



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2007년07월03일
G01N 30/02 (2006.01)	(11) 등록번호	10-0735113
G01N 30/00 (2006.01)	(24) 등록일자	2007년06월27일

(21) 출원번호	10-2006-0074745	(65) 공개번호
(22) 출원일자	2006년08월08일	(43) 공개일자
심사청구일자	2006년08월08일	

(73) 특허권자 학교법인 포항공과대학교
 경북 포항시 남구 효자동 산31번지

 포항공과대학교 산학협력단
 경상북도 포항시 남구 효자동 산31

(72) 발명자 장태현
 경북 포항시 남구 지곡동 교수아파트 7동 701호

 박수진
 990 North Pleasant Street Apt. #H-6 Amherst, MA, 01002, USA

 조희숙
 990 North Pleasant Street Apt. #H-6 Amherst, MA, 01002, USA

(74) 대리인 박상훈

(56) 선행기술조사문헌
WO03067355 A2

심사관 : 김명희

전체 청구항 수 : 총 28 항

(54) 고온 액체크로마토그래피에 적용을 위한 이동상 용매의압력 및 온도조절 장치

(57) 요약

본 발명은 액체크로마토그래피 장치를 이동상 용매의 끓는 점 이상의 온도에서 작동할 수 있도록 하는 장치이다. 컬럼을 고온으로 가열해서 분리할 때 용매가 끓는 것을 방지하기 위해서 컬럼과 검출기 사이를 작은 내경의 모세관으로 연결해서 컬럼에 걸리는 압력을 증가시킴으로써 이동상 용매의 끓는점을 상승시켜 고온에서 분석이 가능하도록 하였다. 이 모세관은 압력조절 장치로서의 구실과 함께, 방열판을 부착하고 공기 팬을 설치하여 높은 온도의 이동상 용매가 검출기를 도달하기 전에 상온으로 냉각하는 구실도 병행하도록 고안되었다. 모세관의 길이 또는 내경을 조절함으로써 컬럼에 가해지는 압력을 손쉽게 조절할 수 있으며, 기존 크로마토그래피 시스템의 간단한 변형으로 고온에서 크로마토그래피 분리를 할 수 있어, 빠른 시간 내에 높은 분리능을 가지고 물질을 분리/분석할 수 있는 유용한 시스템이다. 또한 컬럼과 강한 상호작용을 하는 물질들이 고온에서 상호작용이 약해지는 점을 이용하여 상온에서는 분리가 어려운 다양한 물질의 분리/분석에 응용 가능하다.

대표도

도 1

특허청구의 범위

청구항 1.

모세관을 이용하여 컬럼에 걸리는 압력을 조절하는 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 모세관은 검출기 전에 장착되는 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피.

청구항 3.

제 1 항에 있어서, 상기 모세관의 직경과 길이가 변경가능한 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피.

청구항 4.

펌프, 액체크로마토그래피 컬럼, 컬럼 온도조절장치, 감지기 및 상기 컬럼과 감지기 사이에는 설치되는 압력조절용 모세관을 포함하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 5.

제4항에 있어서, 상기 모세관에는 냉각장치가 부착된 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 6.

제 5 항에 있어서, 상기 냉각장치는 공냉식 냉각장치인 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 7.

제4항에 있어서, 상기 컬럼에는 이동상의 증기압 이상의 압력이 가해지는 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 8.

제4항에 있어서, 상기 컬럼은 고분자 분석용 크기배제컬럼인 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 9.

제4항에 있어서, 상기 컬럼온도조절장치는 오븐인 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 10.

제4항에 있어서, 상기 감지기는 상온 상압용 검출기인 고온 액체크로마토그래피.

청구항 11.

고온에서 액체크로마토그래피를 이용하여 시료를 분석하는 방법에 있어서, 모세관을 이용하여 컬럼의 압력을 조절하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12.

제11항에 있어서, 상기 모세관은 컬럼과 검출기 사이에 설치되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13.

제11항에 있어서, 상기 압력은 이동상의 증기압 이상으로 유지되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14.

제11항 또는 제12항에 있어서, 상기 이동상은 모세관을 통과하면서 냉각되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15.

제14항에 있어서, 상기 냉각은 공냉식 냉각인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 16.

제15항에 있어서, 상기 공냉식 냉각은 방열판, 냉각팬, 또는 이들의 조합인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17.

제12항에 있어서, 상기 검출기는 상온 상압용 검출기인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 18.

