



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0094570
(43) 공개일자 2015년08월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 51/47 (2006.01) B01J 20/22 (2006.01)
C07C 65/10 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07C 51/47 (2013.01)
B01J 20/22 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0107878(분할)
(22) 출원일자 2015년07월30일
심사청구일자 2015년07월30일
(62) 원출원 특허 10-2013-0019027
원출원일자 2013년02월22일
심사청구일자 2013년02월22일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
노경호
서울 강남구 언주로 201, 2107호 (도곡동, 에스케이이리더스뷰)
필문도
인천광역시 남구 용현4동 2남 335호
박하은
인천 동구 서해대로565번길 4-6
(74) 대리인
이원희

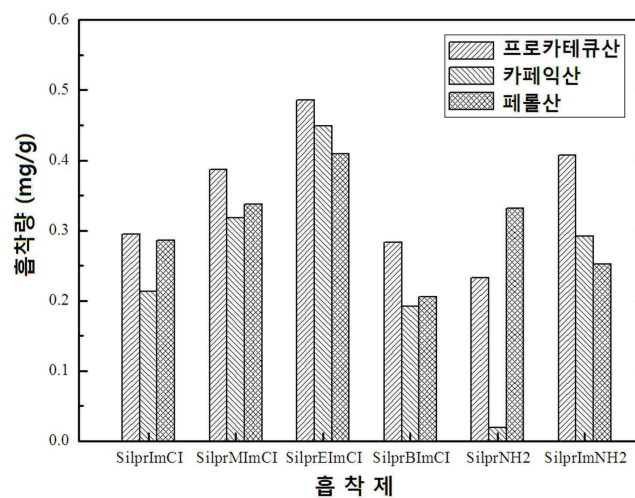
전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 이용하여 함초에서 페놀산을 추출하는 방법

(57) 요약

본 발명은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 이용한 함초(*Salicornia Herbacea* L.)에서 페놀산(Phenolic acid)을 추출하는 방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 방법은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출함에 따라서, 추출용매에 흡착제를 분산시켜 흡착제의 표면적을 증가시킴으로써 함초로부터 추출되는 페놀산이 최대한 흡착되도록 하여 소량의 추출용매만으로도 충분할 뿐만 아니라, 추출 속도 또한 증가하고, 페놀산에 대한 선택성이 높은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하므로, 페놀산을 높은 수율로 추출할 수 있는 효과가 있다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

C07C 65/10 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 45180-7

부처명 한국해양과학기술진흥원

연구관리전문기관 한국해양과학기술진흥원

연구사업명 해양한국발전프로그램

연구과제명 7세부)고부가 가치 해양생리활성 성분의 정제(노경호교수)

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2012.03.01 ~ 2013.02.28

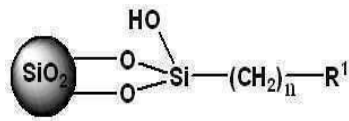
명세서

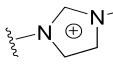
청구범위

청구항 1

물 및 메탄올로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 제1용매에 흡착제로써 하기 화학식 1로 표시되는 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 [제1용매의 양(mL)]/[흡착제의 양(g)]이 6/1이 되도록 분산시킨 다음, 함초(*Salicornia Herbacea* L.) 분말을 [흡착제의 양(g)]/[함초 분말의 양(g)]이 1/2가 되도록 첨가하고 30분 동안 교반하는 단계(단계 1);

[화학식 1]



(상기 화학식 1에서, R¹은 -NH₂ 또는  이고, R²는 수소, C₁-C₅ 직쇄 또는 측쇄 알킬아민이고, n은 1-10의 정수이다);

상기 단계 1에서 준비한 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 고정시키고, 제1용매를 배출하는 단계(단계 2);

상기 단계 2의 고체상 추출 카트리지에 물을 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 불순물을 세척하는 단계(단계 3);

상기 단계 3의 고체상 추출 카트리지에 메탄올 및 염산으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 제3용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 프로카테킨산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)을 포함하는 페놀산을 추출하는 단계(단계 4); 및

고성능액체크로마토그래피(High-performance liquid chromatography, HPLC)를 통해 상기 단계 4에서 추출한 프로카테킨산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)을 포함하는 페놀산으로부터 프로카테킨산(Protocatechuic acid)을 분리하는 단계(단계 5);를 포함하는 함초(*Salicornia Herbacea* L.)에서 프로카테킨산(Protocatechuic acid)을 추출하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 고성능액체크로마토그래피(High-performance liquid chromatography, HPLC)를 통한 분리는 C₁₈ 컬럼(column)에 아세트나이트릴/물/트리플루오로아세트산(20:80:0.1, v/v/v)을 이동상으로 0.5 mL/분의 유속으로 흘려주며, UV(ultra-violet) 파장 270 nm의 조건에서 수행하는 것을 특징으로 하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

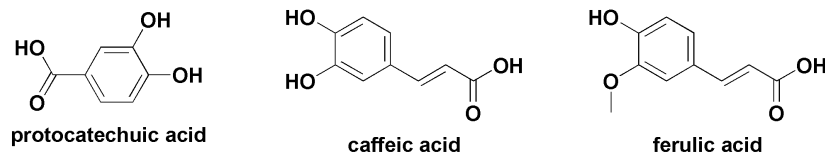
본 발명은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 이용한 함초(*Salicornia Herbacea* L.)에서 페놀산(Phenolic acid)을 추출하는 방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

[0002]

