



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년07월19일  
(11) 등록번호 10-1287423  
(24) 등록일자 2013년07월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C07F 9/10 (2006.01) A61K 31/661 (2006.01)  
A61P 25/28 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2011-0022393  
(22) 출원일자 2011년03월14일  
심사청구일자 2011년03월14일  
(65) 공개번호 10-2012-0104781  
(43) 공개일자 2012년09월24일  
(56) 선행기술조사문헌  
JP05092982 A  
US05523450 A  
JP2007269657 A  
EP0486100 A1

(73) 특허권자  
주식회사 한서켄  
경기도 평택시 포승읍 포승공단로 41  
(72) 발명자  
오민근  
경기도 부천시 원미구 상동로 25, 백송마을 2707  
동 603호 (상동)  
김기남  
경기도 수원시 팔달구 정자천로32번길 20, 꽃피버  
들마을LG아파트 161동 905호 (화서동)  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인아주양현

전체 청구항 수 : 총 1 항

심사관 : 방성철

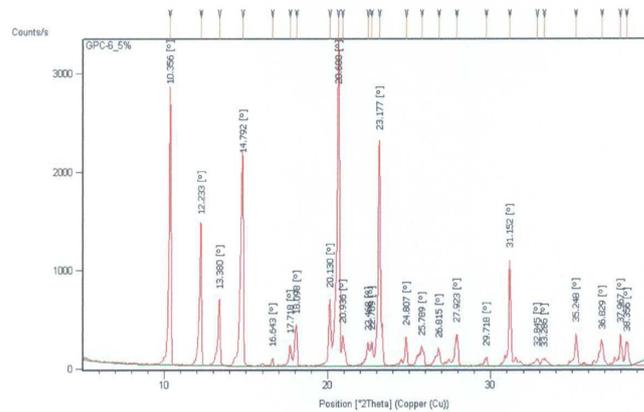
(54) 발명의 명칭 글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정

(57) 요약

본 발명은 글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 통상적인 액상의 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 농축하고 알코올 용액에 용해 한 후, 상기 II형 결정을 종자 결정(Seed crystal)으로 투입하고 숙성 및 여과하여 수득되는 일수화물 형태의 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정에 관한 것이다.

상기 글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정은 시차주사 열량(DSC) 분석에서 62°C의 개시온도(onset) 및 66°C의 흡열 피크와, 141°C의 개시온도(onset) 및 145°C의 흡열피크를 가지며, 분말 X선 회절(XRD) 분석에서 2 $\theta$  회절각이 10.3 $\pm$ 0.2°, 12.2 $\pm$ 0.2°, 13.4 $\pm$ 0.2°, 14.8 $\pm$ 0.2°, 20.6 $\pm$ 0.2° 의 회절 패턴을 가지는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**서기형**

경기도 평택시 안중읍 현화리 우림루미아트 105동  
501호

**권대길**

경기도 광명시 안현로 15, 111동 103호 (하안동,  
주공아파트)

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

- 1) 시차주사 열량(DSC) 분석에서 62℃의 개시온도(onset) 및 66℃의 흡열피크와, 141℃의 개시온도(onset) 및 145℃의 흡열피크를 가지며,
- 2) 분말 X선 회절(XRD) 분석에서 2θ 회절각이 10.3±0.2°, 12.2±0.2°, 13.4±0.2°, 14.8±0.2°, 20.6±0.2°의 회절 패턴을 나타내고,
- 3) 결정구조는 육방정계의 다각면체로서 입자크기가 200~300μm이며,
- 4) 용해 온도가 66℃이고, 일수화물인 것을 특징으로 하는 글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정.

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

삭제

**청구항 5**

삭제

**명세서**

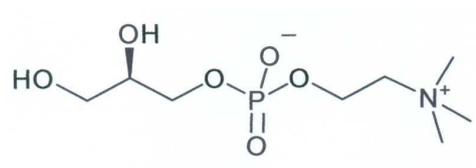
**기술분야**

[0001] 본 발명은 글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 통상적인 액상의 L-α-글리세릴 포스포릴 콜린을 농축하고 알코올 용액에 용해한 후, 상기 II형 결정을 종자 결정(Seed crystal)으로 투입하고 숙성 및 여과하여 수득되는 일수화물 형태의 L-α-글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정에 관한 것이다.

