



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0106962
(43) 공개일자 2013년10월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01J 4/00 (2006.01) *B01J 19/24* (2006.01)

B01J 35/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2012-0028660

(22) 출원일자 2012년03월21일

심사청구일자 2012년03월21일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

이창수

대전 서구 삼천동 청솔아파트 6-1106

김종민

대전광역시 서구 가장동 삼성래미안1단지아파트
117-150

(74) 대리인

김원준

전체 청구항 수 : 총 7 항

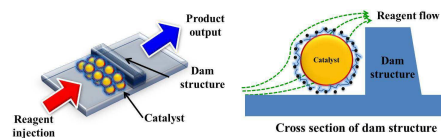
(54) 발명의 명칭 미세반응기 및 촉매를 포함하는 미세반응기 시스템

(57) 요약

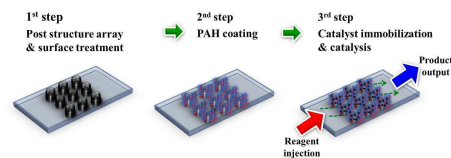
본 발명은 화학반응, 특히 촉매를 이용한 반응에 효율적으로 이용할 수 있는 미세반응기에 관한 것으로 반응액이 주입되는 주입구, 주입된 반응물이 반응하는 영역인 미세유로, 미세유로를 통과한 반응액이 배출되는 배출구를 포함하여 이루어진 미세반응기에 있어서, 상기 미세유로에는 미세기둥이 하나 이상 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기에 관한 것이다. 또한 본 발명은 상기 미세반응기의 미세유로에 촉매가 충전되거나 고정화된 미세반응기 시스템에 관한 것이다.

대표도 - 도1

A. Catalyst immobilization by dam



B. Catalyst immobilization on post



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10033093
부처명	지식경제부
연구사업명	산업원천기술개발사업(신규혁신 화학공정 및 신축매기술)
연구과제명	산소와 수소를 이용한 과산화수소 청정 생산기술 개발
주관기관	한국산업기술평가관리원
연구기간	2009.06.01 ~ 2012.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

반응액이 주입되는 주입구, 주입된 반응물이 반응하는 영역인 미세유로, 미세유로를 통과한 반응액이 배출되는 배출구를 포함하여 이루어진 미세반응기에 있어서,

상기 미세유로에는 미세기둥이 하나 이상 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 미세기둥의 높이는 미세유로의 깊이보다 낮은 것을 특징으로 하는 미세반응기.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 미세기둥의 폭은 미세유로의 폭과 동일한 것을 특징으로 하는 미세반응기.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 미세기둥은 미세유로의 폭방향으로 10~250 μ m 간격으로 배열되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기.

청구항 5

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 하나의 미세반응기의 미세유로에,

상기 미세기둥과 미세유로 또는 미세기둥과 미세기둥간의 간격보다 큰 크기의 축매입자가 충전되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기 시스템.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 축매입자는 직경이 10~300 μ m인 것을 특징으로 하는 미세반응기 시스템.

청구항 7

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 하나의 미세반응기의 미세유로와 미세기둥에,

축매가 고정화되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기 시스템.

명세서

기술분야

본 발명은 화학반응 특히 축매를 이용한 반응에 효율적으로 이용할 수 있는 미세반응기와 상기 미세반응기의 미

[0001]

세유로에 촉매가 충전되거나 고정화된 미세반응기 시스템에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 화학반응을 위한 전통적인 화학반응기로 회분식 반응기(Batch)가 주로 사용되고 있다. 하지만 이러한 반응기의 경우 온도, 압력, 확산, 혼합, 농도 등의 조건에서 정밀성을 요구하는 화학공정에 상당히 제한적이다.

[0003] 최근 미세가공기술의 발달로 미세화학 반응공정 시스템 또는 미세반응기에 대한 많은 연구가 이루어지고 있으며, 이를 이용한 정밀화학제품들이 최근에 Novartis, Merck, Degussa 등의 대형 화학회사들에 의해 상용화되기 시작하였다. 수십~수백 마이크로미터의 너비와 깊이를 갖는 미세유로가 형성된 미세반응기는 물질의 확산, 열전달 속도가 매우 빠르고 미세유로에 의해 단위 부피 당 활성 면적이 매우 넓어 월등히 균일한 온도 및 압력 구배에서 매우 적은 양의 촉매 및 반응물질을 이용하여 높은 수율로 원하는 생성물을 얻을 수 있다는 장점이 있다. 특히 미세반응기는 불균일상 촉매 반응에 있어서 유용하게 사용될 수 있다. 이는 미세반응기에 의해 반응액의 단위 부피당 높은 표면적을 제공 할 뿐 아니라 기존의 매크로한 스케일(macro scale)에서 나타나는 열전달과 물질전달의 한계를 뛰어넘을 수 있어 극소량의 촉매물질을 가지고 고온 고압에서 반응을 구현 할 수 있다는 점이 가장 큰 장점이다.

