



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호

10-2007-0112940

(43) 공개일자

2007년11월28일

(51) Int. Cl.

C01B 33/18

(2006.01)

C01B 33/12

(2006.01)

B01D 15/08

(2006.01)

B01J 45/00

(2006.01)

(21) 출원번호

10-2006-0046509

(22) 출원일자

2006년05월24일

심사청구일자

2006년05월24일

(71) 출원인

인하대학교 산학협력단

인천 남구 용현동 253 인하대학교

(72) 발명자

정원조

서울 서초구 반포2동 경남아파트 3-708

고정호

인천 연수구 옥련동 330번지 11-4

(74) 대리인

이원희

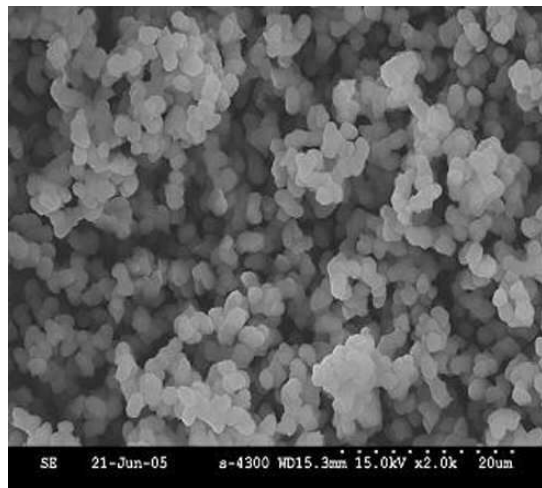
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 분리능이 개선된 실리카 모노리트 분말, 이의 제조방법 및 그 분말을 이용한 액체크로마토그래피용 정지상

(57) 요약

본 발명은 분리능이 개선된 실리카 모노리트 분말, 이의 제조방법 및 이를 이용한 액체크로마토그래피용 정지상에 관한 것으로, 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말은 종래의 액체크로마토그래피 정지상보다 분리 효율이 뛰어나며, 종래 모노리트 컬럼의 문제인 세척 및 리간드 부착에 대한 어려움을 해결할 수 있으므로 새로운 형태의 액체크로마토그래피 정지상으로 사용할 수 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

이동상 흐름 통로를 갖는 실리카 모노리트 분말.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 분말의 입자 크기는 5 ~10 μm 임을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 분말의 동공 크기는 50 ~ 300 Å임을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말.

청구항 4

실리카 모노리트를 제조하는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 제조된 실리카 모노리트를 분말화하는 단계(단계 2);

상기 단계 2에서 분말이 된 실리카 모노리트를 세척 및 소결시켜 강화하는 단계(단계 3); 및

상기 단계 3에서 강화된 실리카 모노리트에서 입자분별과정을 통해 선택적으로 입자를 분별하는 단계(단계 4)를 포함하여 구성되는 이동상 흐름 통로를 갖는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 단계 1의 실리카 모노리트는 TMSO, PEG 및 요소의 공중합을 이용하여 제조되는 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 공중합에서 사용되는 반응혼합물의 사용량은 테트라메틸오르토실리케이트 60 ~ 80 중량%, 폴리에틸렌글리콜 15 ~ 25 중량% 및 요소 0 ~ 25 중량%인 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 7

제5항에 있어서, 상기 공중합에서 사용되는 반응혼합물에 첨가하는 초산 수용액의 농도는 0.002 ~ 0.1 N임을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 8

제5항에 있어서, 상기 공중합에서 반응혼합물은 20 ~ 45 중량%, 초산 수용액은 55 ~ 80 중량%로 혼합되는 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 9

제5항에 있어서, 상기 공중합에서의 반응 온도는 40 ~ 80 °C인 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 10

제4항에 있어서, 상기 단계 2의 분말화는 볼밀(ball mill) 또는, 마노 막자 및 막자사발을 사용하는 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 11

제4항에 있어서, 상기 단계 3의 세척과정에서는 물과 메탄올을 순차적으로 사용하는 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 12

제4항에 있어서, 상기 단계 3의 소결하는 온도는 250 ~ 350 °C인 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 13

제4항에 있어서, 상기 단계 4의 입자분별과정에서는 분별하는 입자의 크기는 5 ~ 10 μm인 것을 특징으로 하는 실리카 모노리트 분말의 제조방법.

