



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년06월02일
(11) 등록번호 10-2405044
(24) 등록일자 2022년05월30일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01F 25/30 (2022.01) B01F 23/40 (2022.01)
B01F 35/00 (2022.01) B01F 35/71 (2022.01)
B01J 3/00 (2018.01)
- (52) CPC특허분류
B01F 25/314 (2022.01)
B01F 23/405 (2022.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7016065
- (22) 출원일자(국제) 2014년11월19일
심사청구일자 2019년11월19일
- (85) 번역문제출일자 2016년06월16일
- (65) 공개번호 10-2016-0087853
- (43) 공개일자 2016년07월22일
- (86) 국제출원번호 PCT/GB2014/053413
- (87) 국제공개번호 WO 2015/075439
국제공개일자 2015년05월28일
- (30) 우선권주장
1320417.7 2013년11월19일 영국(GB)
- (56) 선행기술조사문헌
JP2004307535 A*
US20130134106 A1*
WO2013034632 A2*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
더 유니버시티 오브 노팅햄
영국 엔지7 2알디 노팅햄 유니버시티 파크
- (72) 발명자
레스터, 에드워드
영국, 엔지7 2알디 노팅햄셔 노팅햄 유니버시티 파크 더 유니버시티 오브 노팅햄 내
허들, 토마스
영국, 엔지7 2알디 노팅햄셔 노팅햄 유니버시티 파크 더 유니버시티 오브 노팅햄 내
- (74) 대리인
성낙훈

전체 청구항 수 : 총 15 항

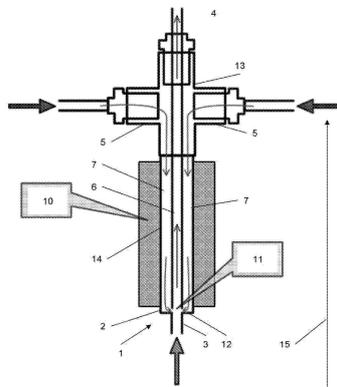
심사관 : 문지희

(54) 발명의 명칭 혼합 반응기 및 방법

(57) 요약

본 발명은 혼합 반응기(1)에 관한 것으로, 이것은 제 1 유입구(3), 제 2 유입구(5) 및 배출구(4)를 구비하는 바디(2)를 포함하고, 반응기 내에는 바디(2)의 길이를 따라서 바디(2)의 제 1 단부(12)에 있는 제 1 유입구(3)로부터 바디(2)의 제 2 단부에 있는 배출구(4)까지 바디(2)를 통과하며 길이를 따르는 측벽(17)을 구비하는 내부 통(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



로(6), 및 내부 통로(6)보다 바디(2)의 표면(14)에 더 가깝고 제 2 단부에 있는 제 2 유입구(5)로부터 이어져 길이를 따라 바디(2)를 통과하여 제 1 단부에 있는 접합부(11)에서 내부 통로(6)와 만나는 외부 통로(7)가 존재하며, 외부 통로(7)는 접합부(11)에서 측벽(17)을 통해 내부 통로(6)와 합류한다. 이러한 혼합 반응기는 나노입자 또는 금속유기골격과 같은 입자를 생산하기 위해 사용될 수 있다. 또한, 본 출원인은 이러한 혼합 반응기들의 캐스케이드 및 전형적으로 그러나 비-배타적으로 이러한 입자들을 생산하기 위해 유체를 혼합하도록 이러한 반응기들을 사용하는 방법을 개시한다.

(52) CPC특허분류

B01F 35/50 (2022.01)

B01F 35/71 (2022.01)

B01J 3/008 (2013.01)

B01F 2025/915 (2022.01)

명세서

청구범위

청구항 1

혼합 반응기로서,

제 1 유입구, 제 2 유입구 및 배출구를 구비하는 바디를 포함하고,

상기 반응기 내에는, 상기 바디의 길이를 따라서 상기 바디의 제 1 단부에 있는 상기 제 1 유입구로부터 상기 바디의 제 2 단부에 있는 상기 배출구까지 상기 바디를 통과하며, 상기 길이를 따르는 측벽을 구비하는 내부 통로, 및 상기 내부 통로보다 상기 바디의 표면에 더 가깝고 상기 제 2 단부에 있는 상기 제 2 유입구로부터 이어져 상기 길이를 따라 상기 바디를 통과하여 상기 제 1 단부에 있는 접합부에서 상기 내부 통로와 만나는 외부 통로가 존재하며, 상기 외부 통로는 상기 접합부에서 상기 측벽을 통해 상기 내부 통로와 합류하며,

상기 외부 통로는 상기 길이에 대해 $90^\circ \pm 30^\circ$ 의 각도로 상기 내부 통로에 진입하는, 혼합 반응기.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 접합부가 상기 내부 통로에 오리피스(orifice)를 포함하며, 상기 길이에 대해 상기 각도에 있는 오리피스 이전의 상기 외부 통로의 부분을 갖는, 혼합 반응기.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 내부 통로보다 상기 표면에 더 가까운 추가의 외부 통로를 포함하되, 상기 추가의 외부 통로는 상기 제 2 단부에 있는 추가의 제 2 유입구를 구비하고, 상기 길이를 따라 상기 바디를 통과하여 상기 제 1 단부에 있는 추가의 접합부에서 상기 내부 통로와 만나며, 상기 추가의 외부 통로는 상기 추가의 접합부에 있는 측벽을 통해 상기 내부 통로와 합류하는, 혼합 반응기.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 추가의 외부 통로는 상기 내부 통로에 대해서 상기 외부 통로에 대칭적인, 혼합 반응기.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 표면에 연결된 히터를 포함하는, 혼합 반응기.

청구항 6

삭제

청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 따른 제 1 혼합 반응기 및 제 1 항 또는 제 2 항에 따른 제 2 혼합 반응기를 포함하는 혼합 반응기들의 캐스케이드(cascade)로서, 상기 제 1 혼합 반응기의 배출구가 상기 제 2 혼합 반응기의 제 1 유입구에 연결되는, 혼합 반응기들의 캐스케이드.

