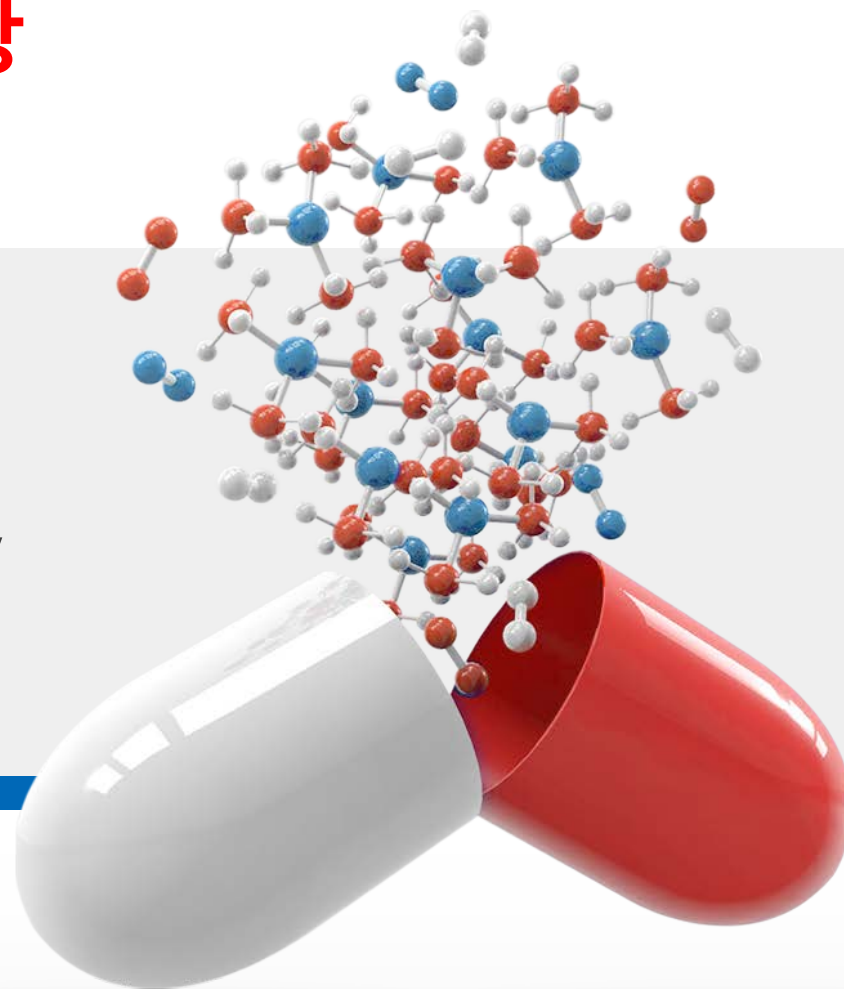


충전제 관리 주의 사항

Better Purification
Better YMC Technology





Index

01

충전제 분리능 저하 원인

02

충전제 분리능 저하 대응

03

충전제 관리 방법

04

연성정밀화학에서의 가능성



1. 충전제 분리능 저하 원인

충전제 분리능 저하 원인

1. Column의 성능 불량

- 충전제 충전 압력이 적정하지 않으면 충전제가 파쇄되어 급격하게 충전제의 수명 저하. (5page 참고)
- 장기간 방치된 충전제가 성능이 떨어지는 Column 내부에 보관되면서 압력이 유지되지 않아서 밀착된 충전제가 흐트러짐 발생. (6page 참고)

2. 충전제 흐트러짐

- 충전제가 장기간 보관되면서 밀봉되지 않아서 내부 용매가 휘발되고 충전제가 건조화 되어서 밀착된 충전제가 흐트러짐 발생. (7page 참고)

3. 충전제 열화

- 충전제가 밀봉되지 않아서 건조화 과정 중에 산화에 의한 열화.
- 충전제에 충격을 주는 용매나 첨가제 등이 포함된 용매에 장기간 사용되어 수명 저하가 발생.
- 충전제에 충격을 주는 용매나 첨가제 등이 포함된 용매에 장기간 방치되어 충전제 열화 발생.