함초(*Salicornia Herbacea* L.)는 해안에서 자생하면서 바닷물을 흡수하고 자라는 1년생 초본이다. 함초는 그 이름대로 맛이 몹시 짜며 거의 지구상에서 유일하게 소금을 흡수하면서 자라는 식물이다. 함초의 특징은 육초(陸草)이면서도 해수 속의 모든 성분을 간직하고 있다는 것으로, 즉 바닷물 속의 쓴맛을 제외한 각종 미네랄과 효소 등을 잎과 줄기에 농축된 상태로 지니고 있는 것이다. 함초는 해안 염습지대에 자생하면서 만조 때 바닷물을 한껏 흡수하고 간조 때엔 햇볕을 받으면서 광합성을 통해 잎과 줄기에서 수분은 증발되고 해수 속에 들어있는 각종 유효성분만이 남아있게 되는 생리를 지니고 있다. 그 성분 중에는 마그네슘(Mg), 칼슘(Ca), 철(Fe) 및 칼륨(K) 등과 같은 바다의 각종 미네랄과 효소가 풍부하다. 또한, 함초는 무기질 성분 및 미네랄 성분이 포함되어 있는바, 상기 무기질 성분은 및 미네랄 성분은 유익한 건강 효과가 있다고 알려져 새롭게 관심 받고 있다. 특히, 페놀 화합물은 많은 식물에서 중요성이 높은 부수적인 대사물질이고 건강을 보호하는 능력을 가지고 있다. 프로카테킨산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)을 포함하는 특정의 페놀산은 강력한 항산화 활동 능력을 지니고 있다. 따라서 시료로부터 페놀산을 분석하거나 분리 및 방해요소로부터 효과적으로 페놀산을 추출 및 분리를 위해 새로운 흡착제 및 방법이 개발되어왔다.



[0003]

[0004]

이온성 액체(Ionic Liquid)는 유기(비금속) 음이온과 유기(금속) 양이온이 결합해 만들어진 염으로서 다른 염들이 보통 800 °C 이상 고온에서 녹는 데 비해 상온에서 액체 상태로 존재한다. 이온성 액체는 물처럼 많은 물질을 녹이는 능력을 가진 것은 물론 휘발성이 없어 유기용매에서 흔히 나타나는 고약한 냄새에 시달리지 않아도 된다. 이온성 액체는 이용 목적에 따라 양이온과 음이온의 다양한 조합이 가능하므로 이용 범위도 매우 넓다. 이와 같이 이온성 액체는 비휘발성, 비가연성, 유기물과 무기물에 대한 높은 용해능력 등 독특한 특성을 갖고 있다. 따라서 이러한 이온성 액체는 우수한 특성 및 분석 화학의 여러 분야에 응용 가능한 잠재력 때문에 많은 주목을 받고 있으며 고도로 발달한 흡착 소재이다.

[0005]

함초의 유효성분에 대한 연구는 많이 보고되었으나 함초로부터 유효성분인 페놀산을 효율적으로 얻기 위한 추출 방법에 대한 연구는 미흡한 실정이다. 유효성분을 얻기 위한 추출방법으로는 전형적인 용매추출법이 알려져 있지만, 이것은 여러 단계의 조작이 요구되고 시료의 손실, 사용되는 다량의 용매 자체의 불순물에 의한 오염 및 독성 등의 문제점을 가지고 있다.

[0006]

특허문헌 1에서는 신선한 야자유 잎에서 (-)-카테킨 갈레이트, 페룰산, 및 갈산 및 프로토카테킨산과 같은 페놀산을 추출하는 방법 및 추출물을 포함하는 조성물에 관한 것으로 (-)-카테킨 갈레이트, 페룰산 및 페놀산을 포함하는 분획물을 선택적으로 흡착하는 크로마토그래피 매질과 접촉시키는 단계, 상기분획을 용매를 사용하여 크로마토그래피 매질로부터 용리시키는 단계, 상기 단계에서 얻어진 용리된 분획물을 건조시키는 단계를 포함하는 상기 추출물의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0007]

이에, 본 발명자들은 함초에서 페놀산을 추출하는 방법에서 용매의 사용량을 줄이고 추출에 소요되는 시간을 단축하기 위한 방법에 관하여 연구하던 중, 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말과 페놀산의 상호작용에 따른 최적화된 조건을 알아내고, 이를 이용하여 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하는 방법이 용매의 사용량이 현저히 줄고, 추출에 소요되는 시간이 단축되며, 페놀산에 대한 선택성이 높은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하므로, 페놀산을 높은 수율로 추출할 수 있는 효과가 있는 것을 알아내고 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 10-2010-0136978

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 실리카 고정화 이온성 액체를 사용하여 함초에서 페놀산을 추출하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기의 목적을 달성하기 위하여,

[0011] 본 발명은 제1용매에 흡착제로써 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 분산시킨 다음, 함초(*Salicornia Herbacea* L.) 분말을 첨가하고 교반하는 단계(단계 1);

[0012] 상기 단계 1에서 준비한 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction, SPE) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 고정시키고, 제1용매를 배출하는 단계(단계 2);

[0013] 상기 단계 2의 고체상 추출 카트리지에 제2용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 불순물을 세척하는 단계(단계 3); 및

[0014] 상기 단계 3의 고체상 추출 카트리지에 제3용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 페놀산을 추출하는 단계(단계 4)를 포함하는 함초에서 페놀산을 추출하는 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0015] 본 발명에 따른 방법은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출함에 따라서, 추출용매에 흡착제를 분산시켜 흡착제의 표면적을 증가시킴으로써 함초로부터 추출되는 페놀산이 최대한 흡착되도록 하여 소량의 추출용매만으로도 충분할 뿐만 아니라, 추출 속도 또한 증가하고, 페놀산에 대한 선택성이 높은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하므로, 페놀산을 높은 수율로 추출할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 추출용매에 따라서 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

도 2는 본 발명의 제조예에 따른 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 대한 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 흡착 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

도 3은 시료/흡착제 비율에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

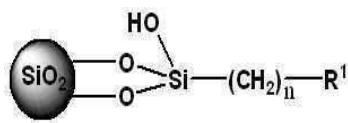
도 4는 추출용매의 양에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