청구항 8

두 유체의 혼합 방법으로서,

제 1 항 또는 제 2 항에 따른 혼합 반응기의 제 1 유입구를 통해 제 1 유체를 전달하는 단계, 상기 혼합 반응기

의 제 2 유입구를 통해 제 2 유체를 전달하는 단계, 및 배출구로부터 혼합된 유체를 추출하는 단계를 포함하는, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 제 1 유체는 금속염 용액인, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 10

제 8 항에 있어서,

상기 혼합된 유체는 입자-함유 현탁액(particle-bearing suspension)인, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 입자는 나노입자이거나, 또는 금속유기골격(MOF) 입자인, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 12

제 8 항에 있어서,

상기 반응기의 표면에 열을 가함으로써 상기 제 2 유체를 가열하는 단계를 포함하는, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 13

제 8 항에 있어서,

상기 방법은 상기 반응기의 상단에 있는 제 2 단부를 사용하는, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 14

제 8 항에 있어서,

상기 제 2 유체는 물 또는 유기 용매를 포함하는, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 15

제 8 항에 있어서,

제 1 유입구, 제 2 유입구 및 배출구를 구비하는 바디를 포함하는 추가의 혼합 반응기로서, 상기 반응기 내에는, 상기 바디의 길이를 따라서 상기 바디의 제 1 단부에 있는 상기 제 1 유입구로부터 상기 바디의 제 2 단부에 있는 상기 배출구까지 상기 바디를 통과하며, 상기 길이를 따르는 측벽을 구비하는 내부 통로, 및 상기 내부 통로보다 상기 바디의 표면에 더 가깝고 상기 제 2 단부에 있는 상기 제 2 유입구로부터 이어져 상기 길이를 따라 상기 바디를 통과하여 상기 제 1 단부에 있는 접합부에서 상기 내부 통로와 만나는 외부 통로가 존재하며, 상기 외부 통로는 상기 접합부에서 상기 측벽을 통해 상기 내부 통로와 합류하는, 상기 추가의 혼합 반응기를 통해 상기 혼합된 유체를 통과시키는 단계를 포함하되, 상기 혼합된 유체가 상기 추가의 혼합 반응기의 제 1 유입구로 도입되고, 제 3 유체가 상기 추가의 혼합 반응기의 제 2 유입구에서 도입되며, 추가의 혼합된 유체가 상기 추가의 혼합 반응기의 배출구에서 추출되는, 두 유체의 혼합 방법.

청구항 16

두 유체의 혼합 방법으로서,

혼합 반응기의 제 1 유입구를 통해 제 1 유체를 전달하는 단계를 포함하되, 상기 혼합 반응기는 제 1 유입구, 제 2 유입구 및 배출구를 구비하는 바디를 포함하고, 상기 반응기 내에는, 상기 바디의 길이를 따라서 상기 바디의 제 1 단부에 있는 상기 제 1 유입구로부터 상기 바디의 제 2 단부에 있는 상기 배출구까지 상기 바디를 통과하며, 상기 길이를 따르는 측벽을 구비하는 내부 통로, 및 상기 내부 통로보다 상기 바디의 표면에 더 가깝고 상기 제 2 단부에 있는 상기 제 2 유입구로부터 이어져 상기 길이를 따라 상기 바디를 통과하여 상기 제 1 단부

에 있는 접합부에서 상기 내부 통로와 만나는 외부 통로가 존재하며, 상기 외부 통로는 상기 접합부에서 상기 측벽을 통해 상기 내부 통로와 합류하는, 상기 제 1 유체를 전달하는 단계 - 상기 외부 통로는 상기 길이에 대해 $90^\circ \pm 30^\circ$ 의 각도로 상기 내부 통로에 진입함 -를 포함하며,

상기 방법은 상기 혼합 반응기의 제 2 유입구를 통해 제 2 유체를 전달하는 단계, 및 배출구로부터 혼합된 유체를 추출하는 단계를 더 포함하고,

상기 방법은 상기 반응기의 상단에 있는 제 2 단부를 사용하는, 두 유체의 혼합 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 (비-배타적으로) 나노입자 또는 금속유기골격과 같은 입자들을 생산하기에 적합할 수 있는 것과 같은 혼합 반응기, 이러한 혼합 반응기들의 캐스케이드(cascade) 및 전형적으로 그러나 비-배타적으로 이러한 입자들을 생산하기 위해 유체를 혼합하도록 이러한 반응기들을 사용하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 나노미터 스케일 규모를 갖는 금속 및 금속 산화물 입자들은 촉매, 피그먼트, 광택제, 자외선 흡수제 및 세라믹을 포함하는 (그러나 이것으로 제한되지는 않는) 광범위한 용도를 가진다. 이러한 입자들이 가열된, 가압된 또는 초임계수(supercritical water)와 금속염들의 수용액의 화학적 반응에 의해 형성될 수 있음이 잘 알려져 있다. 원리적으로, 이러한 방법론은 반응이 연속적인 프로세스로서 수행되는 것을 가능하게 하기 때문에 비용 및 실행가능성의 측면에서 다른 나노입자 생성 방법과는 구별되는 장점들을 제공한다. 그러나, 현존하는 반응기 구성은 침강반응이 효율적으로 제어되는 것을 가능하게 하지 않으며 이는 반응기의 빈번한 장애 및 입자 크기 및 형태의 불충분한 제어로 이어지기 때문에 현재의 방법을 활용하는 상업적 규모에 대해서 이러한 반응을 수행하기가 어렵다. 그러므로 이러한 프로세스 내에서, 물과 염 용액이 혼합되는 반응기의 설계가 생산되는 나노입자들의 크기 및 속성에 결정적인 중요성을 가진다.

[0003] W02005/077505로서 공개된 PCT 특허 출원은 초임계수가 제 1 유입구 내로 도입되고 금속염 용액이 제 2 유입구에서 도입되며, 결과적인 나노입자-함유 현탁액(nanoparticle-bearing suspension)이 배출구에서 추출되는 역류 혼합 반응기를 기술한다. 이 경우에서, 제 1 유입구는 배출구 내에 위치되며, 그에 따라 초임계수의 흐름이 방향을 180도 변경하는 경우에 혼합이 발생한다.

[0004] 본 출원인은 또한 PCT 특허 출원 공개번호 W02013/034632를 인지하고 있으며, 이것은 금속염 용액의 흐름에 평행한 초임계수를 도입한 다음, 혼합하기 위해 기계적 임펠러(impeller)를 사용하는 혼합 반응기를 개시한다.