청구항 14

제1항의 실리카 모노리트 분말에 리간드를 부착시킴으로써 제조된 액체크로마토그래피용 정지상.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <14> 본 발명은 분리능이 개선된 실리카 모노리트 분말, 이의 제조방법 및 이를 이용한 액체크로마토그래피용 정지상에 관한 것이다.
- <15> 일반적으로 액체크로마토그래피의 정지상 충전재로는 다공성 분말이 주로 사용되며, 그 재질로는 실리카(SiO_2), 알루미나(Al_2O_3), 지르코니아(ZrO_2) 분말 및 그 분말의 다공성 표면에 여러 리간드가 화학적으로 결합되거나 고분자 피막이 입혀진 것들이 사용되며, 여러 가지 형태의 블록 공중합 다공성 고분자 분말도 많이 사용되고 있다. 현재 가장 보편화된 충전제는 옥타데실(Octadecyl) 리간드가 다공성 실리카 분말에 결합된 C_{18} 정지상이 사용되고 있다.
- <16> 그러나, 최근 액체크로마토그래피(liquid chromatography, LC)와 모세관 전기 크로마토그래피(capillary electrochromatography, CEC) 영역에서 모노리트(monolith)가 대단한 관심을 끌고 있다.
- <17> 모노리트란, 정지상이 하나의 거대한 3차원 다공성 그물구조인 것을 말한다. 모노리트형 컬럼은 정지상 자체가 프릿의 역할을 하기 때문에 프릿이 필요하지 않으며, 다공도(porosity)가 매우 크기 때문에 높은 유속에서도 압력이 적게 걸리고 물질전달 속도가 빠르기 때문에 기존의 충전식 컬럼에 비하여 컬럼 효율이 높다. 또한 기존의 충전식 컬럼에 비하여 제조경비가 절감되는 장점이 있다. 이러한 장점들 때문에 내경 2 ~ 5 mm, 길이 10 ~ 30 cm 크기의 모노리트형 컬럼이 이미 상업화하여 시판되고 있다.
- <18> 상기 모노리트는 특히 마이크로컬럼 크로마토그래피와 모세관 전기 크로마토그래피 분야에서 각광을 받고 있다. 상기 마이크로컬럼 크로마토그래피와 모세관 전기 크로마토그래피에서는 틸새부피(void volume)가 매우 작은 프릿을 사용하여야 하는데, 이러한 프릿을 만들거나 장착하는 일은 매우 어려울 뿐만 아니라 기포 형성 등의 많은 문제를 야기시키기 때문에 정지상 전체가 하나의 다공성 그물구조이면서 동시에 프릿 기능을 갖춘 모노리트에 대한 관심이 높아지고 있으며, 이에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 그러나 모노리트형 컬럼의 재현성 등이 아직 완전하지 못하여 마이크로컬럼 또는 모세관 전기 크로마토그래피 컬럼의 상업화 단계에는 이르지 못하고 있다.
- <19> 마이크로컬럼 또는 모세관 전기 크로마토그래피 컬럼용 모노리트는 무기고분자형과 유기고분자형 두 가지가 있으며, 일반적으로 모노머 혼합물과 중합촉매, 그리고 생성 고분자를 녹이지 않는 용매(porogen)를 섞어서 용액을 만들고 이를 관 안에 넣은 다음 온도를 올리는 등의 방법으로 중합을 진행시키고, 마지막으로 용매와 미반응 모노머를 씻어냄으로써 제작한다. 무기고분자형 모노리트는 실리카 형이 주종을 이루고 있으며(Bartle 등, *J. Chromatogr. A*, **2000**, 892, 279-290; Tang 등, *J. High Resolut. Chromatogr.*, **2000**, 23, 73), 유기고분자형은 스티렌-디비닐벤젠(styrene-divinylbenzene)계 공중합체(Gusev 등, *J. Chromatogr. A*, **1999**, 855, 273-290), 메타크릴레이트(methacrylate)계 공중합체(Peters 등, *Anal. Chem.*, **1988**, 70, 2296; Coufal 등, *J. Chromatogr. A.*, **2002**, 946, 99-106), 아크릴아미드(acrylamide)계 공중합체(Fujimoto 등, *J. Chromatogr. A.*, **1995**, 716, 107; Hoegger 등, *J. Chromatogr. A.*, **2001**, 914, 211-222) 등이 있다.

<20> 상기 모노리트는 일차 제조한 후에 다시 리간드를 붙이는 변형(modification) 반응을 거쳐 다양하게 만들 수 있다. 상기 리간드로는 C_{18} 리간드(Minakuchi 등, *Anal. Chem.*, **1996**, 68, 3498-3501; Minakuchi 등, *J. Chromatogr. A.*, **1997**, 762, 135-146; Ishizuka 등, *J. Chromatogr. A.*, **2002**, 960, 85-96), 극성 리간드 또는 이온교환용 리간드(Suzuki 등, *J. Chromatogr. A.*, **2000**, 873, 247-256), 키랄 분리용 리간드(Chen 등, *Anal. Chem.*, **2001**, 73, 3348-3357; Chen 등, *J. Chromatogr. A.*, **2002**, 942, 83-91) 등이 있다. 특이한 모노리트로선 일단 실리카 모세관에 분말형 정지상을 충전시키고 나서 고리형 가열선으로 정지상 전체를 소결시켜 만드는 것도 있다(Adam 등, *J. Chromatogr. A.*, **2000**, 887, 327-337).

<21> 그러나 모노리트는 제조하는 과정에서 수축되는 경향이 있기 때문에 스테인레스 스틸관에 직접 컬럼을 만들지 못하고, 모노리트를 먼저 만든 다음에, 가열에 의하여 수축되는 테플론 관에 모노리트를 넣어 관을 수축시킴으로써 컬럼을 제조해야 하는 한계가 있다(Majors, *LC-GC*, **2000**, 18, 586-598). 또한 모노리트 컬럼은 컬럼일부(주로 입구)가 막히거나 파손되면 그 즉시 수명을 다하게 된다.

<22> 나아가, 모노리트 생성 후 미반응물의 세척, 그리고 리간드 부가반응과 말단 봉쇄(endcapping)반응 및 추가 세척과정 등 일련의 과정이 비효율적이기 때문에 시간과 노력이 매우 많이 소모된다.

<23>

<24> 이에, 본 발명자들은 종래의 실리카를 사용한 액체크로마토그래피 정지상보다 분리능이 뛰어나며, 종래 모노리트 컬럼의 문제를 해결하기 위한 연구를 수행하던 중, 고중합반응을 통해 모노리트를 제조한 후에 이를 미분말로 분쇄하고 세척과정과 강열과정을 거치고 리간드를 부착하여 제조한 고성능 액체크로마토그래피의 정지상이 분리능이 개선되고 모노리트 컬럼 문제를 해결할 수 있음을 확인하고 본 발명을 완성하였다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<25> 본 발명의 목적은 분리능이 개선된 실리카 모노리트 분말을 제공하는 데 있다.

<26> 본 발명의 다른 목적은 상기 모노리트 분말의 제조방법을 제공하는 데 있다.