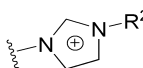
도 5는 추출시간에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 이하, 본 발명에 대하여 상세히 설명한다.
- [0018] 본 발명은 제1용매에 흡착제로써 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 분산시킨 다음, 함초 분말을 첨가하고 교반하는 단계(단계 1);
- [0019] 상기 단계 1에서 준비한 용액을 고체상 추출 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 고정시키고, 제1용매를 배출하는 단계(단계 2);
- [0020] 상기 단계 2의 고체상 추출 카트리지에 제2용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 불순물을 세척하는 단계(단계 3); 및
- [0021] 상기 단계 3의 고체상 추출 카트리지에 제3용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 페놀산을 추출하는 단계(단계 4)를 포함하는 함초에서 페놀산을 추출하는 방법을 제공한다.
- [0022] 이하, 본 발명에 따른 방법을 단계별로 상세히 설명한다.
- [0023] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 단계 1은 제1용매에 흡착제로써 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 분산시킨 다음, 함초 분말(출처: 현대지에스)을 첨가하고 교반하는 단계이다.
- [0024] 여기서, 상기 제1용매는 함초로부터 페놀산을 추출하는 추출용매로써, 물, 메탄올, 아세토나이트릴, 에탄올 등을 단독으로 또는 혼합하여 사용할 수 있고, 물 또는 메탄올을 단독으로 사용하는 것이 바람직하다.
- [0025] 또한, 상기 제1용매와 함초 분말의 비율은 [함초 분말의 양(g)]/[제1용매의 양(mL)]이 1/1-3인 것이 바람직하고, 1/2인 것이 더욱 바람직하다. 만약, 상기 비율에서 제1용매의 비율이 1 미만일 경우에는 페놀산에 대한 추출효과가 떨어지고, 제1용매의 비율이 3을 초과할 경우에는 용액 속에 추출하고자 하는 페놀산의 농도가 감소하여 실리카 이온성 액체 분말에 흡착되는 페놀산의 양이 감소하는 문제가 있다.
- [0026] 상기 1단계에 있어서, 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말은 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 사용할 수 있다.

화학식 1



- [0027]
- [0028] 상기 화학식 1에서,
- [0029] R^1 은 $-\text{NH}_2$ 또는  이고,
- [0030] R^2 는 수소, C_1-C_5 직쇄 또는 측쇄 알킬아민이고,
- [0031] n은 1-10의 정수이다.
- [0032] 상기 화학식 1로 표시되는 화합물의 구체적인 예는 본 명세서의 표 1에 나타낸 바와 같다.

- [0033] 또한, 흡착제로 사용하는 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말의 양은 [함초 분말의 양(g)]/[흡착제의 양(g)]이 1-3/1를 사용하는 것이 바람직하고, 2/1인 것이 더욱 바람직하다. 만약, 상기의 비율에서 함초 분말의

양이 1 미만인 경우에는 함초 분말의 양에 비하여 흡착제의 양이 과다하게 첨가되므로, 각각의 추출, 세척 및 분리에 사용하는 용매의 양이 많이 요구되고, 함초 분말의 양이 3을 초과하는 경우에는 함초 분말에서 추출된 페놀산이 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 모두 완전히 흡착되기 어려운 문제가 있다.

[0034] 상기 단계 1에서 함초 분말, 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 및 추출 용매를 동시에 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출함에 따라서, 여러 단계의 조작이 요구되고 시료의 손실, 사용되는 다량의 용매 자체의 불순물에 의한 오염 및 독성 등의 전형적인 용매추출법의 문제점을 해결할 수 있다.

[0035] 또한, 종래의 추출법은 다량의 용매를 필요로 하는 반면, 본 발명의 추출방법은 추출용매에 흡착제를 분산시켜 흡착제의 표면적을 증가시킴으로써 함초로부터 추출되는 페놀산이 최대한 흡착되도록 하여 소량의 추출용매만으로도 충분한 뿐만 아니라, 추출 속도 또한 증가하게 된다.

[0036] 나아가, 페놀산에 대한 선택성이 높은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하므로, 페놀산을 높은 수율로 추출할 수 있는 효과가 있다.

[0037]

[0038] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1에서 준비한 용액을 고체상 추출 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 고정시키고, 제1용매를 배출하는 단계이다.

[0039] 여기서, 상기 고체상 추출 카트리지는 용매는 배출되고 고체상이 카트리지 내부에 고정되는 것을 사용할 수 있다.

[0040] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2의 고체상 추출 카트리지에 제2용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 불순물을 세척하는 단계이다.

[0041] 여기서, 상기 제2용매는 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 불순물을 세척하는 세척용매로써, 물, 메탄올, 아세트나이트릴, 에탄올 등을 단독으로 또는 혼합하여 사용할 수 있고, 물을 사용하는 것이 바람직하다.

[0042] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 단계 4는 상기 단계 3의 고체상 추출 카트리지에 제3용매를 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 페놀산을 추출하는 단계이다.

[0043] 여기서 상기 제3용매는 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 고정된 페놀산을 분리해내는 용리액(elution solvent)로써, 물, 메탄올, 아세트나이트릴, 아세톤, 염산 등을 단독으로 또는 혼합하여 사용할 수 있고, 물 및 염산을 혼합하여 사용하는 것이 바람직하다.

[0044] 또한, 본 발명에 따른 방법에 있어서, 상기 페놀산은 프로카테킨산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 화합물이다.

[0045] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 방법은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출함에 따라서, 추출용매에 흡착제를 분산시켜 흡착제의 표면적을 증가시킴으로써 함초로부터 추출되는 페놀산이 최대한 흡착되도록 하여 소량의 추출용매만으로도 충분한 뿐만 아니라, 추출 속도 또한 증가하고, 페놀산에 대한 선택성이 높은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하므로, 페놀산을 높은 수율로 추출할 수 있는 효과가 있다.

[0046] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 상세히 설명한다.

[0047] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 한정되

는 것은 아니다.