[0005] 본 출원인은 또한 PCT 특허 출원 공개번호 W02011/148121을 인지하고 있으며, 이것은 이들 각자의 유입구에서 도입된 금속염 용액 및 초임계수가 배출구를 통해 동일한 방향으로 흐르도록, 금속염 용액이 공통의 배출구를 갖는 두 개의 대향하는 유입구들을 통해 도입되고 초임계수가 배출구 내의 제 3 유입구를 통해 도입되는 병류 혼합기(co-current mixer)를 개시한다. 그러나, 초임계수 유입구가 초임계수로부터 금속염 용액으로 허용가능하지 않은 사전-혼합 열 전달로 이어지지 않고 만족스러운 대칭 흐름을 보장하기 충분하게 길 수 없기 때문에, (초임계 유체에 대한 유입구가 반드시 금속염 용액의 흐름을 통과해야만 하기 때문에) 혼합 포인트에 앞선 금속염 용액의 사전가열과 결과적인 초임계수의 냉각으로 이어지며, 배출구 내에서의 대칭 흐름을 보장하기 어려워진다는 점이 이해된다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명의 일 양태에 따르면, 혼합 반응기가 제공되었으며, 이러한 반응기는 제 1 유입구, 제 2 유입구 및 배출구를 구비하는 바디를 포함하고, 반응기 내에는 바디의 길이를 따라서 바디의 제 1 단부에 있는 제 1 유입구로부터 바디의 제 2 단부에 있는 배출구까지 바디를 통과하며, 길이를 따르는 측벽을 구비하는 내부 통로 및 내부 통로보다 바디의 표면에 더 가깝고, 제 2 단부에 있는 제 2 유입구로부터 이어져 길이를 따라 바디를 통과하여

제 1 단부에 있는 접합부에서 내부 통로와 만나는 외부 통로가 존재하며, 외부 통로는 접합부에서 측벽을 통해 내부 통로와 합류한다.

- [0007] 따라서, 외부 통로가 내부 통로보다 표면에 더 가깝기 때문에, 외부 통로가 내부 통로 또는 제 1 유입구로 흐르는 유체보다 혼합 반응기 둘레의 히터에 의해 더욱 쉽게 가열될 수 있다. 이렇게, 바디에 히터를 적용하는 것은 바람직하게는 외부 통로를 통해 흐르는 유체를 가열시킬 것이며, 이것이 접합부를 통과한 후까지 제 1 유입구로 흐르는 유체를 실질적으로 가열시킬 가능성이 낮다. 따라서, 만약 금속염이 제 1 유입구에 도입되면, 바디에 부착된 히터에 의해 제 1 유입구의 뚜렷한 가열이 존재하지 않을 것이지만, 제 2 유입구 내에 도입되는 (전형적으로 초임계인) 유체의 가열이 존재할 것이다.
- [0008] 또한, 유체가 내부 통로의 측벽을 통해 도입되기 때문에, 이것은 반응기를 통과해 흐르는 유체에 난류를 도입할 것이며, 따라서 기계적인 혼합 수단 등에 대한 필요성 없이도 효율적인 혼합을 획득한다. 초기 혼합 위치는 두 유체가 도입되는 접합부일 것이라 예측가능하다. 또한, 만약 반응기가 최상위 제 2 단부와 함께 사용되면, 외부 통로로부터의 뜨거운 유체가 제 1 유입구로부터의 더 차가운 가열되지 않은 유체에 대해 상승하길 원할 것이며 따라서 서로 다른 부력을 발생시키기 때문에 두 유체들의 혼합이 부력 효과를 증가시킬 것이다.
- [0009] 외부 통로는 길이에 대해 $90^\circ \pm 45, 30, 15, 5$ 또는 1° 의 각도로 내부 통로에 진입할 것이다. 접합부는 내부 벽에 오리피스(orifice)를 포함할 수 있으며, 길이에 대해 이러한 각도에 있는 오리피스 이전의 외부 통로의 부분을 가진다.
- [0010] 역시 내부 통로보다 표면에 더 가까운 추가의 외부 통로가 존재할 수 있으며, 추가의 외부 통로는 제 2 단부에 있는 추가의 제 2 유입구를 구비하고, 길이를 따라 바디를 통과하고 제 1 단부에 있는 추가의 접합부에서 내부 통로와 만나며, 추가의 외부 통로는 추가의 접합부에 있는 측벽을 통해 내부 통로와 합류한다. 전형적으로, 추가의 외부 통로는 내부 통로에 대해 외부 통로와 대칭적인 것이며; 이는 대칭적인 혼합을 가능하게 하고; 이는 반응기가 조성물의 측면에서 최상의 생산품, 균일한 입자 크기 및 좁은 입자 크기 분포를 발생시키는 것을 가능하게 할 수 있다.
- [0011] 대안적으로, 외부 통로는 내부 통로를 동축으로 둘러싸는 슬리브(sleeve)를 포함하며; 이것 또한 대칭적인 혼합을 제공할 것이다.
- [0012] 전형적으로, 표면은 제 1 및 제 2 단부를 제외시킬 것이다. 반응기는 밴드 히터와 같은 표면에 연결된 히터를 추가로 포함할 수 있다. 이것은 위에서 언급된 바와 같이 바람직하게는 내부 통로 또는 제 1 유입구보다는 외부 통로를 가열한다. 이렇게, 바디가 스테인리스 스틸, 전형적으로는 스테인리스 스틸 316과 같은 금속 재료, 또는 하스텔로이(Hastelloy), 인코넬(Inconel), 모넬(Monel) 또는 니모닉(Nimonic) 같은 합금들과 같은 열전도성 재료로 제작될 수 있다.
- [0013] 반응기는 배출구로부터 바디 밖으로 연장하는 연장 통로(extension passage)를 포함할 수 있다. 이는 반응기 밖으로 흐르는 유체에 원하는 바와 같이 가열 또는 냉각이 제공되는 것을 가능하게 할 수 있다. 이렇게, 연장 통로에는 자신이 통과하는 가열 또는 냉각 장치가 제공될 수 있다.
- [0014] 반응기는 두 유체들을 혼합하기에 적합할 수 있다. 전형적으로, 이것은 나노입자들 또는 금속유기골격(MOF) 입자들과 같은 입자들을 형성하기에 적합할 것이다.
- [0015] 본 발명의 제 2 양태에 따르면, 본 발명의 제 1 양태에 따른 제 1 혼합 반응기 및 본 발명의 제 1 양태에 따른 제 2 혼합 반응기를 포함하는 혼합 반응기들의 캐스케이드(cascade)가 제공되며, 여기에서 제 1 혼합 반응기의 배출구가 제 2 혼합 반응기의 제 1 유입구에 연결된다.
- [0016] 본 발명의 제 3 양태에 따르면, 두 유체의 혼합 방법이 제공되고, 이 방법은 본 발명의 제 1 양태에 따른 혼합 반응기의 제 1 유입구를 통해 제 1 유체를 전달하는 단계, 혼합 반응기의 제 2 유입구를 통해 제 2 유체를 전달하는 단계 및 배출구로부터 혼합된 유체를 추출하는 단계를 포함한다.
- [0017] 이것은 두 유체들을 혼합하는 특히 효율적인 방법으로 알려져왔다. 전형적으로, 임의의 또는 제 1 유체, 제 2 유체 또는 혼합된 유체가 용액 또는 현탁액을 포함하는 액체일 수 있다.
- [0018] 전형적으로, 제 1 유체는 금속염 용액을 포함할 것이며, 혼합된 유체는 입자-함유 현탁액일 것이다. 따라서, 혼합 반응기는 유체와 금속염 용액이 함께 혼합되어 입자를 형성하도록 이들을 혼합시킬 것이다. 위에서 언급된 바와 같이, 접합부에 의해 흐름 내에서 유도되는 난류로 인해 혼합이 효율적일 것이다.

