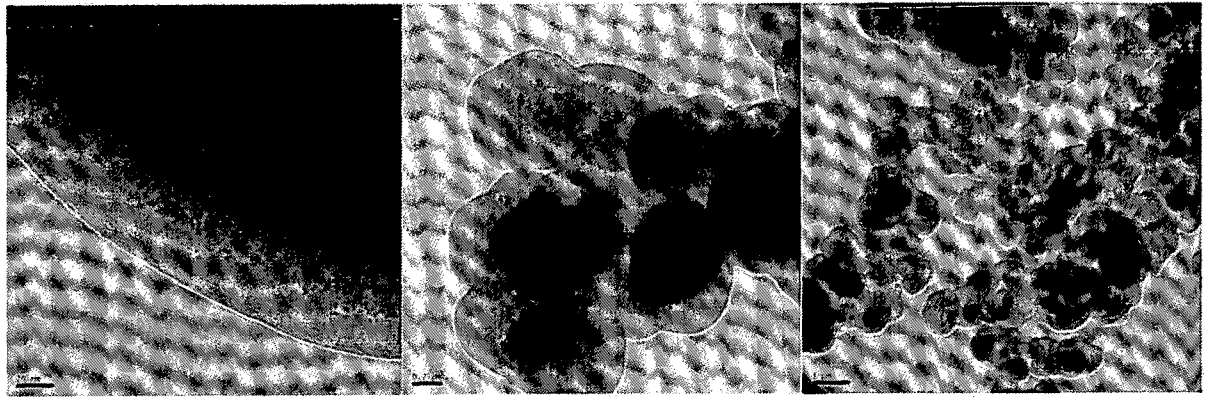
0.3 내지 10 μm 의 기공크기 및 1 내지 4 ml/g의 총 기공 부피를 갖는 유기 모노리트 분말.