[0048] 시약 및 실험기기

[0049] 함초 분말은 현대지에스에서 공급받았고, 프로토타테쿠산(3,4-디하이드로벤조산, 97%) 및 페룰산(ferulic acid)은 Aldrich(Milwaukee, WI, USA)에서 공급받았으며, 카페익산(Caffeic acid)은 시그마(St. Louis, MO, USA)에서 구입하였다. 이미다졸(99%) 및 1-메틸이미다졸(98%)은 Aldrich(Milwaukee, WI, USA)에서 공급받았으며, 1-에틸이미다졸(>98%) 및 1-부틸이미다졸(>98%)은 도쿄 화학공업(도쿄, 일본)에서 구입하였다. (3-클로로프로필)트리메톡시실란(97%) 및 (3-아미노프로필)트리메톡시실란(97%)은 시그마(St. Louis, MO, USA)에서 구입하였다. 아세트나이트릴, 에탄올, 메탄올 및 아세톤은 삼전순약공업(안산, 한국)에서 구입하였다. 증류수는 진공펌프(Division of Millipore, USA) 및 필터(HA-0.45, Millipore, USA)를 사용하여 준비하였다. 15.0 m Apex silica 및 RP-18은 Merck Chemicals Ltd.에서 공급받았다. 모든 시료는 고성능 액체 크로마토그래피(HPLC) 시스템에 주입하기 전에 필터(MFS-25, 0.2 m TF, WHATMAN, USA)를 사용하여 여과하였다.

[0050] **<제조예 1> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SilprImCl의 제조**

[0051] 실리카를 염산에 24시간 동안 담귀 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-클로로프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SilprCl를 얻었다. 상기의 건조된 SilprCl(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 넣고 과량의 이미다졸(5.0 g)을 첨가한 후, 60 °C에서 10시간 동안 건조시켜 SilprImCl 분말을 제조하였다.

[0052] **<제조예 2> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SilprMImCl의 제조**

[0053] 실리카를 염산에 24시간 동안 담귀 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-클로로프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SilprCl를 얻었다. 상기의 건조된 SilprCl(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 넣고 과량의 1-메틸이미다졸(5.0 g)을 첨가한 후, 60 °C에서 10시간 동안 건조시켜 SilprMImCl 분말을 제조하였다.

[0054] **<제조예 3> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SilprEImCl의 제조**

[0055] 실리카를 염산에 24시간 동안 담귀 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-클로로프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SilprCl를 얻었다. 상기의 건조된 SilprCl(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 넣고 과량의 1-에틸이미다졸(5.0 g)을 첨가한 후, 60 °C에서 10시간 동안 건조시켜 SilprEImCl 분말을 제조하였다.

[0056] **<제조예 4> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SilprBImCl의 제조**

[0057] 실리카를 염산에 24시간 동안 담귀 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-클로로프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SilprCl를 얻었다. 상기의 건조된 SilprCl(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 넣고 과량의 1-부틸이미다졸(5.0 g)을 첨가한 후, 60 °C에서 10시간 동안 건조시켜 SilprBImCl 분말을 제조하였다.

[0058] <제조예 5> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SiIprNH_2 의 제조

[0059] 실리카를 염산에 24시간 동안 담궈 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-아미노프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SiIprNH_2 분말을 제조하였다.

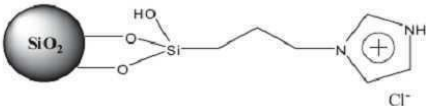
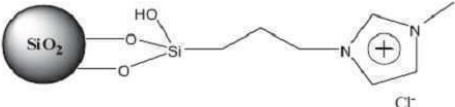
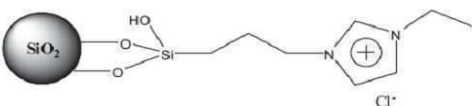
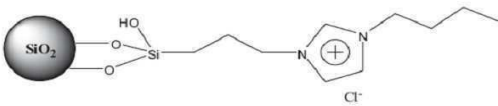
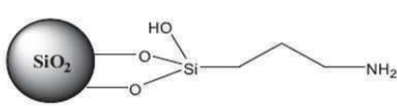
[0060] <제조예 6> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 SiIprImNH_2 의 제조

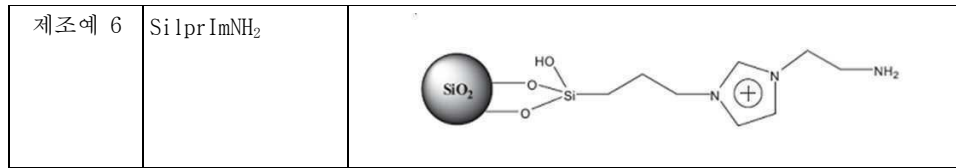
[0061] 실리카를 염산에 24시간 동안 담궈 놓은 후, 증류수로 세척하고 100 °C에서 8시간 동안 건조시켰다. 다음으로, 실리카(5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 현탁시키고 과량의 3-클로로프로필트리메톡시실란(5.0 mL)을 첨가하였다. 다음으로, 상기 용액을 12시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하였다. 상기의 실리카 입자를 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하고 60 °C에서 10 시간 동안 건조시켜 SiIprCl 를 얻었다. 상기의 건조된 SiIprCl (5.0 g)을 톨루엔(50.0 mL)에 넣고 트리에틸아민(5.93 g)을 첨가하여 30분 동안 교반시킨 후, 이미다졸(4.0 g)을 넣고 10분 동안 교반시킨다. 10시간 동안 환류시킨 후 실온으로 냉각하여 반응을 종결하고 톨루엔, 증류수 및 메탄올로 번갈아 세척하였다. 다음으로 50 °C에서 4시간 동안 건조시켜 SiIprImNH_2 분말을 제조하였다.