[0004] 미세반응기는 실리콘, 유리, 금속, 세라믹 및 고분자와 같은 여러 종류의 기판을 사용하여 형성할 수 있다. 먼저, 반도체 공정에 사용되는 습식식각, 건식식각, 리소그래피(lithography), 몰딩, 밀링, 터닝, 드릴링, 펀칭, 레이저미세가공과 같은 미세가공기술을 사용하여 미세유로를 형성시킨다. 미세유로가 형성된 기판은 반응물이 흐를 수 있도록 양극접합, 용융접합 또는 중간매개층에 의한 접합 등의 방법을 이용하여 다른 기판과 접합하여 미세반응기를 제조한다.

[0005] 미세반응기를 이용한 촉매반응은 반응액에 촉매를 혼합하여 미세반응기 내에서 반응시키는 것에 의해 이루어질 수도 있으나, 기판의 내벽에 촉매를 코팅하거나, 미세유로 내에 촉매를 충전하는 것에 의해 미세반응기 시스템을 구현하여 이용하여 반응을 진행하는 것이 보다 바람직하다. 미세유로 내의 촉매의 활성면적을 고려하면 기판의 내벽에 촉매를 코팅하는 것보다, 촉매를 충전하는 것이 보다 유리하다. 종래기술에 의하면 미세유로 내에 매쉬 또는 다공성 재질을 넣고 남은 공간에 촉매를 충전하여 내부의 반응물질이 외부로 빠져나오지 못하도록 하거나, 촉매를 충전할 수 있는 튜브를 별도로 부착하여 촉매를 충전한 후 튜브를 끊어냄으로써 내부를 밀봉처리한다. 이 경우 매쉬 또는 다공성 재질의 충전재의 위치가 변경되면 촉매가 유실될 수 있으며, 충전재가 너무 뻑뻑한 경우 미세유로 내에서 반응액의 흐름을 방해할 수 있으며, 구성요소와 제작과정이 복잡하다는 단점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 본 발명은 보다 간단한 구조와 단순한 공정에 의해 제조될 수 있는 미세반응기를 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

[0007] 발명의 다른 목적은 상기 미세반응기의 미세유로 내에 촉매의 비표면적이 넓도록 촉매입자가 효과적으로 충전되거나, 촉매가 고정화되어 촉매반응의 효율이 우수하고 반응 속도가 빠른 새로운 미세반응기 시스템을 제공하는 것이다.

[0008] 본 발명의 또 다른 목적은 격렬한 반응조건에서도 촉매의 용출 및 응집의 우려가 없는 효율적인 미세반응기 시스템을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 전술한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 반응액이 주입되는 주입구, 주입된 반응물이 반응하는 영역인 미세유로, 미세유로를 통과한 반응액이 배출되는 배출구를 포함하여 이루어진 미세반응기에 있어서, 상기 미세유로에는 미세기둥이 하나 이상 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 미세반응기에 관한 것이다.

[0010]