<27> 본 발명의 또 다른 목적은 상기 실리카 모노리트 분말을 사용한 액체크로마토그래피용 정지상을 제공하는 데 있다.

발명의 구성 및 작용

<28> 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 실리카 모노리트 분말을 제공한다.

<29> 또한 본 발명은 상기 실리카 모노리트 분말의 제조방법을 제공한다.

<30> 또한 본 발명은 상기 실리카 모노리트 분말을 사용한 액체크로마토그래피용 정지상을 제공한다.

<31> 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

<32> 본 발명은 실리카 모노리트 분말을 제공한다.

<33> 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말은 굽직한 이동상 흐름 통로를 지닌 전형적인 삼차원 모노리트 구조의 특성을 가진다. 따라서 예를 들면, 높은 유속에서도 압력이 적게 걸리고 물질전달 속도가 빠르다는 것 등의 일반적인 모노리트 컬럼이 갖는 장점을 갖는다.

<34> 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말의 입자 크기는 5 ~ 10 μm 가 바람직하며, 실리카 모노리트 분말의 동공의 크기는 50 ~ 300 $\text{\AA}$ 가 바람직하다. 이는 종래 사용되고 있는 상업용 액체크로마토그래피 정지상에 근거한 것으로, 상기 상업용 액체크로마토그래피 정지상은 일반적으로 입자 크기가 3, 5, 10 μm 이고, 동공 크기가 60 ~ 300 $\text{\AA}$ 인 것이 사용되며, 각각의 크기는 여러 인자에 의해 조절이 가능하다.

<35> 형성되는 동공은 고분자 중합시 사용되는 재료에 의해 결정되며, 효과적인 동공 생성을 달성하기 위해 실리카 모노리트 구조의 내, 외부에 잔류하고 있는 미반응 물질과 재료를 효과적으로 세척해 주어야 한다.

<36> 또한, 본 발명은 상기 실리카 모노리트 분말의 제조방법을 제공한다.

<37> 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말의 제조방법은,

<38> 실리카 모노리트를 제조하는 단계(단계 1);

- <39> 상기 단계 1에서 제조된 실리카 모노리트를 분말화하는 단계(단계 2);
- <40> 상기 단계 2에서 분말이 된 실리카 모노리트를 세척 및 강열시켜 강화하는 단계(단계 3); 및
- <41> 상기 단계 3에서 강화된 실리카 모노리트에서 입자분별과정을 통해 선택적으로 입자를 분별하는 단계(단계 4)를 포함하여 구성된다.
- <42> 단계 1은 실리카 모노리트를 제조하는 단계이다.
- <43> 상기 실리카 모노리트는 통상적으로 공지의 방법을 통해 합성하거나, 시판되는 것을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 공중합을 이용하여 합성할 수 있다.
- <44> 상기 공중합을 이용하여 실리카 모노리트 분말을 제조하기 위해 먼저 테트라메틸오르토실리케이트(tetramethylorthosilicate, 이하 TMOS), 폴리에틸렌글리콜(polyethyleneglycol, 이하 PEG) 및 요소로 이루어진 반응혼합물을 만든다. 이때, 상기 반응 혼합물의 혼합비는 TMOS는 60 ~ 80 중량%이고, PEG는 15 ~ 25 중량%이며, 요소는 0 ~ 25 중량%인 것이 바람직하다.
- <45> 상기 반응혼합물에 초산 수용액을 첨가하고 교반함으로써 반응을 진행시킨다. 이때, 초산 수용액의 농도는 0.002 ~ 0.1 N인 것이 바람직하고, 반응 혼합물은 20 ~ 45 중량%, 초산 수용액은 55 ~ 80 중량%로 혼합하는 것이 바람직하다.
- <46> 본 발명에 따른 실리카 모노리트의 반응 온도는 40 ~ 80 °C인 것이 바람직하며, 반응 후 온도를 100 ~ 150 °C로 올려 가열하여 모노리트 덩어리를 굳게 한다. 이후 굳어진 모노리트 덩어리는 용기에서 꺼낸다. 중합반응이 진행되면 모노리트의 수축이 일어나기 때문에 용기에서 모노리트 덩어리를 용이하게 꺼낼 수 있다.
- <47> 다음으로, 단계 2는 상기 단계 1에서 제조된 실리카 모노리트를 분말화하는 단계이다.
- <48> 본 발명에 따른 실리카 모노리트의 분말화에서는 통상의 방법을 사용할 수 있으며, 예를 들면, 볼밀(ball mill) 또는, 마노 막자 및 막자사발 등을 이용하여 고운 분말로 부드럽게 분쇄할 수 있다.
- <49> 다음으로, 단계 3은 상기 단계 2에서 분말이 된 실리카 모노리트를 세척 및 강열시켜 강화하는 단계이다.
- <50> 상기 단계에서는 모노리트 분말의 구조를 단단히 하기 위하여 교반하면서 충분한 양의 물로 세척하고 이어서 메탄올로 세척한 후 건조한다. 상기 건조할 때의 온도는 100 ~ 150 °C인 것이 바람직하다. 건조된 모노리트 분말은 250 ~ 350 °C에서 12 ~ 48 시간 소결시켜 모노리트의 구조를 강화시킨다.
- <51> 다음으로, 단계 4는 상기 단계 3에서 강화된 실리카 모노리트에서 입자분별과정을 통해 선택적으로 입자를 분별하는 단계이다.
- <52> 상기 단계에서는 입자 분별 장치를 사용하여 선택적으로 분별하며, 이때 분별된 입자의 크기는 5 ~ 10 μm 인 것이 바람직하다. 상기 분별 과정을 거치지 않으면 입자의 평균 크기가 크고 크기 분포가 넓기 때문에, 컬럼을 충전할 때 효율적으로 채워지지 못하며, 컬럼의 분리 효율이 저하된다.
- <53> 상기 방법으로 제조된 실리카 모노리트 분말은 종래의 액체크로마토그래피 정지상보다 분리 효율이 뛰어나며, 종래 모노리트 컬럼의 문제인 세척 및 리간드 부착에 대한 어려움을 해결할 수 있으므로 새로운 형태의 액체크로마토그래피 정지상으로 사용할 수 있다.
- <54> 또한 본 발명은 상기 실리카 모노리트 분말을 사용한 액체크로마토그래피용 정지상을 제공한다.
- <55> 상기 정지상은 상기 얻어진 실리카 모노리트 분말에 리간드를 부착시킴으로써 제조할 수 있으며, 상기 리간드 부착 방법은 통상적인 방법을 사용할 수 있다. 예를 들면, 클로로디메틸옥타데실실란(chlorodimethyloctadecylsilane)을 이용하여 C_{18} 리간드를 부착시키고, 클로로트리메틸실란(chlorotrimethylsilane)을 이용하여 말단 봉쇄(end-capping)과정을 거쳐 잔류되어 있는 실란을 그룹을 비활성화함으로써 정지상을 제조할 수 있다.
- <56> 상기 방법으로 제조된 정지상을 유리가 내벽에 코팅된 스테인레스 스틸관에 충전하여 컬럼을 제조할 수 있다. 상기 충전 방법은 통상적인 방법으로 수행할 수 있으며, 예를 들면 14,000 psi에서 10분, 10,000 psi에서 2분 및 8,000 psi에서 30분간 진동을 가하는 슬러리 충전법을 사용할 수 있다.
- <57> 이하, 본 발명을 실시예에 의해 더욱 상세히 설명한다.