[0062] 상기 제조예 1-6에서 사용한 흡착제의 구조를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0063]

		흡착제
제조예 1	SiIprImCl	
제조예 2	SiIprMImCl	
제조예 3	SiIprEImCl	
제조예 4	SiIprBImCl	
제조예 5	SiIprNH_2	



<실시예 1> 함초로부터 페놀산의 추출 1

이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 1에서 제조한 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 Si lpr ImCl(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 Si lpr ImCl 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에(모델명: 5982-2232, 제조사: Agilent Technologies; 본 카트리지에 팩킹(packing)되어 있는 물질을 제거한 후에 사용)에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 Si lpr ImCl 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 Si lpr ImCl 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

<실시예 2> 함초로부터 페놀산의 추출 2

이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 2에서 제조한 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말 Si lpr MImCl(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 Si lpr MImCl 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 Si lpr MImCl 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 Si lpr MImCl 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

<실시예 3> 함초로부터 페놀산의 추출 3

이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 3에서 제조한 실리카 고정화 이온성 액체 Si lpr EImCl 분말(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 Si lpr EImCl 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 Si lpr EImCl 분말

에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

[0081] 마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 SilprEImCl 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

[0082] **<실시예 4> 함초로부터 페놀산의 추출 4**

[0083] 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

[0084] 추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 4에서 제조한 실리카 고정화 이온성 액체 SilprBImCl 분말(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 SilprBImCl 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

[0085] 다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

[0086] 다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 SilprBImCl 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

[0087] 마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 SilprBImCl 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

[0088] **<실시예 5> 함초로부터 페놀산의 추출 5**

[0089] 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

[0090] 추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 5에서 제조한 실리카 고정화 이온성 액체 SilprNH₂ 분말(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 SilprNH₂ 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

[0091] 다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

[0092] 다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 SilprNH₂ 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

[0093] 마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 SilprNH₂ 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

[0094] **<실시예 6> 함초로부터 페놀산의 추출 6**

[0095] 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하기 위하여 다음과 같이 실시하였다.

[0096] 추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 6에서 제조한 실리카 고정화 이온성 액체 SilprImNH₂ 분말(0.5 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(1.0 g)을 첨가하고 30분 동안 교반하여, 상기 SilprImNH₂ 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).

[0097] 다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(Solid Phase Extraction) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).

[0098] 다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 SilprImNH₂ 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).

[0099] 마지막으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 SilprImNH₂ 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.

[0100] <실험예 1> 추출용매에 따른 페놀산의 추출 평가

[0101] 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하기 위한 최적의 추출용매를 찾기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0102] 구체적으로, 물, 메탄올, 에탄올 및 아세트나이트릴 용매(1.0 mL) 각각에 대하여 함초 분말(1.0 g)을 넣고 실온에서 30분 동안 추출하였다. 상기에서 추출된 페놀산의 양을 측정하였고, 그 결과를 도 1에 나타내었다.

[0103] 도 1은 추출용매에 따라서 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0104] 도 1에 나타난 바와 같이, 물 및 메탄올이 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 페놀산을 추출하기 위한 추출용매로 우수한 것으로 나타났다.

[0105]

[0106] <실험예 2> 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 따른 페놀산의 흡착 평가

[0107] 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하기 위한 최적의 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 찾기 위해 상기 표 1에 나타난 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0108] 구체적으로, 함초에서 얻어지는 페놀산의 표준이 되는 10.0 mL의 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid) 각각을 제조예 1-6에서 제조한 각각의 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말(100.0 mg)과 함께 1:1로 매칭하여 각각의 바이알에 메탄올을 함께 넣고, 25 °C에서 24시간 동안 흔들어 준 후 필터(0.4 μm)로 여과하였다. 다음으로, 상기 각각의 세 가지 산의 초기 질량 및 흡착되지 않은 질량의 차이를 계산하여 실리카 고정화 이온성 액체에 흡착된 산의 질량을 알아내었고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.

[0109] 도 2는 본 발명의 제조예에 따른 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말에 대한 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 흡착 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0110] 도 2에 나타난 바와 같이, 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 페놀산을 추출하기 위하여 실리카 이온성 액체 분말은 SilprEImCl(제조예 3), SilprMImCl(제조예 2) 및 SilprImNH₂ (제조예 6)이 우수한 것으로 나타났고, 그 중에서도 SilprEImCl(제조예 3)이 가장 우수한 것을 알 수 있었다.

[0111] <실험예 3> 시료/흡착제 비율에 따른 페놀산의 추출 평가

[0112] 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하기 위한 최적의 시료/흡착제 비율을 찾기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0113] 구체적으로, 함초 분말(1.0 g)에 대해 이온성 액체 SilprEImCl 분말을 사용하여 [함초 분말의 양]/[흡착제의 양]의 비율을 1/4, 1/2, 1/1, 2/1 및 4/1(mg/mg)의 범위로 다르게 하여 30분 동안 추출용매로 메탄올(3 mL)을 사용하여 추출하였다. 상기의 [함초 분말의 양]/[흡착제의 양]의 비율로 추출된 페놀산의 양을 측정하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0114] 도 3은 시료/흡착제 비율에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0115] 도 3에 나타난 바와 같이, 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 페놀산을 추출하기 위하여 시료/흡착제 비율은 1.5/1~ 2.5/1이 우수한 것으로 나타났고, 그 중에서도 2/1의 비율일 때가 가장 우수한 것을 알 수 있었다.

[0116] **<실험예 4> 추출용매의 양에 따른 페놀산의 추출 평가**

[0117] 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하기 위한 최적의 추출용매 양을 찾기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0118] 구체적으로, 함초 분말(1.0 g)에 대해 이온성 액체 SiprEmCl 분말의 양을 2/1 비율로 사용하고, 추출용매를 메탄올로 하여, 메탄올의 양을 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL 및 5 mL로 다르게 하며 30분 동안 추출하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0119] 도 4는 추출용매의 양에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0120] 도 4에 나타난 바와 같이, 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 페놀산을 추출하기 위하여 추출용매의 양은 1~3 mL의 범위에서 우수한 것으로 나타났고, 그 중에서도 3 mL일 때가 가장 우수한 것을 알 수 있다.