충전제 충전 조건



Pilot용 K-Prep FC

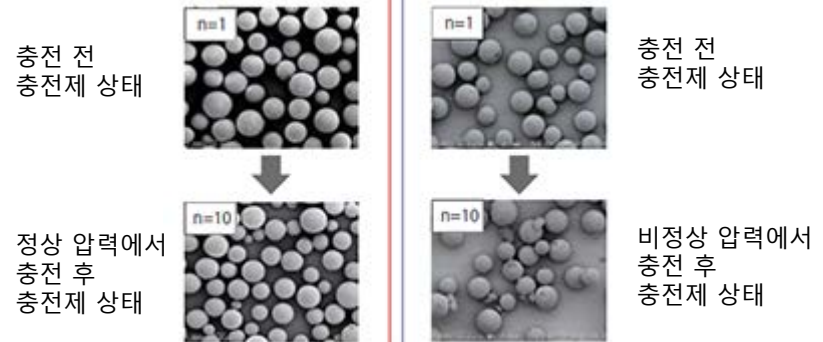


Pilot용 DAC Column

모든 충전제는 충전할 수 있는 내압이 추천되고 있습니다. 충전제의 충전 내압을 확인하고, Column의 내부 압력이 HPLC 본체를 통하여 충전제의 충전 내압까지 제어되면서 충전이 되어야 충전제에 충격없이 완벽한 충전이 가능합니다.

- 충전 내압이 높을 경우 : 충전제가 파쇄되어 충전제의 수명이 급격하게 저하됩니다.
- 충전 내압이 낮을 경우 : 충전제가 밀착되지 않아서 충전제에 Crack이 발생해서 분리능이 저하됩니다.

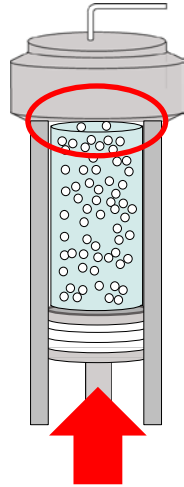
* Column에 내압을 파악할 수 있는 기능이 있어야 충전제의 부하되는 압력을 확인할 수 있습니다.



Column 성능 불량

정상 상태

정상적인 압력이 유지되면 Column의 성능을 유지할 수 있습니다.



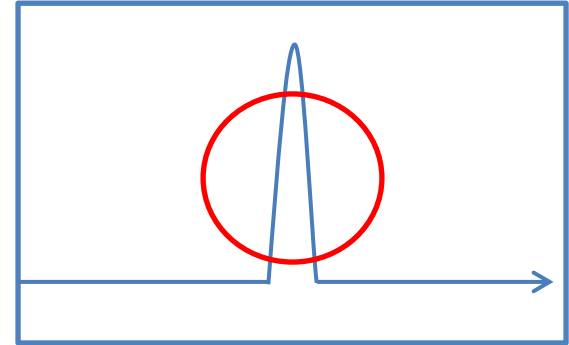
상시 가압!!

Void Volume 제어 !!

시료 확산 제어 !!

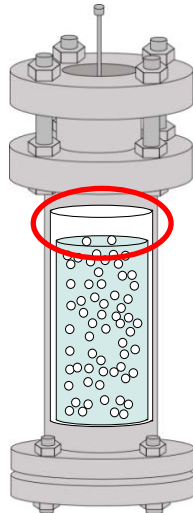
분리능 유지 !!

Peak Resolution 향상!



비정상 상태

정상적인 압력이 유지되면 못하면 Void Volume이 발생하면서 Column의 성능을 유지할 수 없습니다. 또, Column 내부가 건조화 되어 있다면, Crack이 발생하기 쉬어 집니다.(7page 참고)

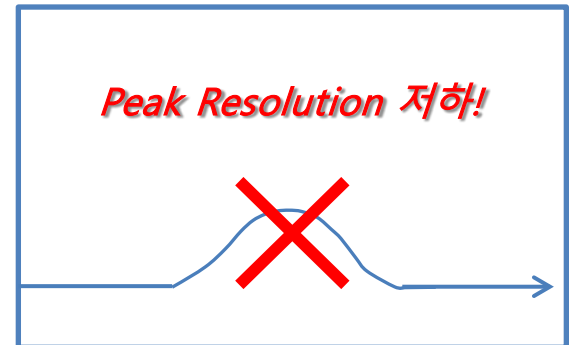


Void Volume 발생 !!