- [0019] 이 방법은 제 2 유체를 가열하는 단계를 포함한다. 가열은 반응기의 표면에 열을 가함으로써 발생할 수 있다. 열을 가하는 것은 밴드 히터와 같이 반응기의 표면에 적용되는 히터를 통한 것일 수 있다. 이러한 가열은 바람직하게는 제 2 유체를 가열시키며 제 1 유체는 가열시키지 않을 것이다. 또한, 이 방법은 제 2 유체가 제 2 유입구에 전달되기 전에 제 1 유체보다 높은 온도까지 제 2 유체를 가열하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0020] 이 반응기는 부력 효과 또한 제 2 유체 및 제 1 유체의 혼합을 돕도록 최상위 제 2 단부와 함께 사용될 수 있다.
- [0021] 제 2 유체는 물일 수 있으며, 전형적으로 초임계수 또는 알코올 또는 다른 유기 용매일 수 있다. 제 1 유체가 금속염 용액인 경우, 금속염 용액은 예를 들어 금속 질산염, 금속 황산염, 금속 아세트산염, 금속 아세틸아세톤, 금속 할로겐화물, 또는 금속 탄산염의 용액일 수 있으며, 보다 구체적으로는 질산 철, 아세트산 철, 황산 철, 질산 알루미늄, 질산 아연, 질산 구리, 아세트산 구리, 질산 니켈, 아세트산 칼슘, 질산 칼슘, 질산 바륨, 아세트산 코발트, 티타늄 비스(암모늄 락타토)디히드록사이드, 티타늄 테트라클로라이드, 질산 백금, 질산 팔라듐, 질산 세륨 등일 수 있다.
- [0022] 이 방법은 혼합된 유체가 연장 튜브를 통과할 때 이것을 가열 또는 냉각시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0023] 이 방법은 본 발명의 제 1 양태에 따른 추가의 혼합 반응기를 통해 혼합된 유체를 통과시키는 단계를 포함할 수 있고, 이때 혼합된 유체가 추가의 혼합 반응기의 제 1 유입구로 도입되고, 제 3 유체가 추가의 혼합 반응기의 제 2 유입구에서 도입되며, 추가의 혼합된 유체가 추가의 혼합 반응기의 배출구에서 추출된다. 제 3 유체는, 예를 들어 2차 금속염 용액, 또는 유기산(예컨대, 구연산), 티올(예컨대, 메탄에티올) 및 폴리머(예컨대, 폴리비닐피롤리돈)을 포함하지만 이것으로 제한되지 않는 "캡핑제(capping agent)"를 함유하는 용액일 수 있다.
- [0024] 혼합 반응기 및 추가의 혼합 반응기가 본 발명의 제 2 양태에 따라 캐스케이드를 형성할 수 있다.
- [0025] 입자들은 나노입자, 또는 금속유기골격(MOF) 입자, 또는 금속염 용액을 유체와 결합시킴으로써 형성될 수 있는 다른 적절한 입자일 수 있다.
- [0026] 이제 본 발명의 실시예들에 대한 설명이 예시적인 방식으로 기술된다.

도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 본 발명의 제 1 실시예에 따른 혼합 반응기를 통한 개략적인 단면도;
- 도 2는 내부 및 외부 통로의 접합부 둘레의 도 1의 확대 모습을 도시한 도면;
- 도 3a 및 3b는 본 발명의 두 개의 대안적인 실시예들에 대한, 도 2에 상응하는 모습을 각각 도시한 도면;
- 도 4는 열 교환기와 직렬로 사용되는 도 1의 혼합 반응기를 도시한 도면;
- 도 5는 가열기와 직렬로 사용되는 도 1의 혼합 반응기를 도시한 도면;
- 도 6은 다른 혼합 반응기와 연속으로(in cascade with) 사용되는 혼합 반응기를 도시한 도면;
- 도 7은 본 발명의 다른 실시예에 따른 두 개의 혼합 반응기들을 도시한 도면.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 도 1 및 2는 본 발명의 제 1 양태에 따른 혼합 반응기(1)를 도시한다. 이것은 금속 바디(2)를 포함하며 금속 바디는 바디의 제 1 단부(12) 내의 제 1 유입구(3) 및 바디의 제 2 단부 내의 두 개의 제 2 유입구(5) 및 배출구(4)를 구비한다. 바디(2)는 일반적으로 연장되어 있고 길이(15)를 가지며, 외부 표면(14)이 두 단부(12, 13)를 분리시킨다. 반응기는 (첨부된 도면이 수직으로 도시된 것처럼) 최상위에 제 2 단부(13)를 가지고 사용된다.
- [0029] 내부 통로(6)는 제 1 유입구(3)로부터 길이를 따라 배출구(4)로 이어진다. 두 개의 외부 통로(7)가 바디의 제 2 단부에 있는 각각의 제 2 유입구(5)로부터 바디의 제 1 단부에 있는 접합부(11)로 이어지며, 여기에서 이들 각각이 내부 통로(6)로 진입한다. 외부 통로(7)는 내부 통로(6)와 외부 표면(14) 사이에 놓인다.
- [0030] 첨부된 도면의 도 2에서 더욱 자세하게 볼 수 있는 바와 같이, 외부 통로(7)는 내부 통로(6)의 측벽(17) 내의

개별 오리피스(16)를 통해서 내부 통로(6)에 합쳐진다. 각각의 경우에서, 길이(15)에 수직이며 따라서 내부 통로(6)에도 수직인 짧은 길이의 외부 통로(7a)가 존재한다.