- [0011] 본 발명에서 상기 미세반응기의 내부에 형성된 구조물은 일반적인 미세유로 내에서 구현할 수 없는 난류를 형성함에 따라 반응액을 효율적으로 혼합시키므로 농도, 온도 및 압력구배를 보다 일정하게 할 수 있으며 따라서 보다 균일한 반응을 유도하고, 반응성을 증가시킬 수 있다.
- [0012] 상기 미세기둥의 높이는 미세유로의 깊이와 동일하거나 미세유로의 깊이 보다 낮게 형성할 수 있다. 미세기둥의 높이가 미세유로의 깊이보다 낮은 경우에는 미세기둥에 의해 유로가 변경되며 반응액의 상면으로 흐르게 되어 난류가 형성된다.
- [0013] 하기 실시예에서는 주입구와 배출구가 각각 하나인 미세유로를 갖는 미세반응기만을 도시하였으나, 복수개의 주입구를 형성하여 각 주입구에 서로 다른 반응물을 주입하고, 주입구의 접합점에서 반응물이 혼합되어 미세유로에서 반응하도록 미세반응기를 구성할 수도 있다.
- [0014] 상기 미세기둥의 폭은 미세유로의 폭과 동일하거나, 미세유로의 폭보다 좁은 복수의 미세기둥이 미세유로의 폭 방향 및/또는 길이방향으로 배열되어 있을 수 있다. 미세기둥의 폭이 미세유로의 폭보다 좁은 경우에는 기둥의 왼쪽 및/또는 오른쪽에 형성된 유로로 난류가 형성되며 반응액이 흐르게 된다. 미세기둥의 폭과 미세유로의 폭이 동일한 경우에는 미세기둥의 높이가 미세유로의 깊이보다 낮아야 함은 당연하다. 미세기둥의 폭이 본 명세서에서 미세유로의 길이방향은 주입구에서 배출구로 연장되는 방향을, 폭방향은 길이방향에 수직인 방향을 의미한다.
- [0015] 이와 더불어 본 발명의 미세반응기를 이용하면 미세유로 내부에 형성된 구조물의 특징을 이용하여 촉매를 더욱 효과적으로 고정화시킨 미세반응기 시스템을 구현할 수 있다. 도 1에 도시된 바와 같이 상기 촉매의 고정화는 두가지 방법에 의해 이루어 질 수 있다. 도면에서는 구조물의 형태를 댐(Dam) 또는 포스트(Post)로 기재하였으나, 이는 임의적인 것으로 모두 미세기둥의 세분화된 형태에 해당한다.
- [0016] 먼저, 미세반응기의 미세유로에 담지체에 고정화된 촉매입자를 충전하는 방법이다. 미세반응기에서 상기 미세기둥과 미세유로 또는 미세기둥과 미세기둥간의 간격보다 큰 크기의 촉매입자를 충전하여 미세반응기 시스템을 구성하면, 촉매입자는 미세기둥에 의해 물리적으로 고정되므로 미세유로로부터 유출되지 않으며, 반응액은 미세기둥과 미세유로 또는 미세기둥과 미세기둥 사이로 빠져나가기 때문에 촉매의 용출없이 효율적으로 촉매반응을 진행할 수 있다. 이와같이 담지체에 고정화된 촉매를 충전하는 경우 마이크로 스케일 내에서 packed bed reactor를 구현 할 수 있다. packed bed reactor는 단위 촉매량 당 변환 효율이 높고, 작동 단가가 저렴하며, 연속 작동이 가능하다는 장점이 있으나, 일반적으로 온도의 구배가 발생하고, 온도 조절이 어렵다는 단점으로 인해 응용에 제한이 있다. 그러나 이를 미세반응기에 도입하게 되면 온도 조절이 용이하기 때문에 기존의 한계점을 극복함과 동시에 종래의 장점들을 극대화 할 수 있다.
- [0017] 촉매입자가 충전된 미세반응기 시스템을 구성하기 위한 미세반응기에서 상기미세기둥은 미세유로의 폭과 동일한 폭을 갖거나, 미세유로의 폭방향으로 일렬로 배열되어 있는 것이 바람직하다. 그러나 미세기둥의 배열형태에 의해 촉매입자의 유출을 방지한다는 목적만 달성할 수 있다면 그 배열형태가 어떤 모양이든 무관하며, 그에 의해 본 발명의 미세반응기 시스템이 제한되는 것은 아니다. 이 담지체에 고정화된 촉매입자의 직경은 10~300 μ m인 것이 바람직한데, 촉매입자의 크기가 너무 작은 경우에는 촉매가 빠져나가지 않도록 미세반응기를 구성하는데 어려움이 있으며, 촉매입자의 크기가 너무 크면 유용성이 떨어진다. 따라서, 상기 미세반응기에서 미세기둥이 일렬로 배열되어 있는 경우에는 미세기둥의 간격은 10~250 μ m인 것이 바람직하며, 사용되는 촉매입자의 크기에 따라 적절히 선택하여 사용할 수 있을 것이다.
- [0018] 본 발명의 미세반응기 시스템에서는 미세반응기의 미세유로에 형성된 미세기둥에 의해 촉매입자의 유출을 방지한다는 것으로, 촉매의 종류나 담지체의 종류에 의해 그 적용이 한정되는 것이 아님은 당연하다.
- [0019]
- [0020] 본 발명에 의한 두 번째 미세반응기 시스템은 진술한 미세반응기의 미세유로와 미세기둥에 촉매가 고정화되어 있는 것을 특징으로 한다. 종래기술에서 미세유로에 촉매가 고정화된 미세반응기 시스템의 경우, 촉매의 활성면적이 미세유로의 표면적에 의해 제한된다. 반면, 본 발명에 의한 미세반응기에 촉매를 고정화하면 미세유로 뿐 아니라 미세유로 내에 형성된 미세기둥에도 촉매가 고정화되기 때문에 촉매의 활성면적이 크게 증가하게 된다.