제11항에 있어서, 상기 압력을 조절하기 위해서 모세관의 내경과 길이가 조절되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 19.

제11항에 있어서, 상기 컬럼은 크기배제컬럼인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 20.

제19항에 있어서, 상기 크기배제컬럼은 고분자 분석용 크기배제컬럼인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 21.

컬럼에 연결되는 모세관과 상기 모세관의 냉각장치로 이루어지는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도 조절장치.

청구항 22.

제21항에 있어서, 상기 장치는 컬럼과 검출기 사이에 장착되는 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도 조절장치.

청구항 23.

제21항에 있어서, 상기 냉각장치는 공냉식인 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도 조절장치.

청구항 24.

제23항에 있어서, 상기 공냉식 냉각장치는 냉각팬인 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도 조절장치.

청구항 25.

제23항에 있어서, 상기 모세관의 압력에 따라 내경과 길이가 변경가능한 것을 특징으로 하는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도조절장치.

청구항 26.

펌프, 액체크로마토그래피 컬럼, 컬럼 온도조절장치, 감지기를 포함하며, 상기 컬럼과 감지기 사이에는 설치되는 컬럼 압력조절 장치 및 냉각장치를 포함하는 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 27.

제26항에 있어서, 상기 압력조절장치는 이동상의 유로를 감소시키는 것임을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

청구항 28.

제26항에 있어서, 상기 감지기는 상온 및 상압의 이동상을 감지하는 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 액체크로마토그래피에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 이동상의 압력과 온도를 조절할 수 있는 장치를 포함하여 고온에서 시료의 분석이 가능한 액체크로마토그래피 및 그 분석 방법에 관한 것이다.

크로마토그래피는 단분자 및 고분자 물질의 분리 및 분석에 있어 중요한 도구이다. 기존의 분석은 주로 상온 근처에서 이루어져 왔으나 근래에는 높은 온도를 이용하여 단분자 및 고분자 물질의 분리 및 분석이 본격적으로 시도되고 있다. 높은 온도에서 크로마토그래피를 수행하는 장점은 다음과 같다. 이동상 용매의 점도를 떨어뜨려 컬럼에 걸리는 압력을 줄이고, 이로 인해 이동상 용매의 흐름속도를 증가시켜 빠른 시간 내에 분석이 가능한 것이다. 또한, 높은 온도는 특히 분자량이 큰 고분자의 확산속도를 증가시켜 분석하는 시스템의 분리능을 향상시키는 역할을 한다.

기존에 고온 크기배제 크로마토그래피 기술이 있었지만 이는 주로 결정성 고분자의 분석에 사용되어 왔다. 결정성 고분자는 높은 온도에서만 이동상 용매에 녹을 수 있으므로 낮은 온도에서는 크로마토그래피 분석이 불가능하였다.

최근에 사용되고 있는 높은 온도에서의 액체 크로마토그래피는 상온 크로마토그래피에서 간단한 변형이 아닌 복잡한 구조를 가지고 있다. 한 예로 검출기 뒤에 압력 조절장치를 부착하여 컬럼 및 검출기에 압력을 걸리게 하여 이동상 용매가 끓는 것을 방지하는 시스템이다. (Anal. Chim. Acta 414 (2000) 71-78, Anal. Chem. 72 (2000) 1253-1262) 압력 조절장치를 검출기 뒤에 부착하는 것은 검출기 셀에 압력을 부가하는 것이므로 굴절을 검출기와 같이 압력에 약한 셀의 사용에 제한이 있는 단점을 가지고 있다. 다른 예로 컬럼을 빠져 나온 이동상의 온도를 낮추기 위해 길이가 긴 튜빙에 열전소자(thermoelectric 또는 peltier device) (PCT publication number: WO 03/072217 A1)를 부착하거나 냉각액 속을 통과시켜 (Anal. Chem. 72 (2000) 1253-1262) 이동상 용매를 냉각시키는 방법이 사용되었다.