[0031] 따라서, 만약 금속염 용액이 제 1 유입구(3) 내에 도입되고, 사전가열된 초임계수(또는 알코올과 같은 다른 적절한 유체)가 제 2 유입구(5) 내로 도입되면, 초임계수가 오리피스(16)에 도달할 때까지 외부 통로(7)를 통과할 것이다. 이 지점에서, 초임계수가 내부 통로(6)를 통해 제 1 유입구(3)로부터 통과하는 금속염 용액의 흐름으로 도입될 것이다. 수직의 도입으로 인해, 접합부(11)에서 난류가 유도될 것이며, 이는 금속염 용액과 초임계수의 혼합으로 이어진다. 혼합은 일관적이고 대칭적이며 철저하고, 이는 만족스러운 일관된 나노입자의 산출로 이어진다. 난류 및 결과적인 혼합은 혼합된 유체가 배출구(4)를 향해 내부 통로(6)를 위로 통과하면서 계속되고, 두 유체들 사이의 밀도 및 점도에서의 차이에 의해 지원된다. 기계적인 임펠러 등을 사용할 필요성이 없다. 그 다음 나노입자-함유 현탁액이 배출구(4)로부터 추출될 수 있다.

[0032] 또한, 본 출원인은 개구(aperture)(16)의 크기 d의 적절한 제어 및 초임계 유체의 흐름 속도에 의해서 "역류" (즉, 외부 통로로의 금속염 용액의 흐름)가 실질적으로 제거될 수 있음을 발견하였다. 따라서, 원치 않는 위치에 나노입자가 형성되는 것을 방지할 수 있다. 이렇게, 초임계 유체의 흐름 속도는 역류를 방지하기에 충분히 높아야만 하며, 오리피스들의 크기 d가 역류를 방지하기에 충분히 작아야만 한다. 높은 흐름 속도 및 작은 오리피스는 증가된 난류 및 그에 따른 더욱 균질한 혼합으로 이어질 것이지만, 너무 작은 오리피스는 초임계 유체를 펌핑시키는 역압 문제로 이어질 것이다. 금속염 용액의 흐름 속도, 통로(6, 7)의 상대적인 지름 및 외부 통로의 수직 길이(7a)의 길이 길이를 포함하는, 흐름 속도를 선택할 때에 고려되어야 할 수 있는 몇몇 파라미터들이 존재한다.

[0033] 통로(6, 7)가 내부 통로(6)의 중심선에 대해 대칭인 것을 볼 수 있다. 이것은 혼합이 대칭적임을 의미하며, 조성물의 측면에서 최상의 생산품, 균일한 입자 크기 및 좁은 입자 크기 분포를 생성할 때 중요한 것으로서 이해되어온 것이다. 전체 흐름은 매우 빠르고 함께 균일하게 혼합될 수 있다.

[0034] 초임계수를 뜨겁게 유지시키기 위해서, 표면(14) 둘레에 밴드 히터(10)가 제공된다. 따라서 이것은 바람직하게도 외부 통로(7)를 가열하여 그에 따라 이것의 내용물인 초임계수를 가열한다. 히터(10)가 제 1 유입구(3)까지 연장하거나 제 1 단부(3)를 가로지르지 않기 때문에, 접합부(11)에 도달하기 전까지는 금속염의 뚜렷한 가열이 존재하지 않는다. 원치 않는 가열은 금속염이 용액으로부터 석출되는 것으로 이어질 수 있으며 이는 나노입자들의 형성에 영향을 미칠 수 있을뿐 아니라 펌핑 문제로 이어질 수 있다. 다른 한편으로, 히터에 인접한 외부 통로를 통과해온 초임계수가 냉각될 기회가 거의 없으며, 따라서 반응을 위한 올바른 온도에 있게 될 것이다. 제 2 유입구(5)와 히터(10) 사이의 어떠한 열 손실도 적절한 열 지연(thermal lagging)을 이용함으로써 완화될 수 있다.

[0035] 본 발명에 따른 반응기가 대부분 생산품 스트림이 뜨거운 경우에서 발생하는 입자의 축적 및/또는 반응기의 내부 표면의 라이닝에 대한 기회를 거의 제공하지 않음을 볼 수 있다. 입자 축적에 대한 가능성이 좁은 협착, (장비의 내부 표면 상의) 모서리, 리지(ridge) 및 코너와 같은 인위구조 및 혼합 지점(즉, 접합부(11)) 사이의 장치 영역 내의 전체 흐름 방향에서의 변화를 방지함으로써 최소화될 수 있으며, 이때 생산품 스트림이 배출구(4) 이후에 냉각된다. 본 발명에 따른 설계는 입자 축적을 가능하게 할 수 있는 구역이 완전히 없어진 반응기를 가능하게 한다. 본 발명에 따른 반응기는 실질적으로 솔기 없이(seamless) 그리고 접합부(11)와 생산품이 예를 들어 하류 열 교환기에서 실질적으로 냉각된 지점 사이의 대칭성의 어떠한 손실도 없이 만들어질 수 있다.

[0036] 초임계수 흐름이 도입되는 각도는 첨부된 도면의 도 3a 및 3b에 도시된 대안적인 실시예들에서 도시된 바와 같이 달라질 수 있다. 여기에서, 오리피스(16)로 이어지는 외부 통로의 부분(7b, 7c)은, 실질적인 수직 요소가 여전히 유지되는 한, 도 3a에 도시된 바와 같은 제 1 유입구로부터의 흐름 또는 도 3b에 도시된 바와 같은 흐름에 대한 각도를 가질 수 있다.

[0037] 혼합 반응기(1)는 이것이 제공하는 장점에 대한 유해한 효과 없이 다양한 다른 장비와 함께 사용될 수 있다. 첨부된 도면의 도 4에 도시된 바와 같이, 열 교환기(20)는 전형적으로 배출구(4)로부터 솔기 없이 연장하는 연장 튜브(21) 둘레에 접속된다. 따라서, 나노입자-함유 현탁액이 장애가 형성될 뚜렷한 기회를 나타내지 않고 냉각될 수 있다.