[0021] 하기 실시예에서는 촉매 용액의 충진에 정전기적 인력에 의해 Pd 촉매를 고정화하는 방법만 기술하였으나, 종래 기술에서 미세반응기의 미세유로에 촉매를 고정화하는 방법은 모두 적용할 수 있음은 당연하다. 예를 들어, 물리적 기상 증착법, 화학적 기상 증착법, 양극 산화법, 졸겔법을 이용한 딥코팅 및 위시코팅 등의 방법에 의해 촉매를 고정화시킬 수 있다.

[0022] 미세반응기는 종래기술에서와 같이 실리콘, 유리, 금속, 세라믹 및 고분자와 같은 여러 종류의 기판을 사용하여 형성할 수 있으며, 종래의 미세반응기 제조기술을 응용하여 제조할 수 있다. 미세반응기의 제조기술에 대해서는 종래기술에 의해 널리 알려져 있으므로 구체적인 설명을 생략한다.

발명의 효과

[0023] 이상과 같이 본 발명에 의하면 미세반응기의 유로내에 구조물이 형성되어 있어, 담지체에 고정화된 촉매를 충전하는 경우 구조물에 의해 촉매의 유출을 방지할 수 있으며, 미세유로에 촉매를 고정화하는 경우에는 구조물에도 동시에 촉매가 고정화되어 촉매의 비표면적이 증가하게된다. 따라서, 본 발명의 미세반응기에 촉매를 포함한 미세반응기 시스템은 더욱 촉매의 용출이나 반응액의 막힘이 없이 간단한 방법에 의해 제작이 가능하며, 격렬한 반응조건에서도 촉매의 용출 및 응집이 없고, 미세 스케일에서 반응이 진행됨에 따라 빠른 물질전달속도로 인하여 효율적인 반응을 구현 할 수 있다.

[0024] 본 발명에 의한 미세반응기는 고온, 고압, 강산, 강염기 등 격렬한 반응 조건에서 수행되는 다양한 화학반응에 적용이 가능하다.

[0025]

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 본 발명의 일실시예에 의한 미세반응기 시스템의 개략도.

도 2는 본 발명의 일실시예에 의한 미세반응기의 제조 공정.

도 3는 본 발명의 일실시예에 의한 미세유로의 CAD 설계도면.

도 4는 본 발명의 미세반응기 시스템을 사용한 실제 반응 사진.

도 5는 미세반응기 시스템과 균일반응계의 반응 변환율 및 속도를 보여주는 그래프.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 이하 첨부된 도면과 실시예를 들어 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나 이러한 도면과 실시예는 본 발명의 기술적 사상의 내용과 범위를 쉽게 설명하기 위한 예시일 뿐, 이에 의해 본 발명의 기술적 범위가 한정되거나 변경되는 것은 아니다. 또한 이러한 예시에 기초하여 본 발명의 기술적 사상의 범위 안에서 다양한 변형과 변경이 가능함은 당업자에게는 당연할 것이다.

[0028] 실시예 1 : 미세반응기 시스템의 제작

[0029] 1) 미세반응기의 제작

[0030] 미세반응기 시스템의 제작과정은 도 2에 개략도로 도시하였다.

[0031] AutoCAD 프로그램을 이용하여 도 3과 같이 탬 또는 포스트 구조물을 갖는 미세유로를 디자인하고, PMMA(Poly(methyl methacrylate)) 기판에 대해 상기 CAD 도면을 바탕으로 CNC(computer numerical control) 기술을 이용하여 미세반응기를 제작하였다.