【도면】

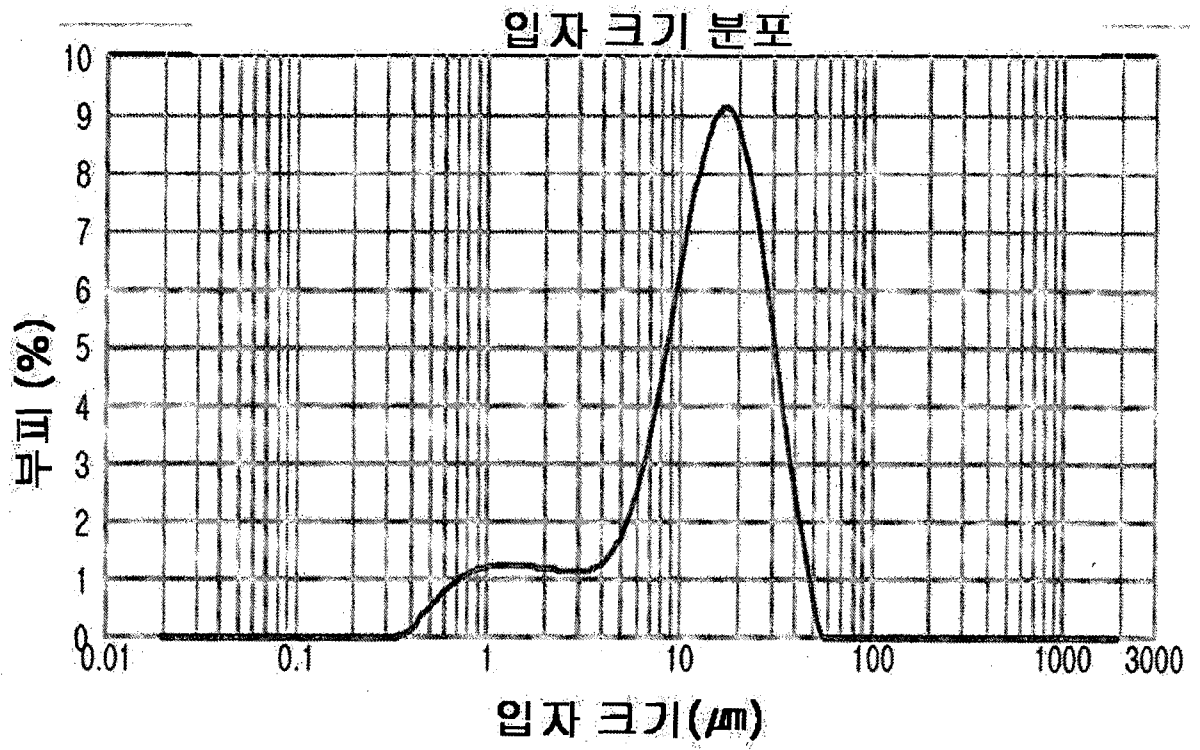
【도 1】



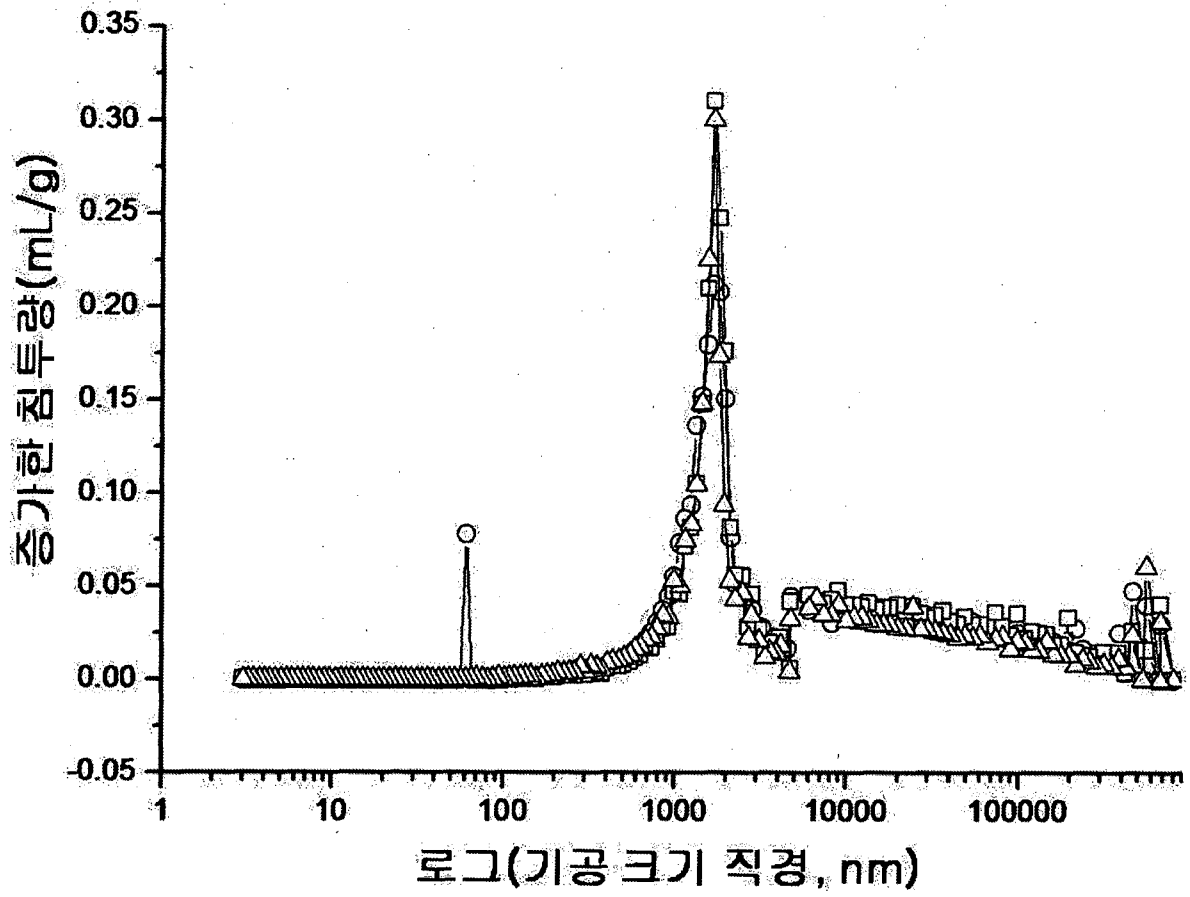
【도 2】



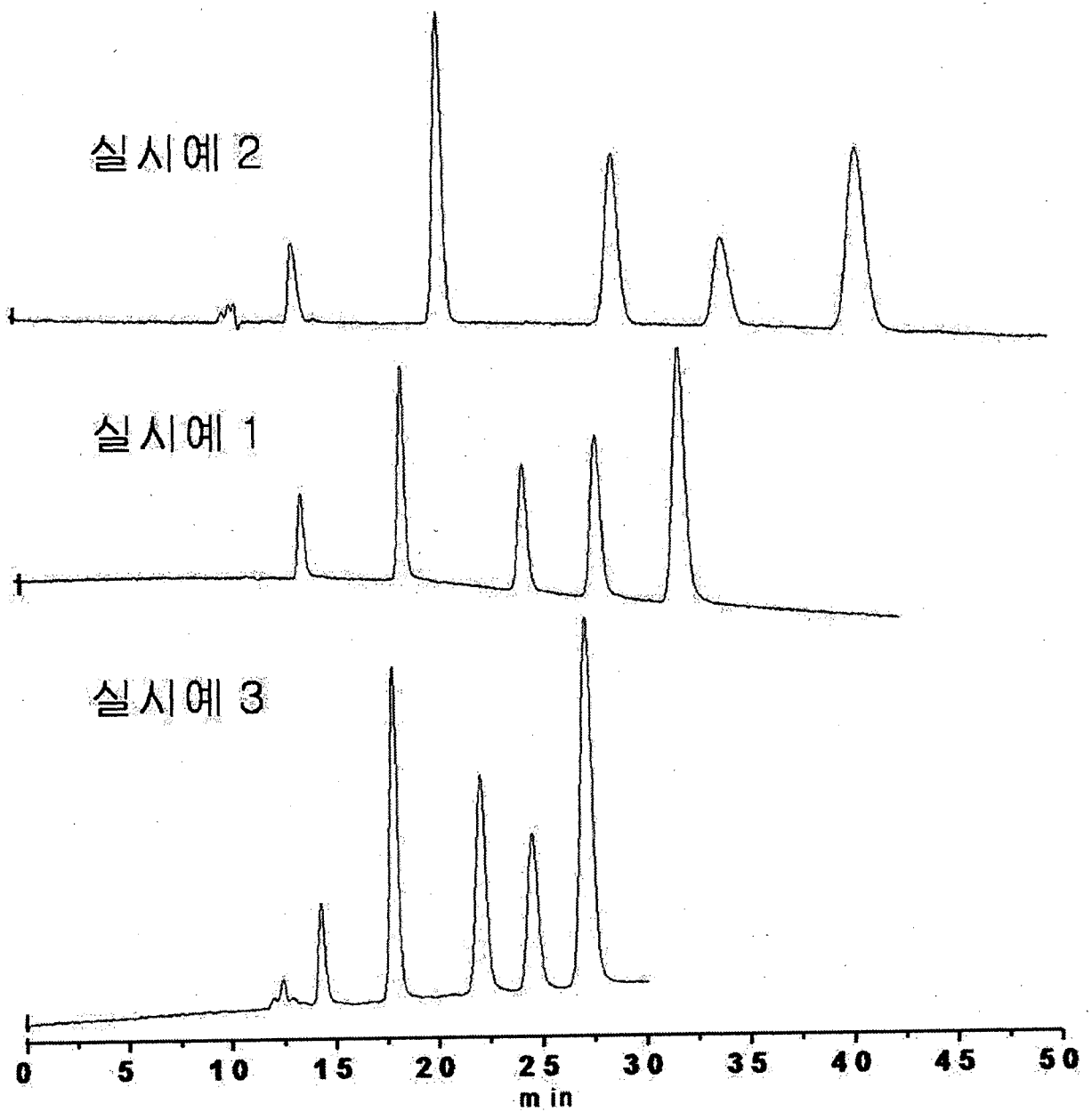
【도 3】



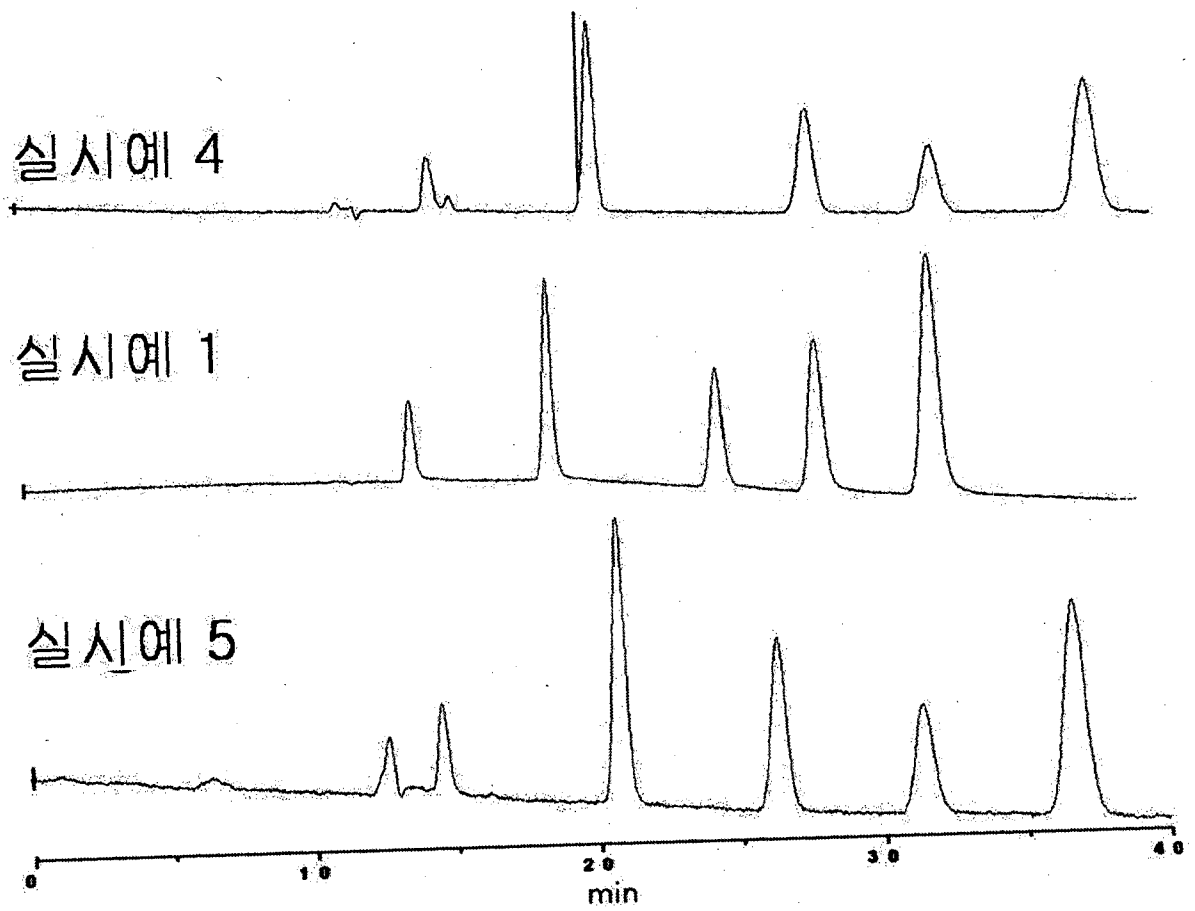
[도 4]



【도 5】



【도 6】



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2014/003185**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C04B 14/02(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B 14/02; C08J 5/20; G01N 30/88; C08F 2/18; C02F 1/28; B01J 20/281; G01N 30/14; G01N 30/06; C08J 9/24; B01J 39/18; C08J 9/26; B01J 20/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above
Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: monolith, chromatography, pore

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2006-126387 A1 (NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION KYOTO INSTITUTE OF TECHNOLOGY et al.) 30 November 2006 See the detailed description of the invention paragraph [0055], claim 1.	1-13
Y	KR 10-2006-0110031 A (HANNAM UNIVERSITY INSTITUTE FOR INDUSTRY-ACADEMIA COOPERATION) 24 October 2006 See abstract and claims 1, 5, 9.	1-13
X	JP 2007-154081 A (JAPAN ORGANO CO LTD et al.) 21 June 2007 See abstract and claim 6	13
A	JP 2005-530905 A (GE HEALTHCARE BIO-SCIENCES AB) 13 October 2005 See content of the entire document.	1-13
A	JP 2009-007550 A (JAPAN ORGANO CO LTD) 15 January 2009 See content of the entire document.	1-13
A	JP 2007-017445 A (GE HEALTHCARE BIOSCIENCE KK) 25 January 2007 See content of the entire document.	1-13