이에 따라, 고온에서 분석이 가능하면서도 컬럼에만 선택적으로 압력을 가할 수 있고 또한 고온의 이동상을 손쉽게 냉각하여 상온 상압 상태에서 시료를 검출할 수 있는 방법과 장치에 대한 요구가 계속되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 액체크로마토그래피에 부착되어 컬럼에 압력을 가할 수 있는 장치를 제공하는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 컬럼에 압력을 가할 수 있는 장치를 포함하는 신규한 액체크로마토그래피 장치를 제공하는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 컬럼에 압력을 가할 수 있는 장치를 포함하는 고온에서 사용할 수 있는 신규한 액체크로마토그래피 장치를 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 액체크로마토그래피 장치의 컬럼에 압력을 가해 고온에서 시료를 분석할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성

상기와 같은 목적을 달성하기 위해, 본 발명의 액체크로마토그래피는 모세관을 이용하여 컬럼에 걸리는 압력을 조절하도록 구성된다.

본 발명에 있어서, 상기 모세관은 액체크로마토그래피의 컬럼에만 선택적으로 압력을 가할 수 있도록 컬럼 뒤에 부착되는 것이 바람직하며, 압력에 민감한 검출장치를 보호하거나 상압에서 사용가능한 검출장치를 사용할 수 있도록 검출기 전에 부착되는 것이 더욱 바람직하다.

본 발명에 있어서, 상기 모세관은 액체크로마토그래피의 컬럼에 걸리는 압력을 조절할 수 있도록 내경과 길이를 조절할 수 있다. 발명의 일 실시예에서, 작동시 요구되는 압력에 따라 내경과 길이가 다른 모세관을 설치함으로써 이루어질 수 있다.

본 발명은 일 측면에 있어서, 펌프, 액체크로마토그래피 컬럼, 컬럼 온도조절장치, 감지기 및 상기 컬럼과 감지기 사이에는 설치되는 압력조절용 모세관을 포함하는 고온 액체크로마토그래피로 이루어진다.

본 발명에 있어서, 상기 펌프는 액체크로마토그래피 분석장치에서 사용되는 통상의 고압펌프로서, 이동상을 고정된 컬럼 내로 펌핑하는 역할을 하게 된다.

본 발명에 있어서, 상기 컬럼온도조절장치는 컬럼에 열을 가하여 컬럼 및 이동상의 온도를 조절할 수 있는 장치로서 오븐을 이용할 수 있다. 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 오븐은 시간에 따라 온도의 조절이 가능한 오븐일 수 있다.

본 발명에 있어서, 상기 감지기는 액체크로마토그래피에서 사용되는 통상의 감지기, 예를 들어 자외선/가시광선 흡광도 검출기나 굴절률 검출기 등, 상온 상압에서 작동할 수 있는 검출기를 사용할 수 있다.

본 발명에 있어서, 상기 압력조절용 모세관은 액체크로마토그래피의 컬럼에 걸리는 압력을 조절할 수 있도록 내경과 길이를 조절할 수 있으며, 상기 모세관을 통과하면서 가열된 이동상의 온도가 상온으로 낮아질 수 있도록 냉각장치가 부착될 수 있다. 본 발명의 실시예에 있어서, 상기 냉각장치는 장비의 간소화를 위해서 공냉식 냉각장치를 사용할 수 있으며, 바람직하게는 냉각팬, 방열판, 또는 이들의 조합을 이용할 수 있다.

본 발명에 있어서, 상기 컬럼에는 컬럼과 검출기 사이에 압력조절용 모세관이 설치됨에 따라 이동상에 분석 온도에 따른 증기압 이상의 압력이 가해지게 된다. 이론적으로 한정되는 것은 아니지만 컬럼을 빠져나가는 유로가 모세관에 의해서 좁아짐에 따라 컬럼내 압력이 높아지게 되는 것이다. 컬럼내 압력이 높아지게 되면, 이동상으로 사용되는 용매의 끓는점이 상승하게 되어 고온에서도 액체크로마토그래피 컬럼을 이용한 분석이 가능하게 되는 것이다. 용매의 압력에 따른 끓는점의 상승정도는 하기와 같은 클로지우스-클라페리온 식(1)에 의해서 예측할 수 있게 된다.

$$\ln \frac{P_2}{P_1} = \frac{\Delta H_{\text{vap}}(T_2 - T_1)}{RT_1T_2}$$

(1)

(상기 식의 P_1 은 대기압, T_1 은 대기압에서 끓는점, R 은 기체상수, ΔH_{vap} 는 상온에서 용매의 증기압, P_2 는 압력조절장치에 의해 걸리는 압력, T_2 는 압력 P_2 하에서의 용매의 끓는 점).