[0032] 보다 구체적으로, CAD 디자인을 CNC를 수행하는 소프트웨어인 Mach3 CNC에서 불러온 후 소프트웨어 상에서 각 채널 dimension에 맞는 mill을 설정하고, Tiny CNC 300x (Tinyrobo)를 사용하여 micromachining 공정을 실시하여 0.85mm 깊이의 미세유로를 구현 하였다. 도 2에서는 미세유로가 Y형 유로로 도시되었으나, 이는 임의의 형상으로 실제 본 실시예의 미세유로는 도 3에 도시된 바와 같으며, 탬 또는 포스트 구조물의 높이는 0.7mm로 통

일 하였다.

[0033]

[0034] 상기 방법에 의해 댐 또는 포스트 구조물을 갖는 미세유로가 새겨진 PMMA 기판을 UV/오존으로 24분 처리한 후, 상면을 PMMA 기판으로 덮고 60℃에서 1시간 열처리하여 접착시키는 것에 의해 미세반응기를 제작하였다.

[0035] 상기 방법에 의해 제작된 미세반응기에 반응물을 효율적으로 주입할 수 있도록 상용화된 jig(upchurch 에서 구매 : <http://www.upchurch.com/>)를 이용하여 반응기에 적합한 하우징을 제조하고, 튜브와 페룰(ferrule) 등을 이용하여 시린지를 통해 반응물이 미세반응기의 미세유로로 주입될 수 있도록 하였다.

[0036] 2) 촉매의 고정화

[0037] (1) 팔라듐 나노입자 분산액의 제조

[0038] 하기 방법에 의해 0.35wt%의 팔라듐 나노입자 분산액을 제조하였다.

[0039] 컨테이너를 통해 지속적으로 물을 흘려 냉각 시켜주면서 Dodecyl sulfide(93%, Aldrich) 13.35mmol을 톨루엔 35ml에 넣어 준후 질소 퍼징하에 450rpm에서 교반시켜주면서 95℃까지 승온하였다. 상기 용액에 95℃에서 Palladium(II) acetate($\text{Pd}(\text{OAc})_2$, 99.9%+ metals basis, Sigma-Aldrich)이 2.67mmol이 용해되어있는 톨루엔 용액 15ml을 첨가하고, 1시간 동안 온도를 유지하며 반응시켰다.

[0040] 반응이 완료되면 반응액을 냉각한 후 아세톤 100ml 넣어 20000g에서 10min 원심분리하여 상등액을 제거하는 과정을 3회 반복하여 생성된 팔라듐 나노입자를 세척하였다. 상등액을 제거하여 얻어진 나노입자를 50ml의 톨루엔에 재분산시킨 후, 13.35mmol의 mercapto acetic acid(minimum 98%, Sigma-Aldrich)를 넣고 60℃에서 12시간 동안 450rpm에서 반응시켜 팔라듐 나노입자를 친수성 표면개질하였다. 반응이 완료되면 50ml의 물을 넣어 phase separation을 통하여 톨루엔상에 있던 나노입자들이 물로 이동하는 것을 확인 한 후 20000g에서 10min 원심분리하여 상등액을 제거하고 팔라듐 나노입자를 수득하였다.

[0041] 얻어진 팔라듐 나노입자는 15ml의 물에 재분산하여 0.35% 팔라듐 나노입자 분산액을 제조하고, 다음 반응에 사용하였다.

[0042] (2) 담지체에 고정화된 촉매를 미세유로에 충전시킨 미세반응기 시스템

[0043] J. Am. Chem. Soc. 1998, 120, 8523-8524의 방법에 의해 Pd/PAH-PS sulfonate를 준비하였다. 구체적으로, 10g의 PS sulfonate resin(300nm, rapp polymere에서 구입)에 20ml의 PAH(poly(allylamine hydrochloride) 용액 (pH 9, 0.1M NaCl solution)을 넣어 20min간 약하게 흔들어 주었다. PAH 용액을 제거하고 DI수로 세 번 반복 세척하여 잔여 PAH와 resin에 약하게 흡착된 PAH를 제거하였다.

[0044] (1)에서 제조한 0.35wt%의 팔라듐 나노입자 분산액 5ml를 상기 PAH로 표면개질된 resin에 넣고 20분간 약하게 흔들어 주어 팔라듐 촉매를 resin에 고정화시키고, DI수로 세 번 반복 세척하여 2.5% Pa/PAH-PS sulfonate 촉매 현탁액을 얻었다.

[0045] 1)에서 제작된 댐 구조물이 형성된 미세반응기에 시린지를 이용하여 상기 촉매 현탁액을 15μm/min 유속으로 흘려주어 촉매를 미세유로에 충전시켰다. 이후, DI수를 20μm/min의 유속으로 5min동안 흘려주어 미세반응기 내부를 세척하고 미세반응기 시스템을 완성하였다.