- <58> 단, 하기 실시예에는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- <59> <실시예 1> 실리카 모노리트 분말 제조
- <60> 4.0 ml의 TMOS, 880 mg의 PEG 및 900 mg의 요소를 10.0 ml의 0.01 N 초산 수용액에 분산 시킨 후, 0℃에서 40 분 동안 교반시켰다. 이후 상기 혼합용액을 유리 용기에 담아 40℃에서 24시간 동안 공중합반응시켰다. 반응 후 생성된 모노리트를 120℃를 유지하여 3시간 동안 건조시켜 모노리트의 다공성 동공구조를 완성하였다. 건조된 모노리트를 곁게 분말화한 후, 물과 메탄올을 이용하여 폴리에틸렌글리콜을 제거하고 건조하였다. 건조된 모노리트 분말을 24시간 동안 300℃에서 강열하여 견고한 실리카 구조를 형성시켰다. 형성된 실리카 모노리트 분말은 입자 분별 장치(Sonic Sifter Separator)를 사용하여 5 ~ 10 μm 의 입자만을 선택적으로 분별하였다.
- <61> <분석>
- <62> 도 1을 참조하여 상기 방법에 의해 얻어진 실리카 모노리트 분말의 입자 모양 및 크기 등을 살펴보면, 상기 분말은 굽적한 이등상 흐름 통로를 지닌 전형적인 삼차원 모노리트 구조의 특성을 가진 소규모 모노리트 입자들로 구성되고, 각 입자는 가로 2 마이크로, 세로 3 마이크로 정도의 타원형 기본 단위들의 집합으로 이루어짐을 알 수 있다.
- <63> 도 2를 참조하여 작성된 도 3에 나타낸 바와 같이, 실리카 모노리트 입자 내부의 동공 크기는 평균 100Å 정도인 것으로 확인되었다.
- <64> <실험예 1> 입자 분별과정에 따른 실리카 모노리트 정지상을 이용한 크로마토그래피 분리능 측정
- <65> 입자 분별과정에 따른 실리카 모노리트 정지상의 분리능을 알아보기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.
- <66> 실시예 1에 의해 제조된 실리카 모노리트 분말과 대조군으로 입자 분별과정을 거치지 않은 실리카 모노리트 분말에 660 mg의 클로로디메틸옥타데실란(chlorodimethyloctadecylsilane)과 600 μl 의 피리딘을 넣고, 20.0 ml의 자일렌에 분산시킨 후 110℃에서 24시간 동안 반응시켰다. 반응 후, 톨루엔, 테트라하이드로퓨란, 메탄올, 메탄올/물(50 : 50 부피비) 혼합 용액 및 최종적으로 메탄올 용액으로 세척한 다음 건조하여 C₁₈ 리간드를 부착하였다. 건조된 입자에 말단 봉쇄과정을 위해 800 μl 의 클로로디메틸옥타데실란, 600 μl 의 피리딘을 넣고, 20.0 ml의 자일렌에 분산시킨 후, 110℃에서 24시간 동안의 반응과정을 거치고, 상기과 같은 조건 하에서 세척하여 정지상용 모노리트 분말을 제조하였다.
- <67> 상기 모노리트 분말을 메탄올 용액에 분산 시키고, 14,000 psi에서 10분, 10,000 psi에서 2분 및 8,000 psi의 압력에서 30분 동안 컬럼에 충전하여 마이크로컬럼을 제작하였다. 제작된 마이크로컬럼은 분석용질로 페놀, 2-니트로아닐린, 아세트페논, 벤젠, 톨루엔으로 구성된 시험시료에 이동 용매로 메탄올과 물이 80/20%(v/v)로 혼합된 용매를 10 μl /분의 유속으로 이동시켜 분리 효율을 측정하였다.
- <68> 그 결과를 도 4 및 도 5에 나타내었다.
- <69> 도 4는 입자크기 선별과정을 거치지 않은 모노리트 분말로 만든 정지상으로 제조한 컬럼의 크로마토그램이며, 도 5는 입자크기 선별과정을 거친 모노리트 분말로 만든 정지상으로 제조한 컬럼의 크로마토그램이다. 상기 도 4에 나타낸 바와 같이, 입자크기 선별과정을 거치지 않은 모노리트 분말을 정지상으로 사용할 때에는 페놀(1), 2-니트로아닐린(2) 및 아세트페논(3)의 피크간 정체시간(retention time)의 차이가 근소하여 이들의 효과적인 분리가 이루어지지 않았으나, 상기 도 5에 나타낸 바와 같이, 입자크기 선별과정을 거친 모노리트 분말을 정지상으로 사용할 때에는 상기 5가지 시험시료인 페놀(1), 2-니트로아닐린(2), 아세트페논(3), 벤젠(4) 및 톨루엔(5)이 만족스럽게 분리되는 것을 확인하였다.
- <70> <실험예 2> 단높이(Height Equivalent to Theoretical Plate, HETP) 측정
- <71> 본 발명에 따른 모노리트 분말의 분리 효율의 우수성을 알아보기 위하여 상기 실시예 1에 의한 모노리트 분말로 제작된 컬럼과 상업용 정지상인 알티마(Alltima C₁₈, 입자크기: 5 μm)로 제조한 컬럼을 가지고 다음과 같은 실험을 수행하였다.
- <72> 메탄올과 물의 혼합 용매 80/20%(v/v) 조건 하에서 0.001 ml/분, 0.002 ml/분, 0.003 ml/분, 0.005 ml/분, 0.01 ml/분, 0.02 ml/분, 및 0.03 ml/분의 여러 유속에 대하여 페놀, 2-니트로아닐린, 아세트페논, 벤젠, 톨루엔으로 구성된 시험 시료를 분리하여 단높이를 측정하였다. 상기 단높이는 시료분자인 용질이 이동상과 고정상 사이에서 평형에 도달되는데 필요한 컬럼 분할단위의 길이로서 분리 효율의 척도가 되며, 단높이가 낮을수록 분