**배경기술**

[0002] 다음 화학식 1로 표시되는 L-α-글리세릴 포스포릴 콜린(L-α-glyceryl phosphoryl choline, 이하, 'GPC'라고도 함)은 뇌기능 개선제로서 치매 치료제로 사용되는 공지의 물질이다.

**화학식 1**



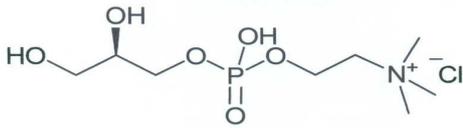
[0003]

[0004] 종래에 알려진 L-α-글리세릴 포스포릴 콜린의 제조방법은 크게 순수 합성방법과, 콩의 부산물인 레시틴에서 추출하는 방법으로 구분할 수 있다. 예컨대, 유럽특허 제486,100호, 이탈리아 특허 제1,243,724호, 이탈리아 특허 제1,247,496호 등에 소개된 방법은 순수 합성방법이고, 미국특허 제5,250,719호, 영국특허 제2,058,792호, 유럽특허 제217,765호 등에 소개된 방법은 레시틴에서 추출하는 방법이다. 이러한 방법으로 제조되는 종래의 GPC는

모두 상당량의 수분을 포함하고 있는 액체 상태로 수득된다.

- [0005] 한편, 상기 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 결정화하는 방법도 알려져 있다. 먼저, J. Am. Chem. Soc. 70, 1394-1399(1948)에는 순수 합성방법으로 제조된 합수 GPC를 알코올 용액 중에서 고체화 할 수 있다고 기재되어 있으나, 구체적인 결정화 조건이나 결정 구조에 대한 언급은 없다.
- [0006] 한국특허 제262,281호(등록일자 2000년 04월 29일)에는, 염기성 이온교환수지를 함유하는 반응기 내에서 알콜리 시스에 의한 탈아실화 반응을 실시하여 GPC를 제조하고, 비극성 흡착수지를 이용하여 지방친화성 불순물을 제거한 다음, 상기 GPC를 메탄올에 용해하고 여기에 다시 약 20배량의 n-부탄올을 첨가하여 진공 농축한 후, 냉각 및 여과하여 무수물 형태의 결정을 회수하는 방법이 소개되어 있다. 그러나, 이러한 방법에서는 흡습성(吸濕性)이 큰 미세 결정이 형성되는 것으로 보고되어 있을 뿐, 구체적인 결정 구조에 대한 언급은 없다.
- [0007] 그리고, 한국특허 제966,627호(등록일자 2010년 06월 21일)에는 C1-C6 알코올, C1-C6케톤 및 이들의 혼합물로 이루어진 결정화 용매를 이용하여 다음 화학식 2로 표시되는 GPC 염산염을 제조하는 방법이 소개되어 있으나, 역시 결정 구조에 대한 언급은 없다.

**화학식 2**



- [0008]
- [0009] 이와 같이 종래에도 GPC를 결정화하려는 노력이 있었고, 그 가능성도 제시되어 있었지만, 구체적인 결정화 조건이나 결정 구조에 대해서는 언급되어 있지 않다. 그리고, 아직까지 산업적으로 이용 가능한 결정형 GPC 원료는 생산되지 않고 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0010] 이상 살핀 바와 같이, 지금까지 산업적으로 생산되고 있는 GPC 원료는 모두 액상이고, 현재 시판되고 있는 GPC 제제 역시 상기 액상 원료를 이용한 연질 캡셀제로 국한되어 있다. 그런데, 이러한 GPC 연질 캡셀제는 시간이 지남에 따라 활성성분이 젤라틴 피막을 녹일 가능성이 있고, 복잡한 제조설비가 필요하며, 미생물 변질방지 보존제를 사용해야 할 뿐 아니라, 환자가 복용하기에 불편하다는 단점이 있다.
- [0011] 이에 본 발명자들은 GPC 연질 캡셀제를 대체 할 수 있는 GPC 정제를 제조하기 위하여 분말형 GPC에 대한 연구를 진행하던 중, 종래에 알려진 결정화 방법으로 수득되는 GPC 결정은 모두 다형 결정이라는 사실과, 나아가 상기 다형 결정 이외에도 결정학적 특징이 전혀 다른 새로운 결정 형태인 I형 결정 및 II형 결정이 존재한다는 사실을 확인하게 되었다. 그리고, 종자 결정(Seed crystal)의 사용 및 결정화 조건을 최적화하여 상기 I형 결정 및 II형 결정을 산업적으로 생산할 수 있는 효과적인 방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하게 되었다.
- [0012] 본 발명의 목적은 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