[0038] 유사하게, 만약 나노입자-함유 현탁액이 뜨겁게 유지되는 것이 요구된다면, 추가의 히터(22)가 연장 튜브(21) 둘레에 제공될 수 있다. 다시, 나노입자 응집이 형성될 기회는 거의 존재하지 않는다.

[0039] 도 6에서, 본 발명의 제 1 실시예의 혼합 반응기(1)가 제 2 혼합 반응기(25)와 연속으로 사용되었다. 제 2 혼

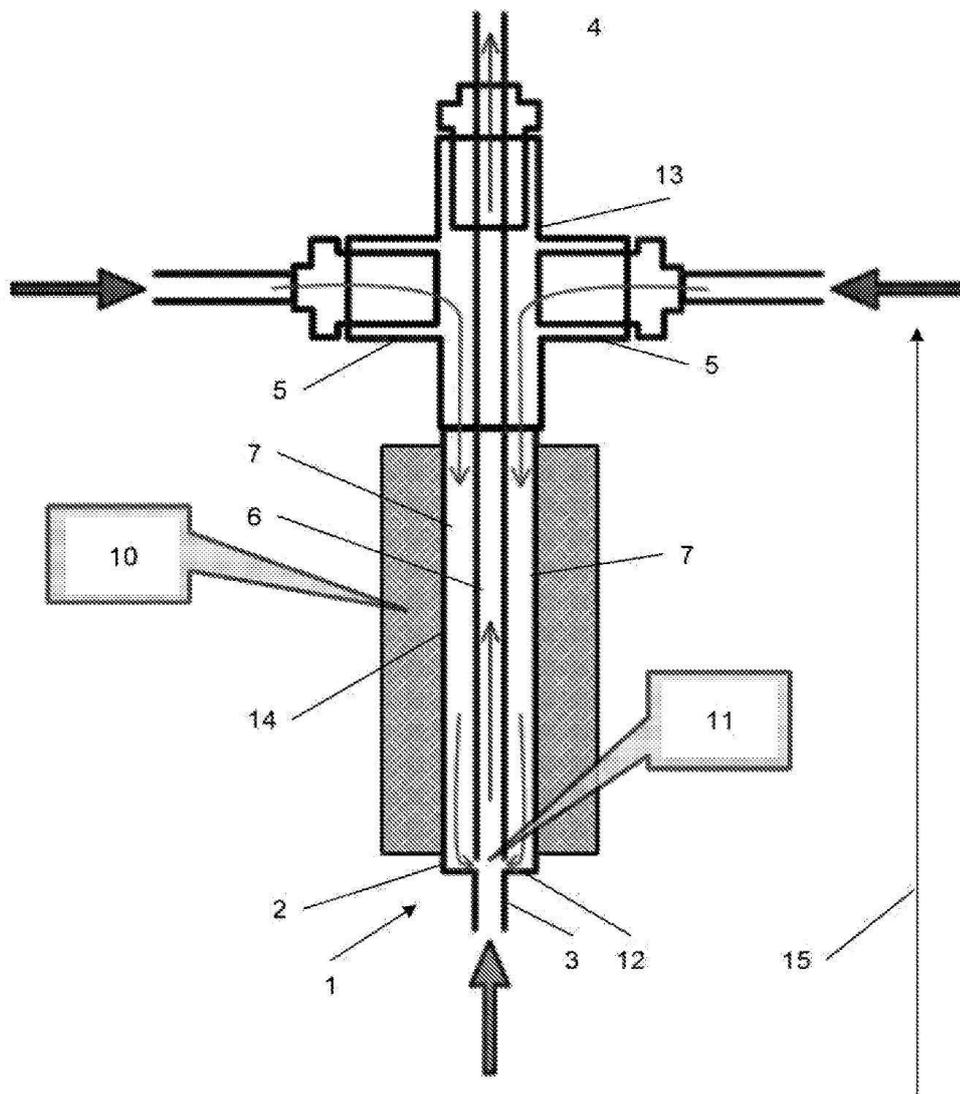
합 반응기(25)는 여기에 히터(10)가 제공되지 않았다는 점을 제외하면 제 1 실시예의 혼합 반응기(1)와 유사한 방식으로 기능한다. 이렇게, 제 1 혼합 반응기(1)의 배출구(4)가 제 2 혼합 반응기의 제 1 유입구(26)에 연결된다. 추가의 유체, 예를 들어 2차 금속염 용액, 또는 유기산(예컨대, 구연산), 티올(예컨대, 메탄에티올) 및 폴리머(예컨대, 폴리비닐피롤리돈)을 포함하지만 이것으로 제한되지 않는 "캠핑제"를 함유하는 용액이 제 2 혼합 반응기의 제 2 유입구(27)로 도입된다. 제 2 혼합 반응기의 내부 통로(28) 및 외부 통로(29)가 제 1 실시예에서와 동일한 방식으로 접합부(30)에서 만나고, 접합부(30)는 제 2 혼합 지점을 제공한다. 추가로 프로세스된 현탁액이 그 다음 제 2 혼합 반응기의 배출구(31)로부터 추출될 수 있다.

[0040]

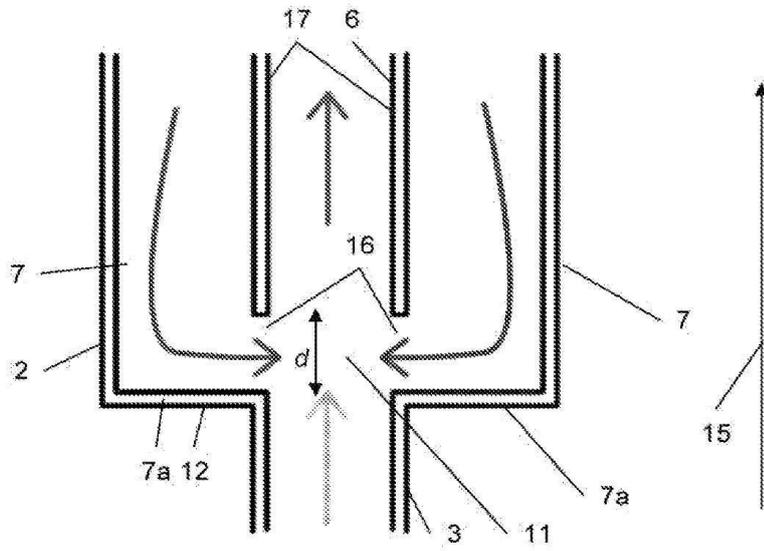
도 1 및 2의 제 1 실시예 모두에서 그리고 도 6의 다단계 구성에서 밴드 히터(10)를 갖는 외부 표면(14)을 가질 필요가 없으며; 가열된 공급물은 오직 크로스-피스 및 리듀서만을 사용하여 대신 도입될 수 있다(이 경우에서 가열된 흐름이 균일해지기 위해서 거리가 거의 존재하지 않기 때문에, 대칭적인 혼합을 획득하기 위해서는 크로스-피스가 T-피스보다 더욱 선호된다). (도 1에서와 같은) 밴드 히터(10)를 갖는 외부 표면(14)의 사용은 (증가된 체류 시간이 요구되거나 가열된 공급물이 매우 뜨거워야만 하는 경우와 같은) 소정의 시나리오들에서 선호될 가능성이 있는 반면, (도 6의 제 2 혼합 반응기에서와 같이) 외부 표면 및 히터가 없는 설계는 (더 낮은 온도 및/또는 짧은 체류 시간이 요구되는) 다른 상황에 적합할 가능성이 있다. 다단계 구성의 혼합 반응기(35, 25) 모두에서 표면(14) 둘레에 히터(10)가 존재하지 않는 예시가 도 7에 도시되었다.