리 효율이 높다.

<73> 측정된 결과를 도 6 및 도 7에 나타내었다.

<74> 도 6에 나타난 바와 같이, 본 발명의 모노리트 분말로 제조한 정지상이 상업용 정지상보다 단높이가 낮음으로써 분리 효율이 높음을 알 수 있다.

<75> 도 7은 본 발명의 실리카 모노리트를 사용한 정지상과 상업용 정지상에 대하여 그룹별로 단높이 대 이동상 흐름속도 간 경향을 최적화한 곡선을 비교한 그래프이다. 도 7에 나타난 바와 같이, 본 발명의 실리카 모노리트를 사용한 정지상이 상업용 정지상보다 단높이 면에서 우수한 결과를 보일 뿐만 아니라, 높은 유속으로 가면서 단높이의 증가경향이 완만하여, 상업용 덩어리형 모노리트 컬럼의 장점 특성도 보유하고 있음을 알 수 있다. 이는 모노리트에 내포된 굽직한 이동상 흐름 통로의 존재에 기인하는 결과이다. 또한, 상기 모노리트에 내포된 굽직한 이동상 흐름 통로로 인해 상업용 정지상으로 만든 컬럼에 비하여 낮은 컬럼 압력을 나타냄을 확인하였다.

<76> 따라서 본 발명의 실리카 모노리트 분말은 제작의 편의성, 분리 효율 및 컬럼 부하 압력 면에서 기존 상업용 정지상에 비해 상당히 우수한 효과를 갖기 때문에 새로운 액체크로마토그래피 정지상으로 사용할 수 있다.

발명의 효과

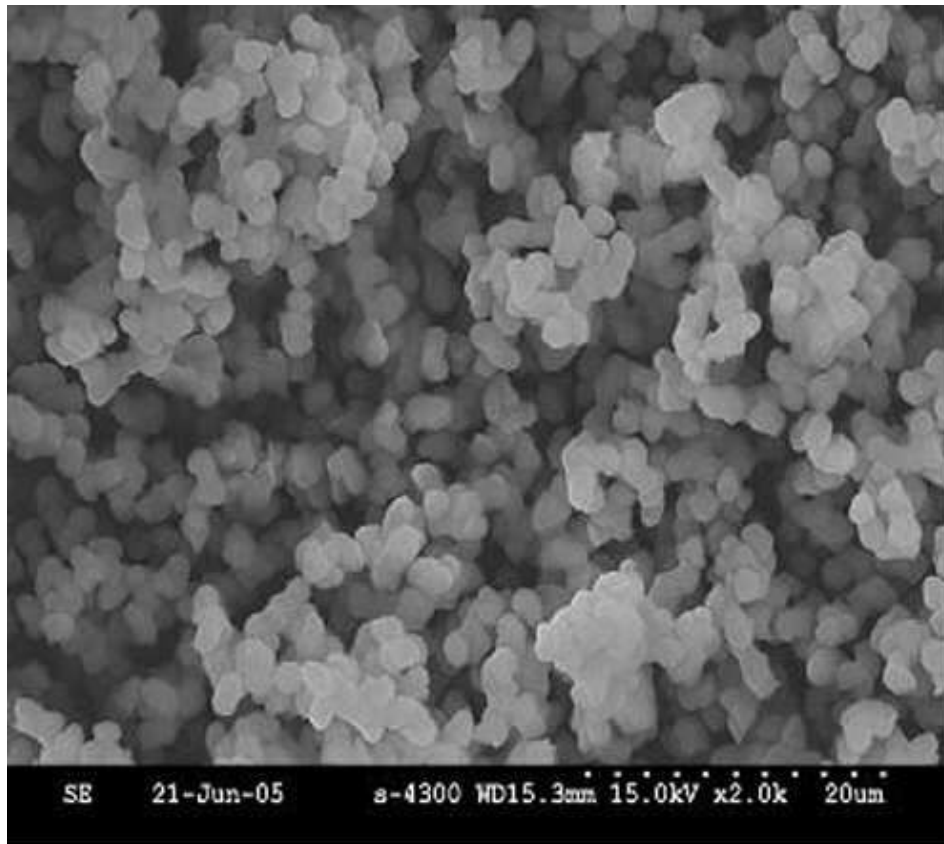
<77> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말은 종래의 액체크로마토그래피 정지상보다 분리 효율이 뛰어나며, 종래 모노리트형 컬럼의 장점 특성을 보유하는 동시에, 상기 모노리트형 컬럼의 문제인 세척 및 리간드 부착에 대한 어려움을 해결할 수 있으므로 새로운 형태의 액체크로마토그래피 정지상으로 사용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