- [0013] 본 발명에 따른 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정은 시차주사 열량(DSC) 분석에서 62℃의 개시온도(onset) 및 66℃의 흡열피크와, 141℃의 개시온도(onset) 및 145℃의 흡열피크를 가지며, 분말 X선 회절(XRD) 분석에서 2 $\theta$  회절각이 10.3 $\pm$ 0.2°, 12.2 $\pm$ 0.2°, 13.4 $\pm$ 0.2°, 14.8 $\pm$ 0.2°, 20.6 $\pm$ 0.2°의 회절 패턴을 가지는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 또한 본 발명에 따른 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정의 제조방법은, A) 수분 함량이 15~18% 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 45~65℃의 온도에서 농축하여 수분 함량을 6~12%로 감소시키는 단계와; B) 상기 A)

단계에서 얻어진 농축 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 1~5배량의 알코올 용액에 투입하여 용해하고, 5~20℃의 온도로 냉각하는 단계와; C) 상기 B) 단계에서 얻어진 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 알코올 용액에다 종자 결정(Seed crystal)으로서 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정 0.1~0.5 mol%를 투입하고, 교반 없이 2~5시간 동안 숙성한 후, 석출된 결정을 여과하는 단계; 를 포함하는 것을 특징으로 한다.

**발명의 효과**

- [0015] 본 발명에 따른 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정은 종래의 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 원료에 비해 순도가 높고, 제제학적으로 제형 변경이나 용량 변경이 용이하여 환자의 복약 순응도가 높은 다양한 제제를 생산할 수 있는 효과가 있다.
- [0016] 또한 상기 II형 결정은 종래의 다형 결정에 비해 공기 중의 수분을 흡수하는 흡습성(吸濕性)이 매우 낮기 때문에 저장 안정성이 우수하고, 제제화 과정에서 취급이 용이한 장점이 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0017] 도 1은 본 발명의 GPC II형 결정에 대한 X선 회절 스펙트럼,  
 도 2는 종래의 GPC 다형 결정에 대한 X선 회절 스펙트럼,  
 도 3은 본 발명의 GPC II형 결정에 대한 시차주사 열량 스펙트럼,  
 도 4는 종래의 GPC 다형 결정에 대한 시차주사 열량 스펙트럼,  
 도 5은 본 발명의 GPC II형 결정에 대한 현미경 사진,  
 도 6은 종래의 GPC 다형 결정에 대한 현미경 사진,  
 도 7은 GPC I형과 II형 및 다형 결정의 흡습성을 비교한 그래프,  
 도 8은 GPC I형과 II형 및 다형 결정에 대한 IR스펙트럼이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0018] 본 발명에 따른 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정은 일수화물로서, 시차주사 열량(DSC) 분석에서 62℃의 개시온도(onset) 및 66℃의 흡열피크와, 141℃의 개시온도(onset) 및 145℃의 흡열피크를 가지며, 분말 X선 회절(XRD) 분석에서 2 $\theta$  회절각이 10.3 $\pm$ 0.2°, 12.2 $\pm$ 0.2°, 13.4 $\pm$ 0.2°, 14.8 $\pm$ 0.2°, 20.6 $\pm$ 0.2° 의 회절 패턴을 가지는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또한 상기 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정은 육방정계의 다각면체 형태로서, 결정 입자의 크기가 200~300 $\mu$ m 정도로 균일하며, 용해 온도는 약 66℃ 정도(1도/분)이다. 그리고, 종래의 다형 결정에 비해 흡습성이 낮아서 수분 함량, 즉 함수율이 6.5%인 원료를 습도 30% 조건하에서 10시간 정도 방치하여도 초기 함수율 6.5%를 거의 그대로 유지한다.
- [0020] 참고로 종래 다형 결정의 경우, 상대적으로 흡습성이 매우 높아서 함수율이 2.9% 인 원료를 습도 30% 조건하에서 방치할 경우, 시간이 경과함에 따라 공기 중의 수분을 흡수하여 10시간 경과 이후에는 함수율이 4.2%로 상승한다. 이처럼 흡습성이 크면, 원료 저장 또는 제제화 과정에서 중량 및 물성이 변할 우려가 있기 때문에 특별한 취급이 필요하다.
- [0021] 상기 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정의 제조방법은 다음 3단계로 이루어진다.
- [0022] A) 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 농축 단계
- [0023] 먼저 통상적인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 45~65℃의 온도에서 농축하여 수분 함량을 6~12%로 감소시킨다. 이때 상기 농축 온도가 45℃ 미만이거나 65℃ 이상이면 유연물질이 발생하여 정제과정에서 어려움이 발생한다. 그리고 농축 후의 수분 함량이 6% 미만이면 원하지 않는 다형 결정이 발생할 수 있고, 반대로 12% 이상이