본 발명에 있어서, 상기 압력은 모세관의 내경과 길이, 이동상의 유속 등에 영향을 받게 된다. 컬럼에 걸리는 압력을 높이기 위해서는 모세관의 내경이 작고 모세관의 길이가 긴 모세관을 장착하는 것이 좋다. 다양한 내경과 길이를 가지는 모세관 세트를 구비하여 필요에 따라 적절한 모세관을 장착함으로써 컬럼에 다양한 범위의 압력을 가할 수 있게 된다.

본 발명에 있어서, 상기 컬럼은 통상의 액체크로마토그래피용 컬럼을 사용할 수 있다. 발명의 일 실시예에 있어서, 상기 컬럼은 온도에 따라 확산속도의 차이가 큰 고분자 분석용 크기배제컬럼 일 수 있다.

본 발명은 다른 일 측면에 있어서, 고온에서 액체크로마토그래피를 이용하여 시료를 분석하는 방법에 있어서, 모세관을 이용하여 컬럼의 압력을 조절하는 것을 특징으로 하는 분석방법으로 이루어진다.

본 발명에 있어서, 상기 압력조절은 기설치된 액체크로마토그래피의 유로보다 내경이 더 작은 모세관을 설치하여 이루어질 수 있으며, 발명의 실시예에 있어서, 소정의 유속에서 원하는 압력에 따라 모세관의 내경과 길이를 조절하여 이루어질 수 있다.

본 발명은 일 측면에 있어서, 컬럼에 연결되는 모세관과 상기 모세관의 냉각장치로 이루어지는 액체크로마토그래피용 압력 및 온도 조절장치로 이루어진다.

본 발명에 있어서, 상기 장치는 컬럼에 선택적으로 압력을 가할 수 있도록 컬럼과 검출기 사이에 장착된다. 본 발명의 실시예에 있어서, 상기 모세관을 통과한 후에는 상압으로 압력이 낮아져, 상기 검출기가 상압에서 시료를 검출할 수 있게 된다.

본 발명에 있어서, 상기 냉각장치는 고온 분석을 위해 가열된 컬럼을 통과한 이동상을 상온으로 냉각하기 위한 것으로서, 상기 검출기가 상온에서 시료를 검출할 수 있도록 검출기 전에 설치된다. 본 발명의 실시예에 있어서, 상기 냉각장치의 냉각은 이동상이 모세관을 통과할 때, 모세관을 냉각, 바람직하게는 공냉함으로써 이루어질 수 있다. 본 발명의 바람직한 실시예에 있어서, 상기 이동상의 냉각은 모세관에 방열판을 연결하여 냉각팬으로 냉각시킴으로써 이루어질 수 있다.

본 발명은 일 측면에서, 펌프, 액체크로마토그래피 컬럼, 컬럼 온도조절장치, 감지기를 포함하며, 상기 컬럼과 감지기 사이에는 설치되는 컬럼 압력조절 장치 및 냉각장치를 포함하는 것을 특징으로 하는 고온 액체크로마토그래피로 이루어진다.

본 발명에 있어서, 상기 압력조절 장치는 배출되는 압력을 일정한 압력으로 유지시키는 압력 조절용 밸브이거나 또는 유로를 감소시키는 유로 감소부 일 수 있으며, 바람직한 일 실시예에서, 상기 유로감소부는 모세관일 수 있다.

본 발명에서 사용한 압력조절 모세관은 380mm x 0.18 mm와 1600 mm x 0.18 mm 두 종류를 사용하였다. 그러나 다른 길이와 내경의 조합도 사용 가능하다. 압력조절 장치는 크로마토그래피 시스템에서 컬럼과 검출기 사이에 위치하였으며, 압력조절 모세관을 방열판에 접촉시킨 후, 냉각팬을 이용하여 냉각하여, 이동상이 모세관을 지나는 동안 빠른 시간 내에 상온으로 냉각되도록 구성되었다. 본 발명을 실험하기 위해 상용화된 스티렌 겔 컬럼을 사용하였고, 이동상 용매로는 THF 및 디메틸포름아마이드(dimethylformamide)를 사용하였다. 그러나 다른 컬럼이나 용매도 사용 가능하다. 고분자 물질을 검출하는데는 자외선/가시광선 흡광도 검출기(UV/vis absorption detector) 및 굴절율 검출기(refractive index detector)를 사용하였다. 컬럼의 온도를 조절하기 위해 컬럼 오븐을 사용하였는데, 다른 형태의 컬럼 온도조절장치의 사용도 가능하다. 본 발명에 사용된 압력조절 장치를 사용하여 다양한 고분자 물질을 고온에서 분리 및 분석을 할 수 있으며, 상온에서 실험한 결과와 비교하면 고온에서 실험한 결과의 특징은 다음과 같다.