도면

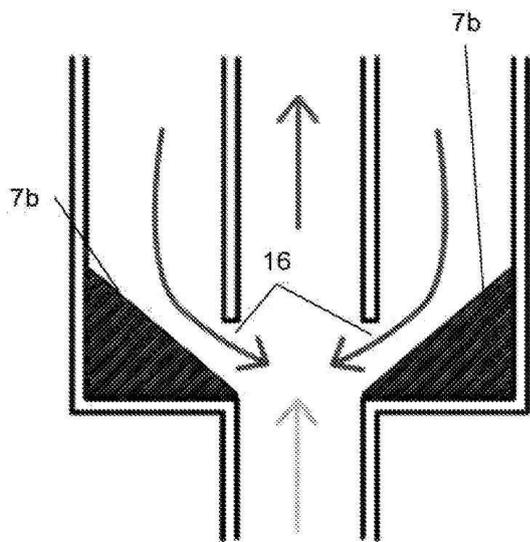
도면1



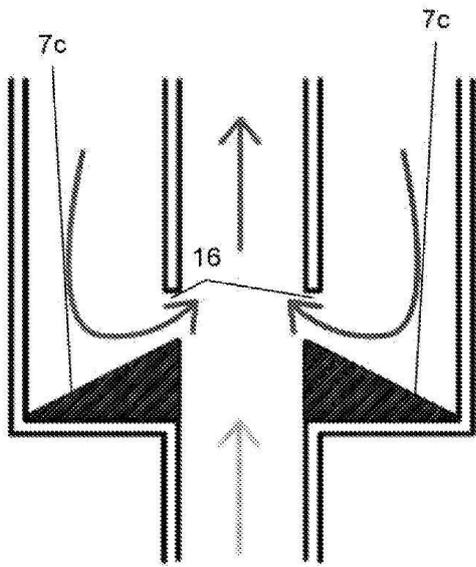
도면2



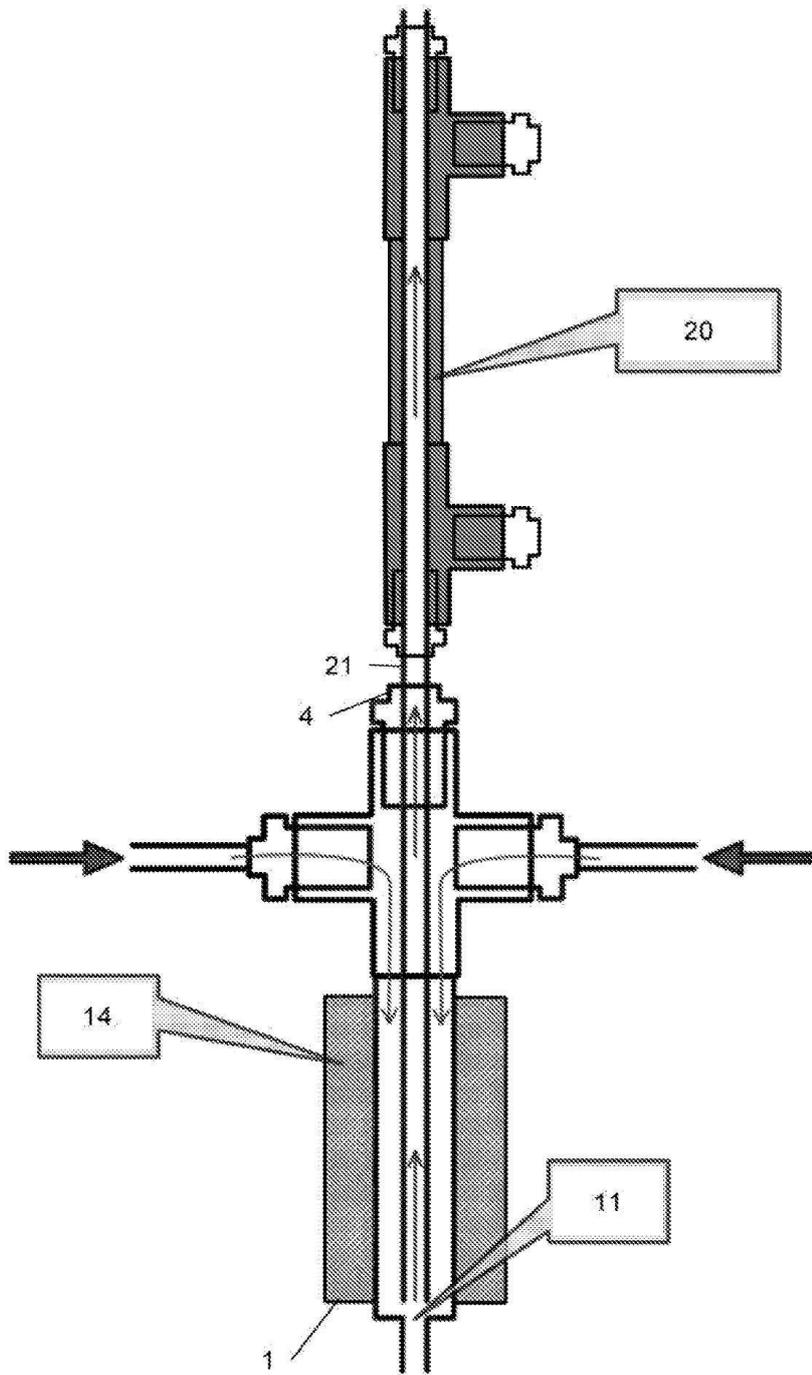