면 결정화 수율이 크게 감소하여 바람직하지 않다.

[0024] 참고로 통상적인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 원료는 수분 함량, 즉 함수율이 15~18% 정도인데, 이러한 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 원료를 농축하지 않고 그대로 사용할 수도 있으나, 이 경우 결정화 수율이 저조하기 때문에 본 발명에서는 상기 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 원료의 수분 함량을 6~12%로 농축하는 것이 바람직하다.

[0025] 함수율이 15~18%인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 출발물질로 사용할 경우, 45~65°C의 온도에 8~10시간 동안 농축하면, 수분 함량이 6~12%로 감소된다.

[0026] B) 농축 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 용해 단계

[0027] 다음으로 상기 A) 단계에서 농축된 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린을 45~65°C의 온도에서 알코올 용액에 투입하여 용해하고, 멤브레인 필터로 여과하여 이물질을 제거한 다음, 5~20°C의 온도로 냉각한다.

[0028] 이때, 결정화 용매로 사용되는 상기 알코올 용액으로는 에탄올과 이소프로필 알코올을 사용할 수 있으며, 그 사용량은 농축 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 1~5배량, 바람직하기로는 2~5배량이다. 상기 알코올 용액의 사용량이 상기 범위를 벗어나면, 결정화 효율성이 저하되어 수율 및 순도가 저하되는 결과가 나타난다.

[0029] 또한, 상기 알코올 용액의 냉각 온도가 5°C 미만이면 결정 형성이 급격히 빨라지면서 결정 입자의 크기가 충분히 성장하지 못하는 문제가 있고, 반대로 20°C 이상이면 농축 후 남은 수분과 알코올에 GPC가 잔류하여 결정 수율이 저하하는 원인이 된다.

[0030] C) 결정화 단계

[0031] 마지막으로 상기 B) 단계에서 얻어진 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 알코올 용액에다 종자 결정(Seed crystal)으로서 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린의 II형 결정 0.1~0.5 mol%를 투입하고, 교반 없이 2~5시간 동안 숙성한 후 석출된 결정을 여과하면 일수화물 형태의 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정이 얻어진다.

[0032] 본 발명자들의 실험 결과에 따르면, 상기 종자 결정(Seed crystal)을 투입하지 않고서도 II형 결정을 얻을 수는 있으나, 이 경우에는 숙성 시간이 24시간 이상 소요되고, 결정 크기가 충분히 성장하지 못하는 문제가 발생한다. 본 발명에 따른 II형 결정의 제조방법에서 최초로 사용된 종자 결정은 이러한 방법으로 제조된 것을 사용하였다.

[0033] 본 발명에서는 숙성과정에서 II형 종자 결정(Seed crystal)을 중심으로 결정 입자 크기가 200~300 $\mu$ m 정도로 성장한다. 이처럼 결정 입자의 크기가 성장하면 분말 입자 전체의 표면적이 줄어들기 때문에 상대적으로 흡습성이 감소하게 되는 것이다. 또한 상기 숙성 과정에서 교반을 하게 되면 I형 결정이 함께 석출될 수 있으므로 주의해야 한다.

[0034] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 기재한다. 그러나, 하기 실시예로 인해서 본 발명의 권리범위가 제한되는 것은 아니다.