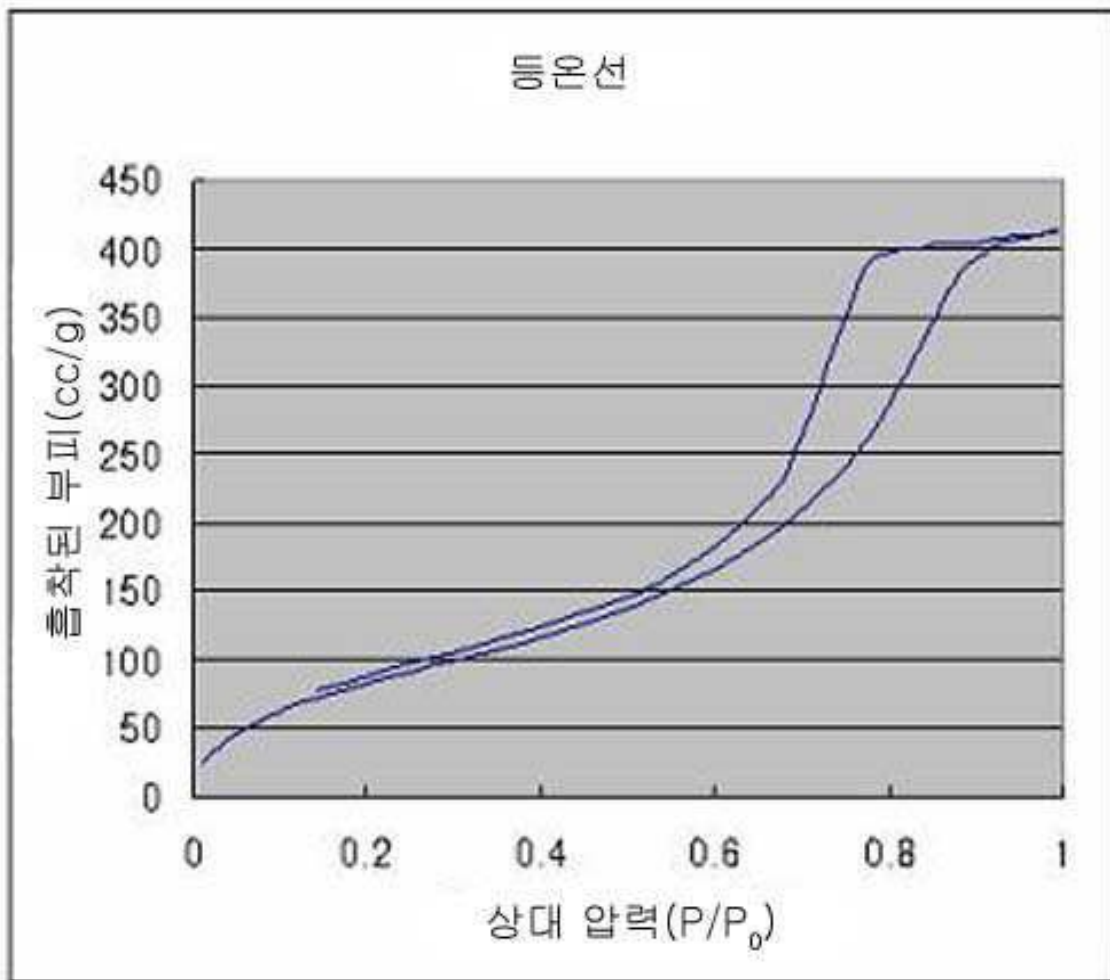
- <1> 도 1은 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말입자의 주사전자현미경사진;
- <2> 도 2는 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말입자의 질소 흡착 등온선 그래프;
- <3> 도 3은 본 발명에 따른 실리카 모노리트 분말입자 내의 동공 크기의 분포도;
- <4> 도 4는 본 발명의 일실시예에 의한 입자분별과정을 거치지 않은 실리카 모노리트 입자로 충전한 컬럼을 사용한 크로마토그램;
- <5> 도 5는 본 발명의 일실시예에 의한 입자분별과정을 거친 실리카 모노리트 입자로 충전한 컬럼을 사용한 크로마토그램;
- <6> 도 6은 본 발명의 일실시예에 의한 실리카 모노리트 정지상과 상업용 정지상의 단높이를 측정한 그래프; 및
- <7> 도 7은 본 발명의 일실시예에 의한 실리카 모노리트 정지상과 상업용 정지상에서 그룹별로 단높이에 대한 이동상 흐름속도 경향을 나타낸 그래프.
- <8> <도면의 주요 부호에 대한 설명>
- <9> 1: 페놀
- <10> 2: 2-니트로아닐린
- <11> 3: 아세트페논
- <12> 4: 벤젠
- <13> 5: 톨루엔