고온에서는 이동상 용매의 점도가 낮아지기 때문에 컬럼의 압력이 낮아지게 되며 이동상의 유속을 수월하게 증가시킬 수 있다. 일반적으로 이동상의 유속을 증가시키면 분리 시간이 단축되나, 이동상과 정지상 사이의 물질 이동이 충분히 일어나지 않아, 분리능이 저하된다. 그러나 고온에서는 이동상과 정지상 사이의 물질 이동이 원활하여지기 때문에, 분리능이 향상된다. 따라서 고온에서 크로마토그래피 분리를 하면 분리능의 저하를 최대한 막으면서 빠른 분석이 가능하다. 또한 분리하고자 하는 물질이 컬럼과 강한 상호작용을 하여, 상온에서 잘 분리 되지 않는 경우에도, 고온에서는 상호작용이 약해지므로 정상적인 분석이 가능한 경우가 많다.

이하, 본 발명의 바람직한 실시 예를 들어 본 발명을 더욱 상세하게 설명하지만 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

실시예 1

압력조절 장치에 걸리는 압력을 측정하여 이동상 용매인 THF의 끓는점 상승을 측정하였다. 측정을 위해 시스템은 액체 크로마토그래피 펌프와 압력조절 장치가 필요하다. 압력조절 장치는 380 mm x 0.18 mm 와 1600 mm x 0.18 mm 두 종류를 사용하였다. 이동상 용매의 유속을 변화시켜 가면서 압력조절 장치에 걸리는 압력을 펌프에 있는 압력게이지로 측정한다. THF 이동상 용매는 상온에서 대기압에서 끓는점 온도가 섭씨 66도이다. 클로지우스-클라페론 식을 이용하면, 대기압보다 압력이 더 걸렸을 때 끓는점 상승이 얼마나 되는지를 예측할 수 있다. 두 종류의 압력조절 장치에 의해 THF 이동상 용매의 끓는점 온도가 어떻게 변화하는지 표 1에 요약해 놓았다.

[표1]

압력조절 장치에 걸리는 압력 및 이동상 용매의 끓는점

모세관의 길이와 내경 (380 mm x 0.18 mm)			모세관의 길이와 내경 (1600 mm x 0.18 mm)		
유속 (mL/min)	압력 (MPa)	THF 용매의 끓는점 (°C)	유속 (mL/min)	압력 (MPa)	THF 용매의 끓는점 (°C)
0.3	0.1	88	0.3	0.2	104
0.6	0.2	104	0.6	0.3	116
0.9	0.3	116	0.9	0.4	125
1.2	0.4	125	1.2	0.6	141
1.6	0.5	134	1.6	0.8	153
2.0	0.6	141	2.0	1.1	168

실시예 2

압력조절 장치 (380 mm x 0.18 mm)에 방열판과 공기 팬을 부착한 후 컬럼의 온도를 고온으로 올렸을 때 압력조절 장치를 통과한 이동상 용매의 온도가 얼마인지 측정하였다. 시스템은 액체 크로마토그래피 펌프, 컬럼, 컬럼 오븐, 압력조절 장치, 방열판, 냉각팬과 온도측정 장치로 구성되어 있다. 도 1에 시스템 구성을 개략적으로 보였다. 이동상 용매의 유속을 2.0 mL/min으로 고정한 후 컬럼 오븐을 통해 컬럼의 온도를 섭씨 50도에서부터 섭씨 130도까지 온도를 변화시켰을 때 압력조절 장치를 빠져 나온 이동상 용매의 온도를 측정하면 섭씨 22도에서 섭씨 24도의 범위까지 온도측정 장치로 측정되었다. 이는 실질적으로 상온으로 냉각이 잘 이루어지고 있으며, 어떠한 검출기라도 사용할 수 있음을 나타낸다. 표 2에 결과를 요약하였다. 특히 고분자 물질 분석에 폭 넓게 사용되는 굴절을 검출기의 경우, 온도 및 압력 요동에 민감하지만 본 발명에 사용된 압력조절 장치 및 방열판, 냉각팬으로 구성된 시스템은 굴절을 검출기를 사용하는데 아무런 제약이 없다.