**실시예 1**

[0035] 수분 함량이 18%인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린(1.5kg)을 50°C의 온도에 9시간 동안 진공 농축하여 수분 함량을 약 9% 정도로 감소시켰다. 여기에 에탄올 3 리터를 투입하고, 50°C의 온도를 그대로 유지하면서 교반하여 충분히 용해한 다음, 1.0 $\mu$ m 멤브레인 필터로 여과하여 이물질을 제거하였다.

[0036] 다음으로 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 용액을 10°C로 냉각하고, 여기에 종자 결정으로서 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정 2.0g 을 투입한 후 교반 없이 4시간 동안 숙성 하였다. 이렇게 하여 석출된 결정을 여과하고 진공 건조하여 수분 함량이 6.5%인 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정 1.02kg(수율 : 83%)을 얻었다.

**실시예 2**

[0037] 수분 함량이 18%인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린(1.5kg)을 50°C의 온도에 8시간 동안 진공 농축을 하여 수

분 함량이 약 11% 임을 확인하였다. 여기에 에탄올 3 리터를 투입하고, 50℃의 온도를 그대로 유지하면서 교반 하여 충분히 용해한 다음, 1.0 $\mu$ m 멤브레인 필터로 여과하여 이물질을 제거하였다.

[0038] 다음으로 상기 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 용액을 9℃로 냉각하고, 여기에 종자 결정으로서 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정 2.0g 을 투입한 후 교반 없이 3시간 동안 숙성 하였다. 이렇게 하여 석출된 결정을 여과 하고 진공 건조하여 수분 함량이 6.5%인 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 II형 결정 1.01kg(수율 : 82%)을 얻었다.

[0039] [비교예]

[0040] 수분 함량이 18%인 액상 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린(30g)을 50℃의 온도에 8시간 동안 진공 농축하고, 60g 에탄올로 공비(共沸, azeotropy)하여 수분 함량이 4%임을 확인 하였다. 이를 5℃ 로 냉각하여 생성된 결정을 1시간 숙성 시킨 후 석출된 결정을 여과하고 진공 건조하여 수분이 약 2.9%인 L- $\alpha$ -글리세릴 포스포릴 콜린 다형 결정을 17g(수율 : 69%)을 얻었다.

[0041] 참고로 상기 비교예는 J. Am. Chem. Soc. 70, 1394-1399(1948) 및 한국특허 제262,281호에 기술된 제조 방법을 중심으로 실시한 것이다.

[0042] [결정분석 및 물성시험]

[0043] 가. 분말 X선 회절(XRD) 분석

[0044] 상기 실시예에서 얻어진 GPC II형 결정에 대하여 분말 X선 회절(XRD) 분석을 실시한 결과, 도 1에서 보는 바와 같이, 2 $\theta$  회절각이 10.3 $\pm$ 0.2° , 12.2 $\pm$ 0.2° , 13.4 $\pm$ 0.2° , 14.8 $\pm$ 0.2° , 20.6 $\pm$ 0.2° 에서 각각 피크를 보였다.

[0045] 또한, 상기 비교예에서 얻어진 GPC 다형 결정에 대해서 분말 X선 회절(XRD) 분석을 실시한 결과, 도 2에서 보는 바와 같이, 2 $\theta$  회절각이 9.8 $\pm$ 0.2° , 10.3 $\pm$ 0.2° , 12.0 $\pm$ 0.2° , 12.2 $\pm$ 0.2° , 13.4 $\pm$ 0.2° , 14.3 $\pm$ 0.2° , 14.8 $\pm$ 0.2° , 15.8 $\pm$ 0.2° , 19.6 $\pm$ 0.2° 에서 각각 피크를 보였다. 이때, 분말 X선 회절(XRD) 스펙트럼의 측정조건은 다음과 같다.