[0121] **<실험예 5> 추출시간에 따른 페놀산의 추출 평가**

[0122] 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하기 위한 최적의 추출시간을 찾기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0123] 구체적으로, 상기 실험예 1 내지 실험예 4의 결과와 같은 최적의 추출 조건인 메탄올(3 mL)에 함초 분말(1.0 g)을 넣고 함초 분말의 양에 대해 실리카 고정화 이온성 액체 SiprEmCl 분말의 양을 2/1 비율로 하여 추출시간을 20분, 30분, 40분, 50분 및 60분으로 다르게 하며 추출하였고 그 결과를 도 5에 나타내었다.

[0124] 도 5는 추출시간에 따른 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)의 추출 효과를 비교하여 나타낸 그래프이다.

[0125] 도 5에 나타난 바와 같이, 함초로부터 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)으로 이루어지는 페놀산을 추출하기 위하여 추출시간은 20~40분의 범위에서 우수한 것으로 나타났고, 그 중에서도 30분 일 때가 가장 우수한 것을 알 수 있다.

[0126] **<실험예 6> 세척용매 및 용리액에 따른 페놀산의 분리 평가**

[0127] 본 발명에 따른 제조예 1-6에서 제조한 흡착제에 흡착된 페놀산 이외의 불순물을 제거하기 위한 최적의 세척 용매와 흡착제로부터 페놀산을 분리하기 위한 최적의 용리액을 찾기 위해 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0128] 먼저, 메탄올, 에탄올, 물, 아세트나이트릴, 아세톤, 메탄올/염산 및 물/HCl 각각을 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로 하여 제조예 1의 SilprImCl 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물이 제거된 양을 측정하였다. 그

결과, 물이 세척용매로서 가장 우수하였으며, 최적의 세척용매의 양을 찾기 위해 1.0 mL에서 5.0 mL로 다르게 하여 수행한 결과 2.0 mL일 때가 가장 효과적인 것으로 나타났다.

다음으로, 각각의 메탄올, 에탄올, 물, 아세트나이트릴, 아세톤, 메탄올/염산 및 물/HCl을 고체상 추출(SPE) 카트리지에 용리액으로 하여 SilprImCl 분말에 고정된 SilprImCl 분말에 고정된 페놀산이 추출되는 양을 측정하였다. 그 결과 메탄올/염산이 용리액으로 가장 우수한 것을 알 수 있었다.

<실험예 7> 추출법의 안정성 평가

본 발명에 따른 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 사용하는 다상 분산형 추출법으로 함초에서 페놀산을 추출하는 방법에 대해 직선성, 정밀성, 정확성 등의 특성을 결정하기 위해 시험법 검증을 수행하였다.

상기의 분석법 검증에 대한 결과는 하기 표 2에 나타난 바와 같이, 프로카테큐산(Protocatechuic acid), 카페익산(Caffeic acid) 및 페룰산(Ferulic acid)은 1 0.9995 내지 0.9998의 범위의 상관 계수(R^2) 및 0 에서 100 $\mu\text{m/mL}$ 의 우수한 직선성을 나타내었다. 또한, 세 가지 산에 대한 검출 한계(LOD)는 1.0 내지 4.1 ng/mL의 범위이고, 정량한계(LOQ)는 5.0 내지 14.7 ng/mL의 범위였다.

나아가, 하기 표 3에 나타난 바와 같이, 6회의 시험을 반복하여 수행한 결과, 96.7 내지 103.3% 범위를 보이므로 정확성이 우수하다는 것을 알 수 있었다.

이러한 결과는 본 발명에 따른 함초로부터 페놀산을 추출하는 방법이 잠재적인 적용가능성을 가진 안정한 방법이라는 것을 알 수 있다.

표 2

	회귀분석 방정식	R^2	직선범위 ($\mu\text{m/mL}$)	LOD/ (ng/mL)	LOQ/ (ng/mL)
PA	$y = 8909.6x - 44.256$	0.9995	10.0-100	1.0	5.0
CA	$y = 6604.5x - 50.298$	0.9995	10.0-100	3.3	12.2
FA	$y = 6099.2x - 43.484$	0.9998	10.0-100	4.1	14.7