도면

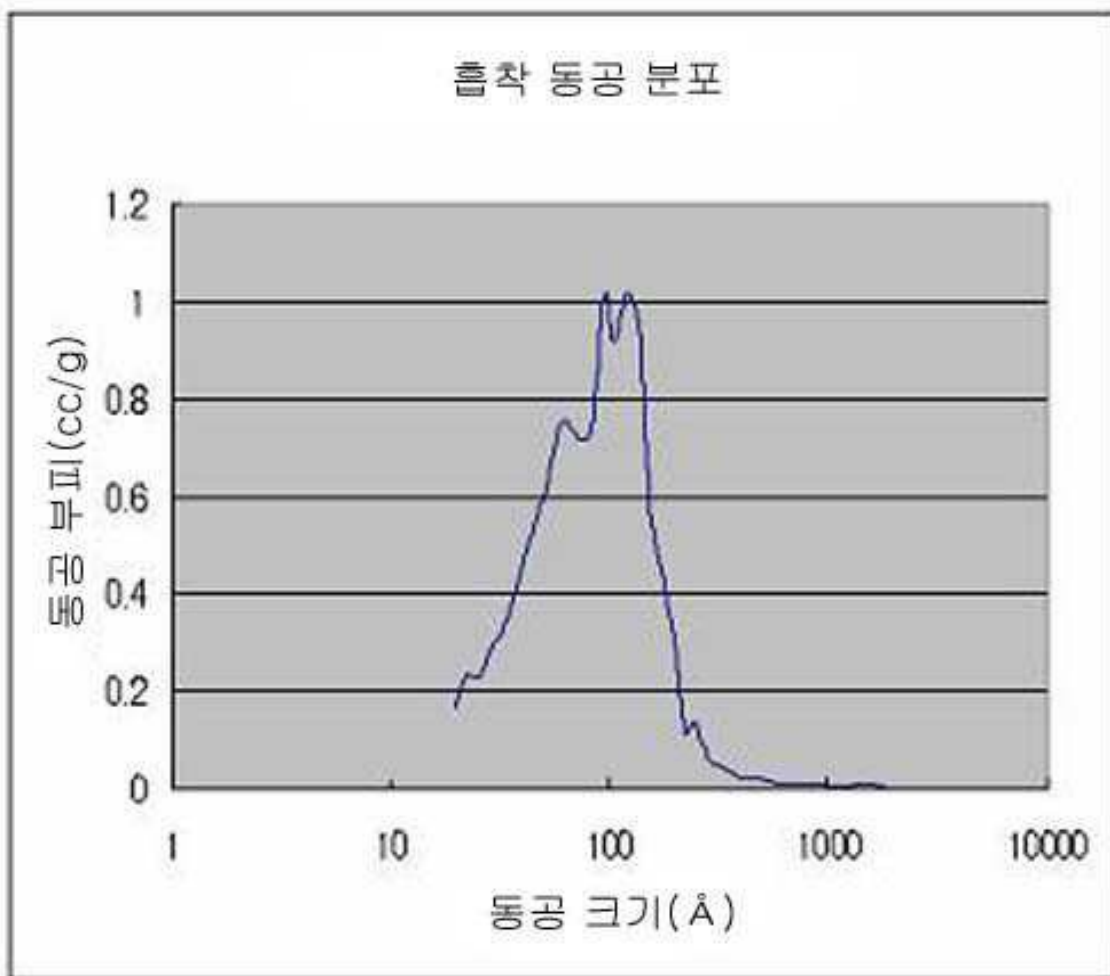
도면1



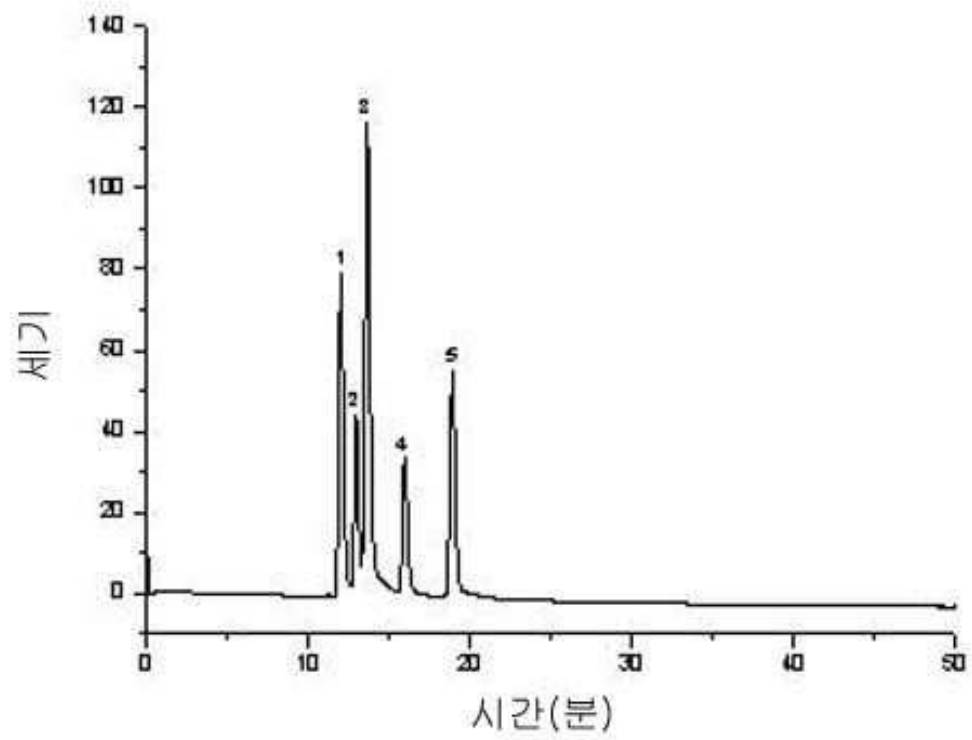
도면2