[0046] 1) 장치 : PANalytical, X' Pert-Pro / X선원: Cu

[0047] 2) 관 전압: 40 kV / 관 전류: 30 mA

[0048] 3) 발산 슬릿: 1/2° / 산란 슬릿: 1/2° / 수광 슬릿: 0.15 mm

[0049] 4) 주사 범위: 5 내지 40° 2 $\theta$  / 샘플링 간격: 0.02°

[0050] 5) 스캔 속도: 0.02° /초

[0051] 나. 시차주사 열량(DSC) 분석

[0052] 상기 실시예에서 얻어진 GPC II형 결정에 대하여 시차주사 열량(DSC) 분석을 실시한 결과, 도 3에서 보는 바와 같이, 62℃의 개시온도(onset) 및 66℃의 흡열피크와 141℃의 개시온도(onset) 및 145℃의 흡열피크를 보였다. 또한, 상기 비교예에서 얻어진 GPC 다형 결정에 대해서 시차주사 열량(DSC) 분석을 실시한 결과, 도 4에서 보는 바와 같이, 60℃에서 개시온도, 60.4℃에서 흡열피크, 62℃에서 개시온도, 64℃에서 흡열피크, 143℃에서 개시온도, 146℃에서 흡열피크, 147℃에서 개시온도, 149℃에서 흡열피크를 보였다. 이때, 상기 시차 주사 열량계(DSC) 스펙트럼의 측정조건은 다음과 같다.

[0053] 1) 장치 : Mettler DSC 1102-R081, X

[0054] 2) 측정 범위: 50 내지 200 ° C / 승온 간격: 1° C/min

[0055] 3) N2 속도: 50ml/min

[0056] 다. 현미경 사진 촬영

[0057] 도 5 및 도 6은 각각 GPC II형 결정과 다형 결정에 대한 현미경 사진(100배율)이다. 본 발명의 II형 결정은 도 5에서 보는 바와 같이 육방정계의 다각면체 형태로서, 입자 크기가 200~300 $\mu\text{m}$  정도로 균일 성장하여 매끈한 입자 표면을 형성하고 있는 반면, 종래의 다형 결정은 도 6에서 보는 바와 같이, 크기가 20~25 $\mu\text{m}$ 인 결정 입자가 서로 뭉쳐서 크기가 150~160 $\mu\text{m}$ 인 덩어리를 형성하고, 표면에는 거친 요철이 형성되어 있다.

[0058] 라. 흡습성(Hygroscopicity) 시험

[0059] 도 7은 GPC I형 결정과 II형 결정 및 다형 결정을 각각 습도 30% 조건에서 10시간 동안 방치했을 때 나타나는 함수율의 경시변화를 도시한 그래프로서, X축은 경과시간(T), Y축은 함수율(%)을 나타낸다. 상기 I형 결정과 II형 결정은 10시간 경과 이후에도 초기의 함수율을 거의 그대로 유지하여 흡습성이 매우 낮은 것으로 나타났다.

[0060] 그러나 다형 결정의 경우에는 초기에는 함수율이 2.9% 이었으나 시간이 경과함에 따라 공기 중의 수분을 흡수하여 10시간 경과 이후에는 함수율이 4.2%로 상승하였다. 이처럼 다형 결정이 높은 흡습성을 보이는 것은 상기 도 5 및 도 6에서 보는 바와 같이 I형 결정 및 II형 결정에 비해 결정 표면이 거칠고 많은 요철이 있기 때문인 것으로 추측된다.

[0061] 마. 적외선 흡수(IR) 스펙트럼

[0062] 마지막으로 도 8은 GPC I형 결정과 II형 결정 및 다형 결정에 대하여 각각 적외선 흡수(IR) 스펙트럼을 측정된 것으로서, I형 결정과 II형 결정이 고유의 흡수 스펙트럼을 보인 반면, 다형 결정은 I형과 II형 결정의 특징을 모두 가지고 있음을 알 수 있다. 이때, 상기 적외선 흡수(IR) 스펙트럼의 측정조건은 다음과 같다.