[표2]

압력조절 장치를 빠져 나온 이동상 용매의 온도

컬럼 온도 (°C)	압력조절 장치 (380 mm x 0.18 mm) 이후의 온도 (°C)
50	22
60	22
70	22
80	22
90	23
100	23
110	23
120	24
130	24

실시예 3

분자량이 다른 (3500k, 1530k, 384k, 113k, 30.9k, 11.5k, 3.25k, 690 g/mol) 폴리스티렌 고분자 혼합물질을 THF 이동상 용매에 0.5 mg/mL의 농도로 만든다. 크기배제 크로마토그래피 실험을 위한 장치를 설치한다. 도 1에 도시된 바와 같이 고성능 액체크로마토그래피 펌프(1), 시료 주입기(2), 스티렌 겔 컬럼 (Shodex 300 mm x 8.0 mm)(3), 컬럼 오븐(4), 압력조절 장치(5), 방열판(6), 공기 팬(7), 검출기(8), 및 데이터 분석을 위한 컴퓨터(9)로 구성되어 있다. 컬럼 오븐의 온도를 상온을 유지한 후 이동상 용매의 유속을 1.0 mL/min으로 고정하고, 폴리스티렌 고분자 용액을 시료 주입구에 넣는다. 크기배제 크로마토그래피 결과는 검출기에 연결된 컴퓨터를 통해 얻는다. 컬럼 오븐의 온도를 섭씨 60도로 맞추고 상온에서의 실험 방법과 같이 크기배제 크로마토그램을 얻는다. 컬럼의 온도가 섭씨 110도인 것도 같은 방법으로 실험을 수행한다. 도 2에 세 가지 다른 온도에서 실험한 결과를 보여준다. 섭씨 110도의 온도에서 실험한 크기배제 크로마토그램이 가장 분리능이 좋고 분석시간이 단축된다는 결과를 보여준다.

실시예 4

상기 실시예 3의 시스템을 사용하고, 컬럼을 내경이 작은 스티렌 겔 컬럼 (250 mm x 4.6 mm)을 사용하였다. 도 3에 다섯 종류의 폴리스티렌 물질(1800k, 200k, 30.9k, 5.05k, 690 g/mol)을 사용하여 상온과 고온에서 실험한 결과를 보여준다. 각 크로마토그램 위에 이동상 용매의 유속에 따라 컬럼에 걸리는 압력을 표시하였다. 상온에서 실험한 결과와 고온에서 실험한 결과를 보면 상온에서는 같은 이동상 용매의 유속에서 컬럼에 걸리는 압력이 고온에 비해 약 2배 정도 압력이 걸린다. 또한 이동상 용매의 유속이 올라감에 따라 분리능이 떨어지는 것을 볼 수 있다. 이에 비해 섭씨 110도에서 실험한 크기배제 크로마토그래피 결과를 보면 분석 시간을 2분 이내로 단축되도록 유속을 증가시켜도 분리능이 유지되는 것을 알 수 있다. 분리능과 분석시간 측면에서 고온에서 실험하는 것이 상온에 비해 우수함을 알 수 있다.

실시예 5

상기 실시예 3과 4와 시스템 구성은 동일하다. 폴리비닐 피리딘 (488k, 230k, 98.9k, 38.3k, 9.5k g/mol) 의 분자량 범위를 고려하여 크기가 다른 스티렌 겔 (300 mm x 7.5 mm) 두 자루를 사용하였다. 폴리비닐 피리딘은 상온에서 컬럼에 강한

상호작용으로 인해 분석이 어렵기 때문에 보통 아민과 같은 첨가물을 이동상 용매에 넣은 후 실험을 한다. 도 4에 상온에서 아민 첨가물 없이 수행된 크기배제 크로마토그래피 결과와 아민 첨가물이 포함된 결과를 보여주고 있다. 한편 섭씨 100도의 고온으로 올리면 아민 첨가물 없이도 아무런 문제 없이 폴리비닐 피리딘 고분자를 분석할 수 있음을 도 4를 통해 알 수 있다.