[0046] (3) 미세유로 및 구조물에 촉매를 고정화시킨 미세반응기 시스템

[0047] 1)에서 제작된 포스트 구조물이 형성된 미세반응기에 시린지를 이용하여 PAH 용액을 15μm/min 유속으로 흘려주어 미세유로의 내부에 팍 차게 한 후 20분 동안 방치하여 PAH가 미세유로에 코팅되도록 하였다. 20분 후 DI수를 20μm/min의 유속으로 3분간 흘려주어 미세반응기 내부를 세척하였다. 세척이 완료되면 (1)에서 제조한 0.35wt%의 팔라듐 나노입자 분산액을 15μm/min 유속으로 흘려주어 채널 내부에 팍 차게 한 후 한시간동안 그대로 방치하였다. 이후, DI수를 20μm/min의 유속으로 5분 동안 흘려주어 미세반응기 내부를 세척하고 미세반응기 시스템을 완성하였다.

[0048] 실시예 2 : 각 반응기에서의 촉매활성 평가

[0049] $\text{Cr}^{6+}(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, dichromate ion)가 Cr^{3+} (chromium ion)으로 환원되는 반응에 대해 UV-Spectroscopy를 통한 흡광도 변화로부터 본 발명에 의한 미세반응기 시스템을 이용한 촉매반응의 효율을 측정하였다.

[0050] 최종 농도가 각각 0.1mM, 1000mM이 되도록 Potassium dichromate와 sodium formate를 물에 녹이고, 1N HCl을 사용하여 pH를 2.5로 조절한 용액 10ml를 Gastight syringe(Hamilton Gastight 10 cc)에 넣은 후 시린지 펌프로 유속을 $5\mu\text{m}/\text{min} \sim 40\mu\text{m}/\text{min}$ 범위에서 변화시키며 실시예 1에서 제조한 Dam 구조물을 가지는 미세반응기에 지속적으로 주입하여 반응을 진행시켰다. 본 미세반응기 시스템의 구성과 그 실험 사진을 도 4에 도시하였다. 반응물의 주입속도에 따라 하기 수식 1에 의해 체류시간(residence time), 즉 반응시간을 구하고(J. Am. Chem. Soc., 2011, 133 (15), pp 6006-6011), 배출구로 배출되는 반응물을 샘플링 하여 dichromate(at 350nm)의 흡광도 변화를 측정하였다.

$$t = \frac{V(1 - \epsilon)}{Q} \quad (\text{수식 1})$$

[0052] 이때, ϵ = 촉매의 충전율, V = 미세유로의 총 부피($W \times D \times L$), Q = 부피유속, t = 체류시간

[0053] 각각의 반응시간에 대해 반응액과 반응전 용액의 흡광도 비로부터 변환율을 구하고, 하기 수식 2에 의해 속도상수를 구하여 도 5에 그 결과를 도시하였다.

$$-k_1 t = \ln \frac{[\text{Cr(VI)}]}{[\text{Cr(VI)}]_0} \quad (\text{수식 2})$$

[0055] k_1 : 속도상수

[0056] t : 반응 시간

[0057] $[\text{Cr(VI)}]_0$: 반응 전 반응액에서 Cr(VI)의 농도 (반응액에서 350nm의 흡광도)

[0058] $[\text{Cr(VI)}]$: 반응시간 t 에서의 Cr(VI)의 농도 (t 에서의 350nm의 흡광도)

[0059]

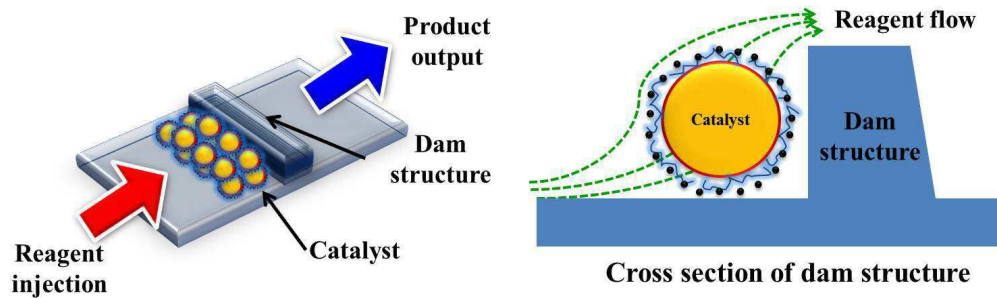
[0060] 비교를 위하여 상기 미세반응기에 사용한 것과 동일한 dichromate 반응용액을 vial에 넣은 후 실시예 1의 2)에서 제조한 팔라듐 나노입자 분산액을 Pd의 농도가 $20\mu\text{g}/\text{ml}$ 가 되도록 반응용액에 넣고 400 rpm에서 교반시켜주면서 반응을 진행 하며 변환율과 속도 상수를 구하여 도 5에 그 결과를 함께 도시하였다.