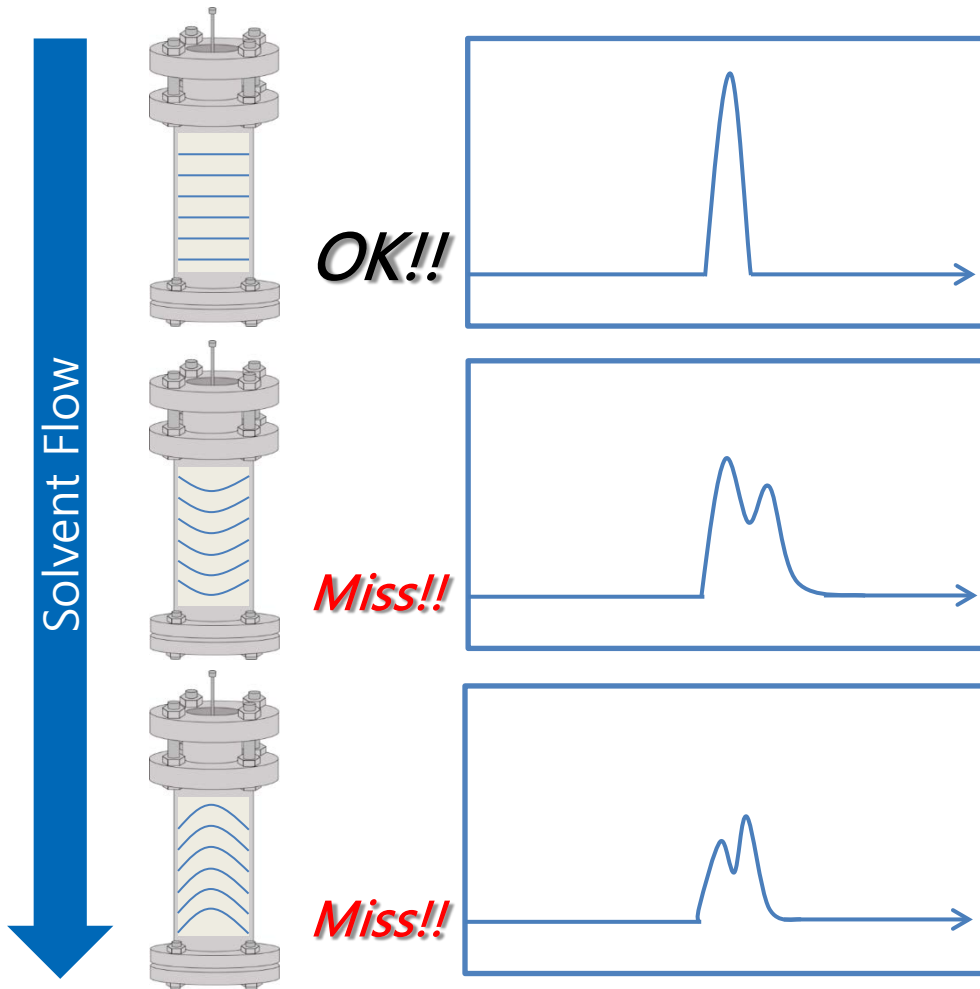
시료 확산 발생 !!

분리능 저하 !!

Peak Resolution 저하!



충전제 건조화



충전이 정상적인 조건에서 충전되지 못했거나, Column 관리에 문제가 발생하여 충전제가 건조화(Dewetting) 되면 충전제가 Crack에 의한 결이 발생하고 극단적으로는 좌측과 같은 분리능 저하가 발생할 수 있으며, 이론단수의 저하를 불러옵니다.

충전제 열화

1. 충전제가 공기 중에 노출되어 열화

Column이 완전히 밀봉되지 않으면 공기 중의 산소와 반응하여 산화로 인하여 충전제가 손상됩니다.

2. 사용 제한 pH 영역에 넘어서거나 제한 값 부근에서의 지속적인 사용

충전제가 사용 pH의 극한 상황에 지속적으로 노출되면 작용기 떨어지거나 기재가 손상됩니다.

3. 세정 후에도 잔존 첨가제(TFA)등이 잔류하여 충전제 열화

충전제의 세정은 Column Volume의 최소 3배에서 최대 11배까지 진행해야 합니다.

이 용량은 세정 용매와 사용 용매의 혼합 효율과 충전제 Pore Size에 따라서 상이합니다.

세정이 충분하지 않았고, Column이 밀봉되지 않은 경우, 잔류한 산등의 첨가제가 용매가 휘발되면서 점점 더 고 농도로 잔류하게 되고 충전제의 열화가 급속하게 진행됩니다.

4. 최대 내압에 노출되어 내구성 상실에 의한 열화

DAC Column의 사용에서 사용자들이 간과하는 가장 큰 실수는 Pump에 걸리는 압력이 Column에 충전된 충전제에 노출되는 압력과 동일하다고 생각하는 것입니다.

Column에 충전된 충전제에 부하되는 압력을 확인해서 충전제의 내압 범위에서 사용해야 합니다.

* Column에 내압을 파악할 수 있는 기능이 있어야 충전제에 부하되는 압력을 확인할 수 있습니다.



2. 충전제 분리능 저하 대응

충전제 분리능 저하 대응

충전제 분리능이 저하되었을 때, 대처 방법을 아래와 같이 정리할 수 있습니다.

1. 세정

3~11 Column Volume의 사용 유기 용매로 Pore 내부까지 충분히 세정해서 충전제를 환원해야 합니다. 완전히 건조화 되어도 충분한 세정을 통해서 다시 사용 가능한 상태로 환원이 가능합니다.