표 3

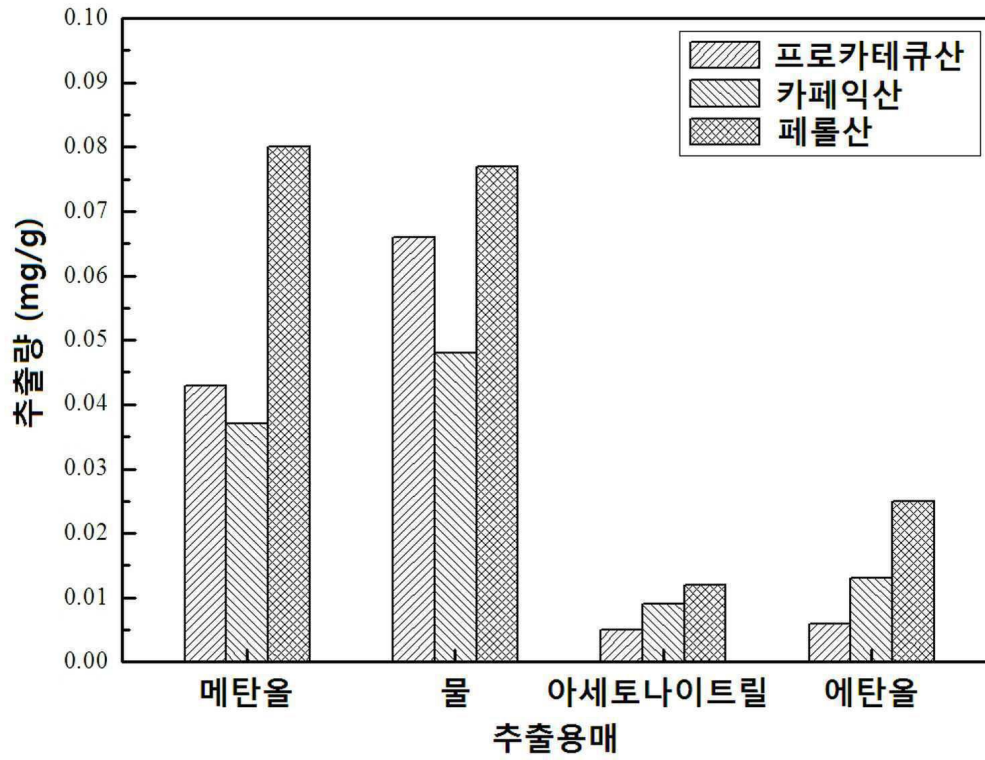
	초기농도 ($\mu\text{m/mL}$)	Intra-day		Inter-day		회수율%
		측정 농도 ($\mu\text{m/mL}$)	정밀성 RSD%	측정 농도 ($\mu\text{m/mL}$)	정밀성 RSD%	
PA	10	9.86	4.09	9.82	4.59	98.4
	25	24.88	3.40	24.91	3.70	99.6
	100	99.46	3.59	99.75	4.81	99.6
CA	10	9.66	4.78	9.67	4.97	96.7
	25	24.68	3.54	24.61	3.92	99.2
	100	99.57	4.16	99.43	4.91	99.5
FA	10	9.77	4.29	9.92	4.05	98.5
	25	25.05	3.04	24.79	3.36	99.7
	100	104.06	4.49	102.63	3.90	103.3

<실험예 8> 프로카테큐산, 카페익산 및 페룰산의 추출효율 평가

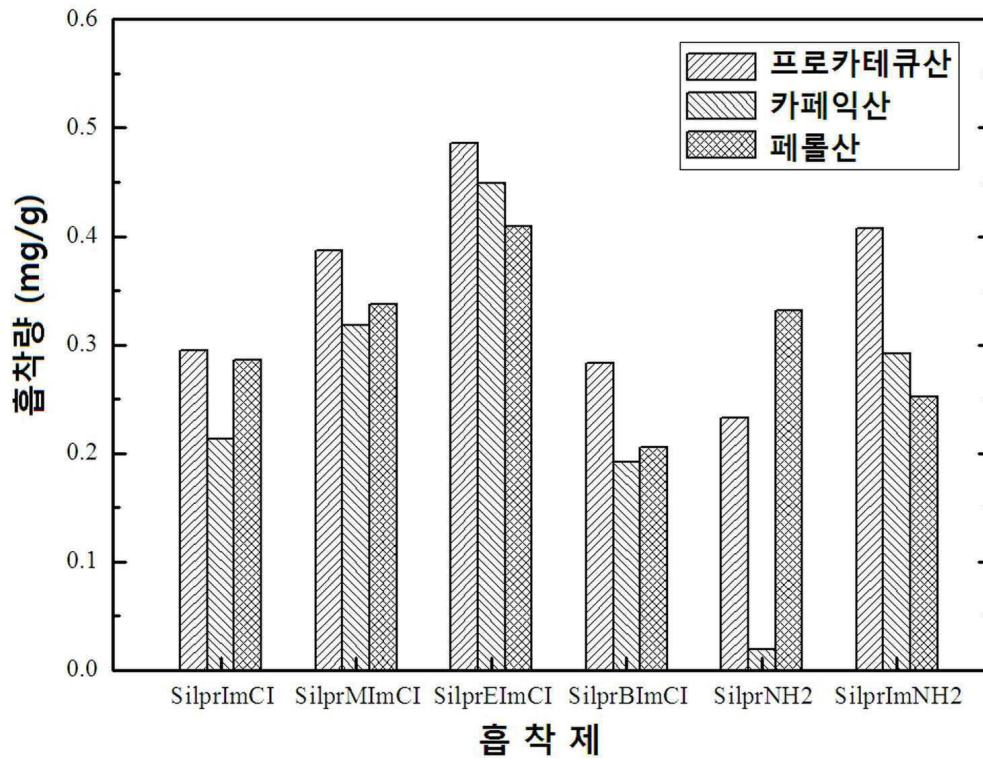
- [0139] 본 발명에 따른 상기 실험예 1 내지 7에서 최적화된 추출 조건의 방법으로 프로카테큐산, 카페익산 및 페롤산을 추출 및 분리하여 함초로부터 페놀산의 추출효율을 알아보기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.
- [0140] 구체적으로, 추출용매로써 메탄올(3.0 mL)에 흡착제로써 제조예 6에서 제조한 실리카 고정화 이온성 액체 SilprEImCl 분말(1.0 g)을 분산시킨 다음, 함초 분말(2.0 g)을 첨가하고 25 °C에서 30분 동안 교반하여, 상기 SilprEImCl 분말에 함초로부터 추출된 페놀산을 흡착시켰다(단계 1).
- [0141] 다음으로, 상기 단계 1의 용액을 고체상 추출(SPE) 카트리지에 넣어 상기 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 선택적으로 고정시키고 메탄올 용매는 배출시켰다(단계 2).
- [0142] 다음으로, 상기 단계 2의 고체상 추출(SPE) 카트리지에 세척용매로써 물(2.0 mL)을 넣어 상기 SilprEImCl 분말에 고정된 페놀산 이외의 불순물을 세척하였다(단계 3).
- [0143] 다음으로, 상기 고체상 추출(SPE) 카트리지에 페놀산의 용리액으로써 메탄올/염산 혼합액(1 mol/L, 2 mL)을 넣어 상기 SilprEImCl 분말에 고정된 페놀산을 추출하였다.
- [0144] 마지막으로, 상기에서 추출한 용액을 C₁₈ column(5 μm, 150.0×4.6 mm, i.d., RS테크, 대전, 한국), 아세트나이트릴/물/트리플루오로아세트산(20/80/0.1, v/v/v)의 유속 0.5 mL/min, UV 파장 270 nm의 조건의 HPLC 시스템을 사용하여 분리하였다.
- [0145] 그 결과, 함초로부터 페놀산을 프로카테큐산(98.1%), 카페익산(89.4%) 및 페롤산(92.2%)의 회수율로 추출하는 것을 알 수 있었다.
- [0146] 상기 실험예 1-8의 결과에서 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 방법은 이온성 액체가 고정화된 실리카 분말을 흡착제로 사용하는 다상 분산형 추출법을 최적화하여 함초에서 페놀산을 프로카테큐산(98.1%), 카페익산(89.4%) 및 페롤산(92.2%)과 같이 추출 효율을 극대화하였으므로, 함초에서 페놀산을 추출하는 방법으로 유용하게 사용할 수 있다.