[0063] 1) 장치: FT/IR-4100(Jasco)

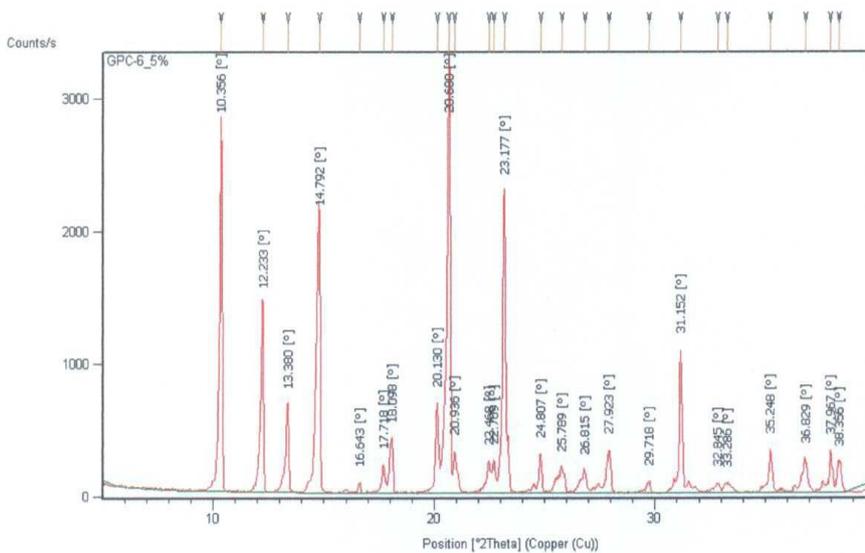
[0064] 2) 측정 범위: 4000 내지 650  $\text{cm}^{-1}$