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 SEPTEMBER 2014 (30.09.2014)

Date of mailing of the international search report

30 SEPTEMBER 2014 (30.09.2014)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2014/003185

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
WO 2006-126387 A1	30/11/2006	JP 05147052 B2 US 2009-0045119 A1 US 8696901 B2	20/02/2013 19/02/2009 15/04/2014
KR 10-2006-0110031 A	24/10/2006	NONE	
JP 2007-154081 A	21/06/2007	JP 4919318 B2	18/04/2012
JP 2005-530905 A	13/10/2005	AT 425195 T AU 2003-239033 A1 CA 2488168 A1 CA 2488168 C DE 60326579 D1 EP 1516001 A1 EP 1516001 B1 JP 04324553 B2 SE 0202016 D0 US 2005-0245624 A1 US 7662866 B2 WO 2004-003043 A1	15/03/2009 19/01/2004 08/01/2004 22/02/2011 23/04/2009 23/03/2005 11/03/2009 02/09/2009 27/06/2002 03/11/2005 16/02/2010 08/01/2004
JP 2009-007550 A	15/01/2009	JP 05290603 B2	18/09/2013
JP 2007-017445 A	25/01/2007	NONE	

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C04B 14/02(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C04B 14/02; C08J 5/20; G01N 30/88; C08F 2/18; C02F 1/28; B01J 20/281; G01N 30/14; G01N 30/06; C08J 9/24; B01J 39/18; C08J 9/26; B01J 20/26

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 모노리스, 크로마토그래피, 기공

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	WO 2006-126387 A1 (NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION KYOTO INSTITUTE OF TECHNOLOGY 외 5명) 2006.11.30 발명의 상세한 설명 [0055]단락, 청구항 1 참조.	1-13
Y	KR 10-2006-0110031 A (한남대학교 산학협력단) 2006.10.24 요약 및 청구항 1,5,9 참조.	1-13
X	JP 2007-154081 A (JAPAN ORGANO CO LTD 외 1명) 2007.06.21 요약 및 청구항 6 참조	13
A	JP 2005-530905 A (GE Healthcare Bio-Sciences AB) 2005.10.13 문헌 전체 기재 참조.	1-13
A	JP 2009-007550 A (JAPAN ORGANO CO LTD) 2009.01.15 문헌 전체 기재 참조.	1-13
A	JP 2007-017445 A (GE HEALTHCARE BIOSCIENCE KK) 2007.01.25 문헌 전체 기재 참조.	1-13

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2014년 09월 30일 (30.09.2014)

국제조사보고서 발송일

2014년 09월 30일 (30.09.2014)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

 대한민국 특허청
(302-701) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-472-7140

심사관

김란

전화번호 +042-0481-8304



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
WO 2006-126387 A1	2006/11/30	JP 05147052 B2 US 2009-0045119 A1 US 8696901 B2	2013/02/20 2009/02/19 2014/04/15
KR 10-2006-0110031 A	2006/10/24	없음	
JP 2007-154081 A	2007/06/21	JP 4919318 B2	2012/04/18
JP 2005-530905 A	2005/10/13	AT 425195 T AU 2003-239033 A1 CA 2488168 A1 CA 2488168 C DE 60326579 D1 EP 1516001 A1 EP 1516001 B1 JP 04324553 B2 SE 0202016 D0 US 2005-0245624 A1 US 7662866 B2 WO 2004-003043 A1	2009/03/15 2004/01/19 2004/01/08 2011/02/22 2009/04/23 2005/03/23 2009/03/11 2009/09/02 2002/06/27 2005/11/03 2010/02/16 2004/01/08
JP 2009-007550 A	2009/01/15	JP 05290603 B2	2013/09/18
JP 2007-017445 A	2007/01/25	없음	