[0061] 도 6에서 확인할 수 있듯이 본 발명의 미세반응기 시스템에 의한 화학반응은 균일용액에 비해 상대적으로 매우 빠른 반응속도로 진행되었고, 1000sec만에 90%의 conversion을 얻을 수 있었다. 또한, 상기 균일용액에서의 반응에서는 강산의 반응 조건으로 인하여, 시간이 지남에 따라 도 5의 C에 도시된 바와 같이 점차 촉매의 응집이 일어나 반응속도가 느렸다.

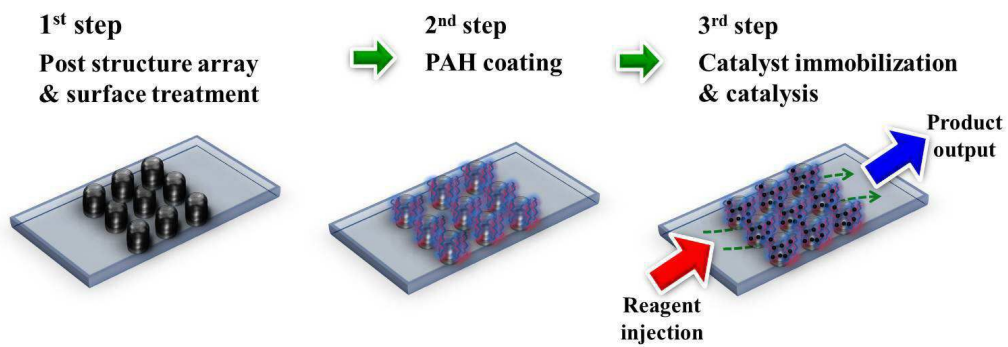
도면

도면1

A. Catalyst immobilization by dam

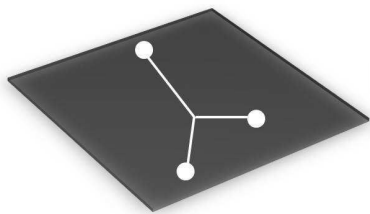


B. Catalyst immobilization on post

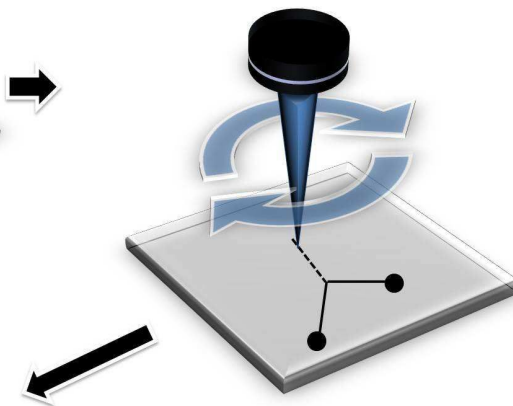


도면2

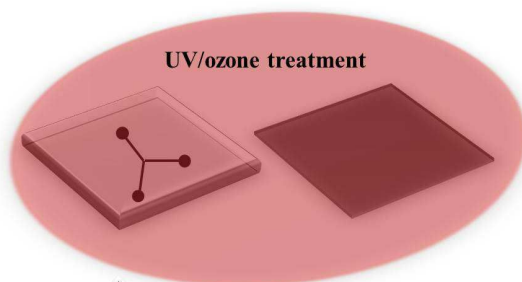
Step 1. Channel design(CAD)



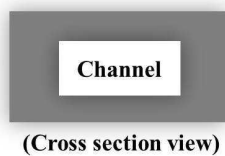
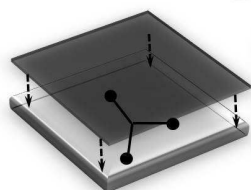
Step 2. Micromachining