발명의 효과

상기에서 살펴본 바와 같이, 본 발명에 따른 고온에서 실험할 수 있는 크로마토그래피 장치는 기존의 시스템에 간단한 변경을 통해 최대의 장점을 얻는데 있다. 압력조절 장치인 모세관의 길이나 내경의 변화를 통해 이동상 용매의 끓는점 온도를 자유롭게 변화시킬 수 있다. 또한 압력조절 장치에 방열판과 냉각팬을 설치하여 검출기에 도달하는 이동상 용매의 온도를 상온으로 유지하여 현존하는 어떠한 검출기라도 그대로 사용할 수 있는 장점도 가지고 있다. 이러한 장치를 이용해서 분석시간 단축과 분리능 향상이 동시에 가능하다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따른 고온 액체크로마토그래피의 간략도이다.

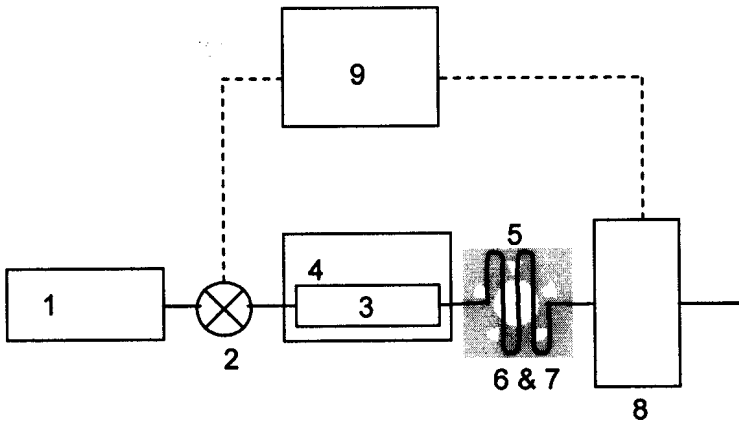
도 2는 본 발명의 실시예 3에 있어서, 폴리스티렌 표준물질의 온도에 따른 분리능 변화를 나타내는 그래프이다.

도 3은 본 발명의 실시예 4에 있어서, 폴리스티렌 표준물질을 폴리스티렌 종류에 따라 고온과 상온에서 분석한 결과를 나타내는 그래프이다.

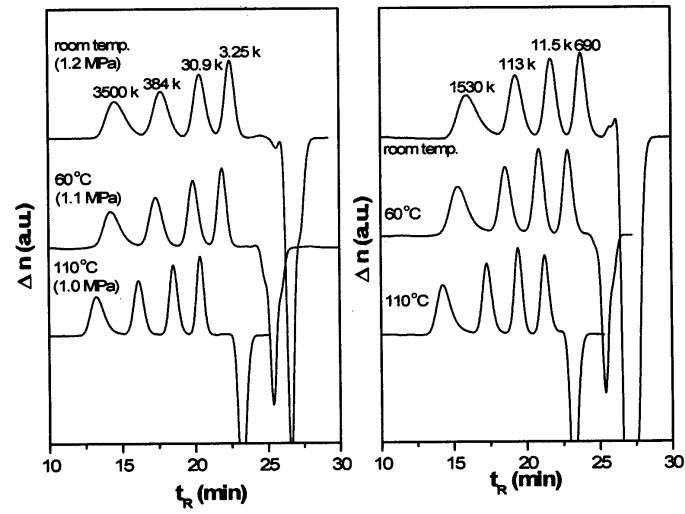
도 4는 본 발명의 실시예 5에 있어서, 상온에서는 컬럼과 강한 상호작용에 의해 분석이 어려운 폴리비닐피리딘을 고온에서 분석한 결과를 나타내는 그래프이다.

도면

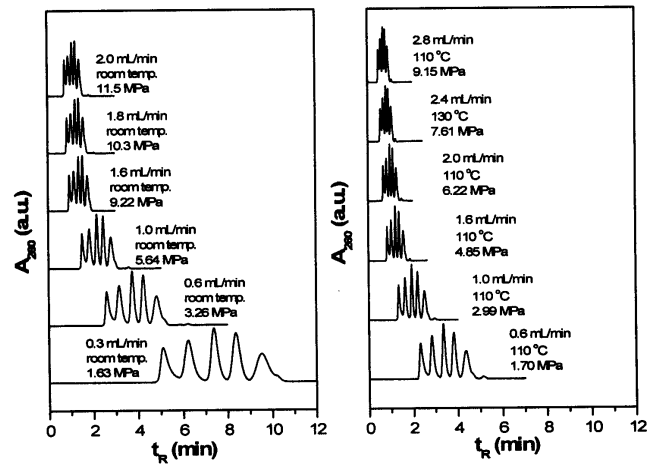
도면1



도면2



도면3



도면4