도면

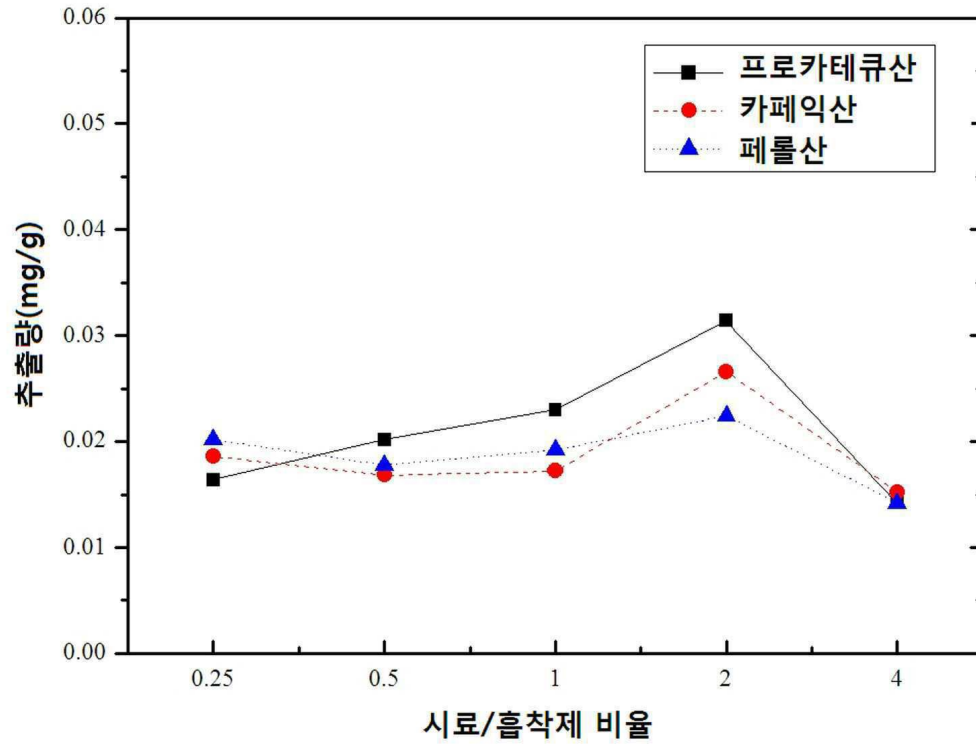
도면1



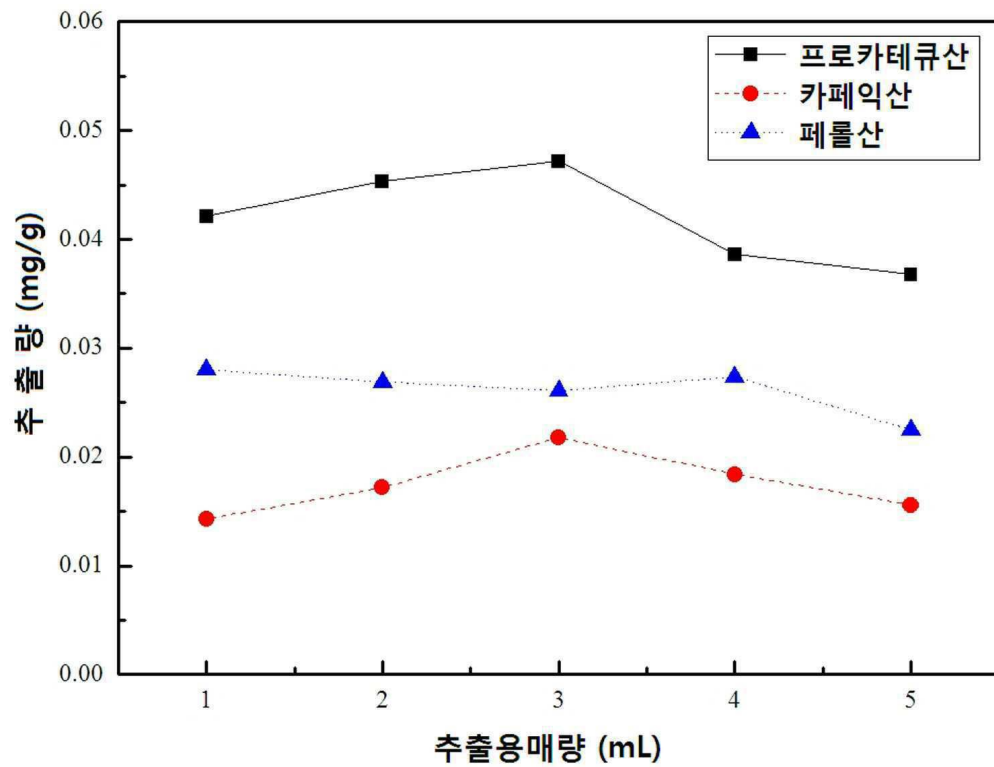
도면2



도면3



도면4



도면5