[0065] 3) 분해능: 4.00  $\text{cm}^{-1}$

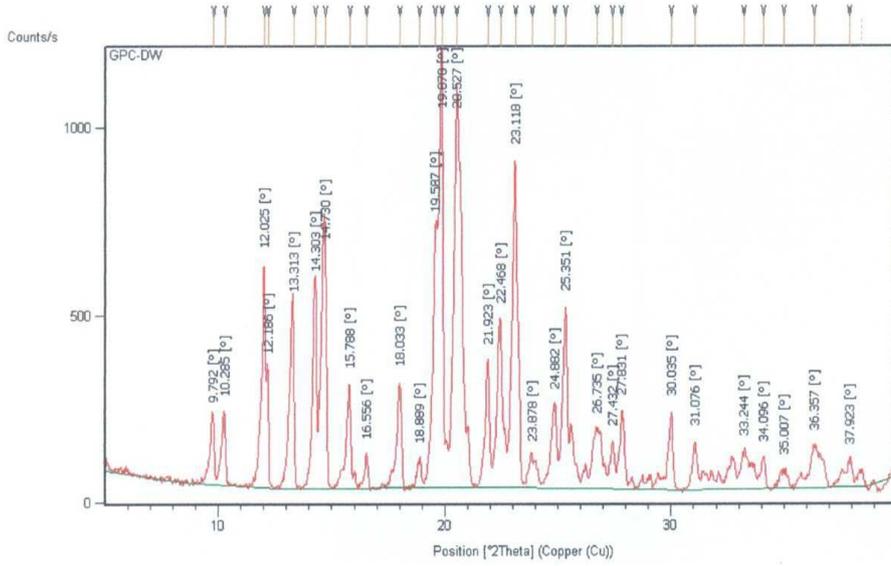
[0066] 4) 스캔 횟수: 36

도면

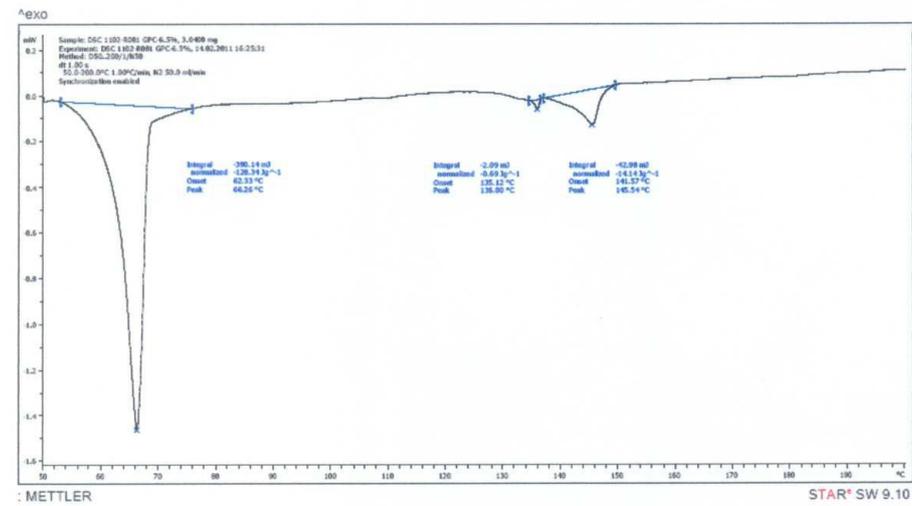
도면1



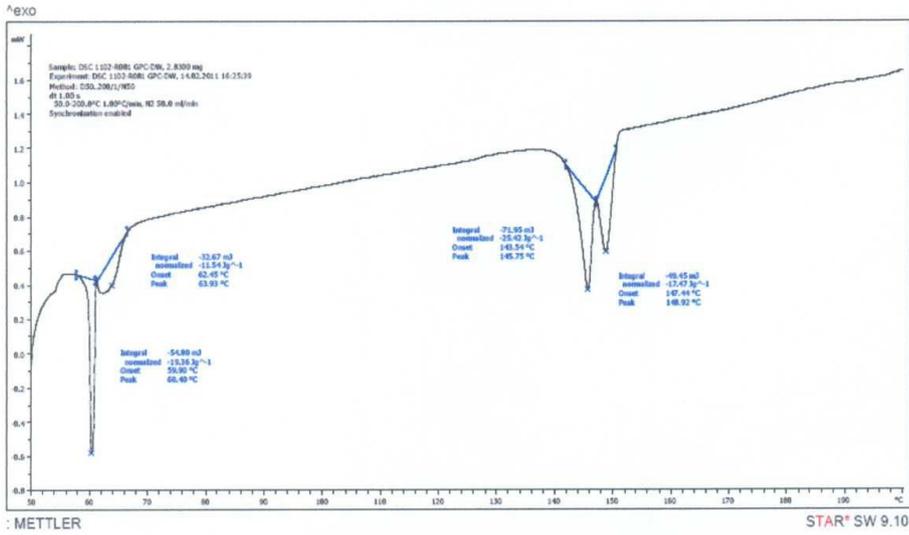
도면2



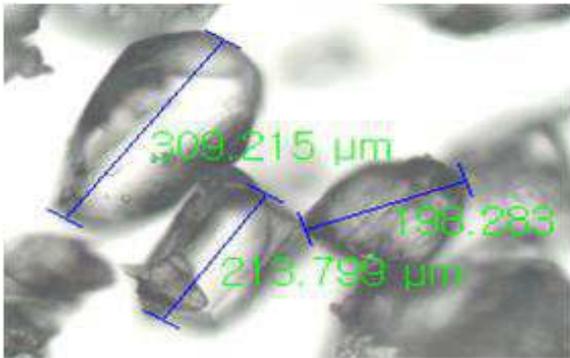
도면3



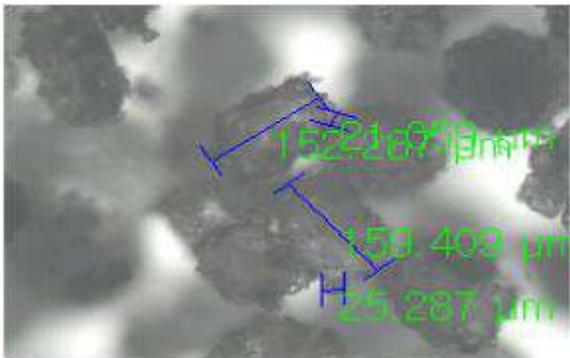
도면4



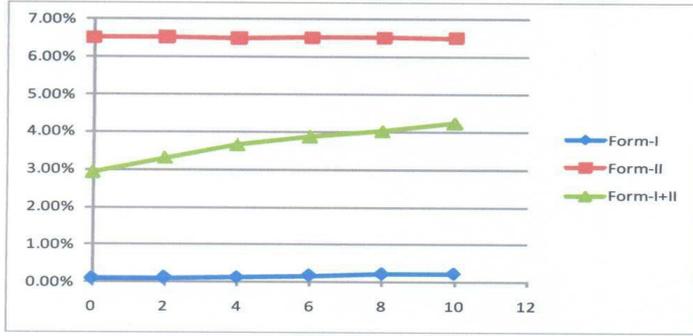
도면5



도면6



도면7



도면8