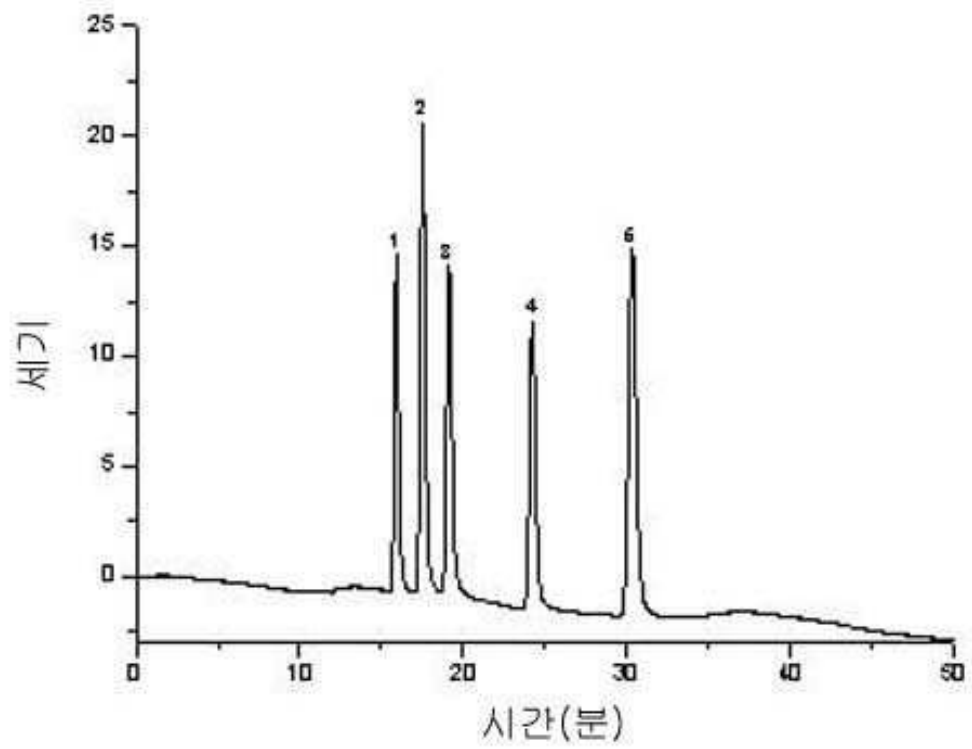
도면3



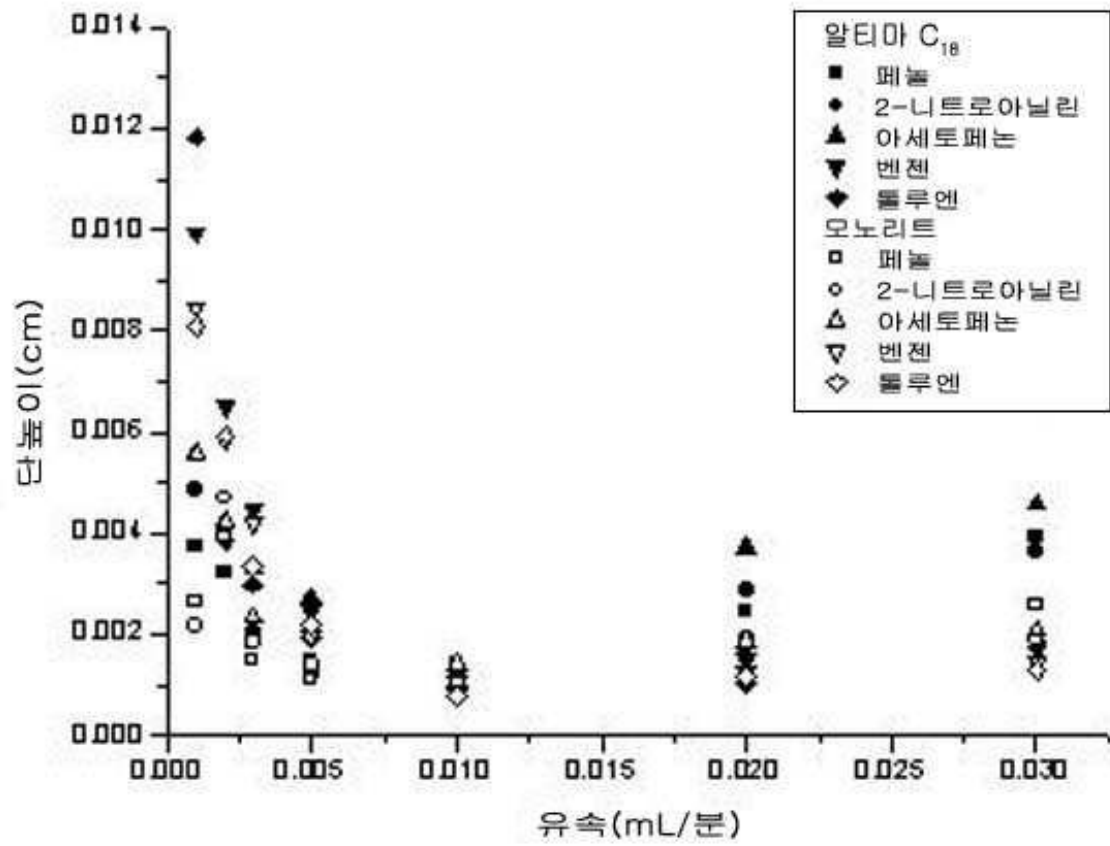
도면4



도면5



도면6



도면7