도면3a



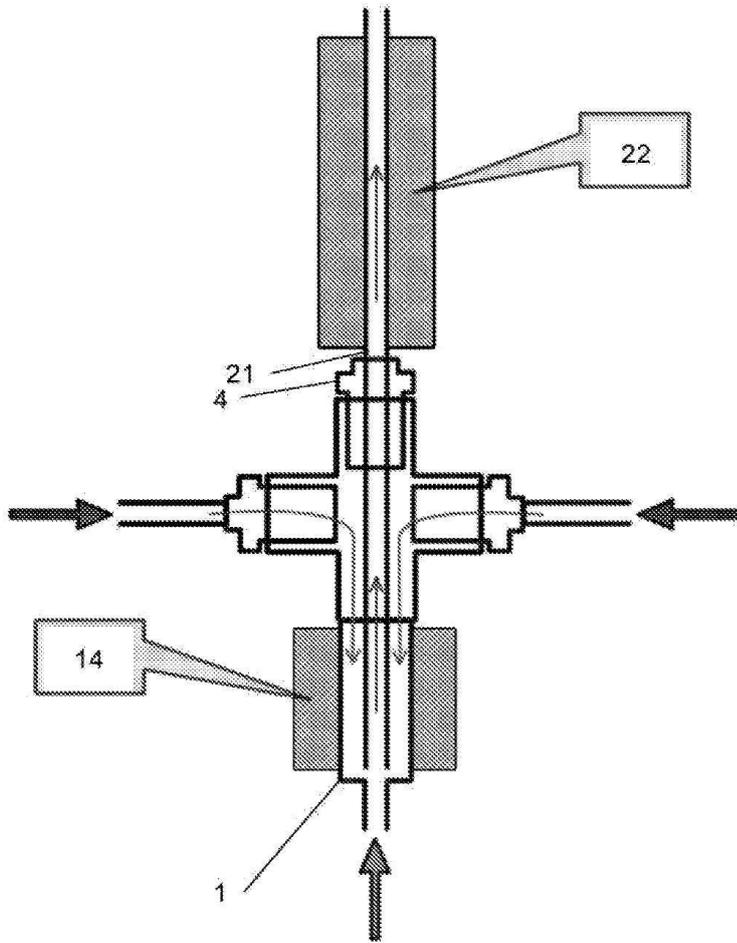
도면3b



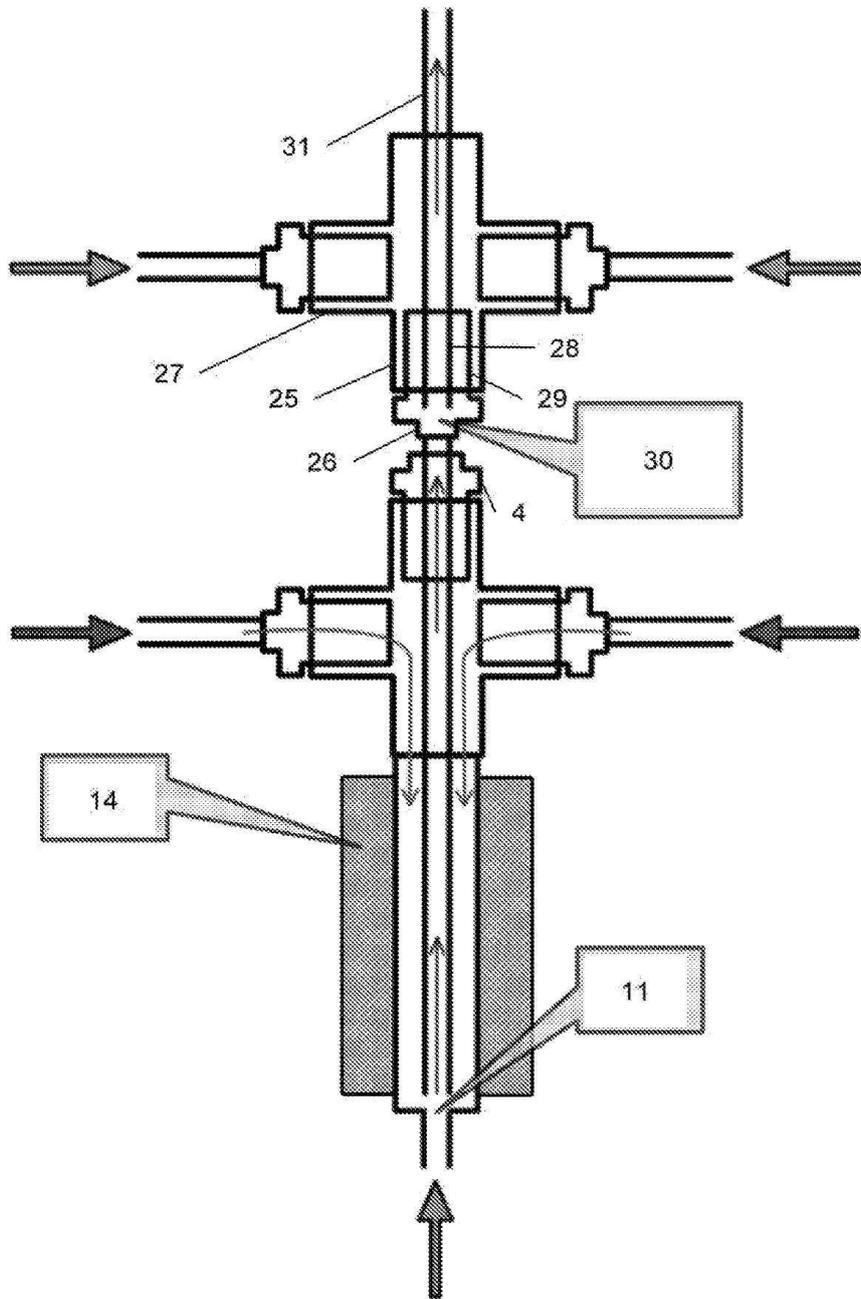
도면4



도면5



도면6



도면7