단, 보관 과정에서 산화나 잔류 "산"등이 충전제 열화 원인이라면 환원 가능성은 없습니다.

2. Repacking

충전제를 정상적인 조건에 새롭게 Repacking 합니다. 이 경우 Column의 압력 유지 능력, 충전 조건, 보관 중 건조화 등으로 흐트러져 있는 충전제를 다시 고밀도화 하여 Column을 정상화할 수 있습니다.

또, 이 과정에서 Column Inlet 부분의 오염 등을 확인하여 오염원을 제거할 수 있습니다.



3. 충전제 관리 방법

충전제 관리 방법

1. 신규 충전제 보관

YMC는 충전제를 공기와의 차단을 목적으로 밀봉하여 제공하고 있습니다. 그러나 신규 충전제의 장기 보관 시 **밀봉 상태의 확인과 추가적인 밀봉**을 권장합니다.

2. 충전제 충전

충전제의 충전은 **적정한 밀도와 압력**으로 진행되어야 합니다.

충전제 기재의 파손은 **충전 과정 중 압력**에 가장 높게 발생하고, 이후 급격하게 충전제의 수명이 줄어 드는 원인이 됩니다. 압력이 너무 높아도, 너무 낮아도 문제가 됩니다. (5page 참고)

또, Slurry Container등을 이용하여 **적절한 충전 밀도**를 유지하여 충전제가 너무 되거나 너무 묽지 않도록 충전하여 충전 중 Void Volume을 발생을 방지해야 합니다.

3. 충전 후 압력 유지

충전 후, Column 내부에 Void Volume이 발생하지 않도록 관리가 필요합니다.

일단 Void Volume이 발생하면 Repacking 외에는 대처 방법이 없습니다.

Void Volume 발생하지 않도록 **일정한 압력이 유지**되어야 하고, Column 내부 압력 유지가 어렵다면 가급적 단 방향으로 용매를 흘려서 Void Volume이 생겨도

다소의 재현성을 확보해야 합니다. (6~7page 참고)



Slurry Container

충전제 관리 방법

4. 세정

- **세정 Volume** : Column 내부의 오염(잔존물질)을 세정할 수 있는 **유기용매로 Column Volume의 3~11배수**까지 세정해 주어야 합니다. 세정 용량은 사용 용매와 세정 용매의 혼합도 및 충전제의 Pore Size에 유동적으로 선정합니다. 용매 혼합 효율이 좋지 않고 Pore Size가 작은 충전제라면 최대 11배수의 세정을 추천합니다.
- **완충액이나 염류가 포함되어 있지 않은 경우 세정** :
이동상을 구성하는 유기용매의 농도를 높여서 **Column에 잔존하는 물질을 세정**하여 주십시오.
유기용매는 100%까지 사용 할 수 있습니다.
- **완충액이나 염류가 포함된 경우** :
완충액이나 염류가 포함되지 않은 **물/유기용매 혼합액(이동상과 동등비율)**으로 **일단 치환** 한 후,
위와 동일한 방식으로 세정하여 주십시오.

* 조건 별 상세한 대응은 충전제 사용 설명서를 확인하거나 YMC에 문의를 바랍니다.

충전제 관리 방법

5. 충전제의 보관

- Column 내 보관 :

장기간 사용하지 않는 경우에는 세정 후, **Methanol, ACN 등 유기용매로 치환**하여 고온 다습 한곳을 피하고, **밀봉하여 보관**하여 주십시오.(산화 방지를 위하여 Column 앞/뒤를 막아 주십시오.)

일부 Water를 포함하여 보관하면 용매의 휘발도를 낮추어서 장기 보관이 가능하지만 보관 중에 주기적으로 용매를 보충해 주어야 합니다.

단기간이라도 염이나 산을 포함한 이동상에서의 보관은 피해주십시오.

용매가 휘발되면서 충전제 열화의 원인이 됩니다.

- Unpacking 후 건조 보관 :

Methanol 등의 **유기용매에 치환**한 후, Column에서 충전제를 제거해 주십시오.

충전제는 90°C이하에서 **완전 건조** 시킨 후, 고온 다습한 곳을 피하여 밀봉 보관하여 주십시오.

완전 건조되지 않으면 산화의 원인이 될 수 있습니다.

잔류한 완충액이나 염류가 건조 중 충전제에 손상을 줄 수 있으니 반드시 완전 치환 후 건조해 주십시오.

- Unpacking 후 유기 용매 중에 보관 :

Methanol 등의 유기용매에 치환한 후, Column에서 충전제를 제거해 주십시오.

Unpacking한 충전제는 적절한 용기로 옮겨 치환에 사용한 용매로 밀봉하여 보관하여 주십시오.

주기적으로 휘발된 용매를 보충해 주십시오.

YMC