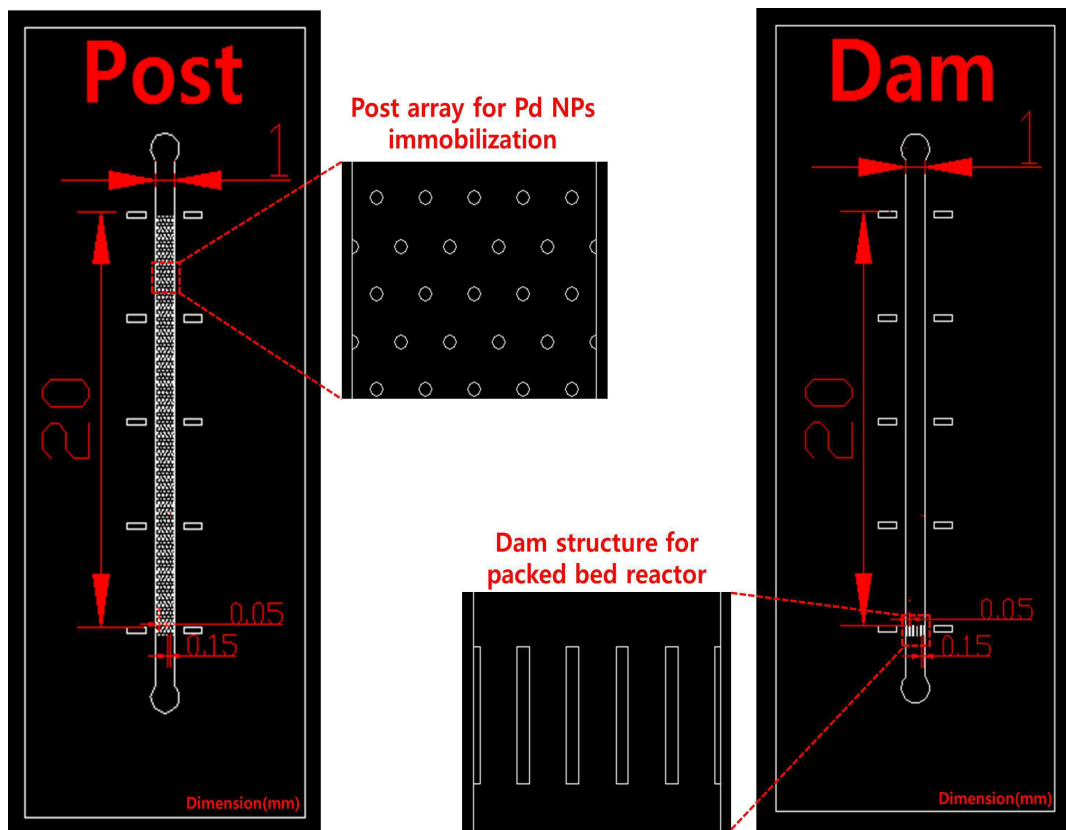
Step 3. UV/ozone treatment & thermal bonding



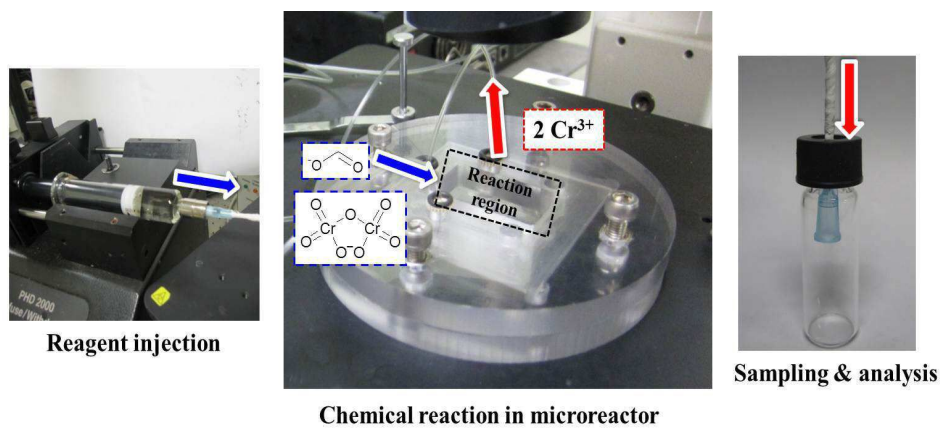
Thermal bonding



도면3



도면4



도면5

