



(19) 대한민국 지식재산청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2026년04월17일

(11) 등록번호 10-2953858

(24) 등록일자 2026년04월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 8/00 (2018.01) B01J 19/24 (2006.01)
G01N 33/00 (2006.01)

(52) CPC특허분류
B01J 8/0095 (2013.01)
B01J 19/245 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-0142849

(22) 출원일자 2023년10월24일

심사청구일자 2023년10월24일

(65) 공개번호 10-2025-0059010

(43) 공개일자 2025년05월02일

(56) 선행기술조사문헌

CN115261696 A*

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 9 항

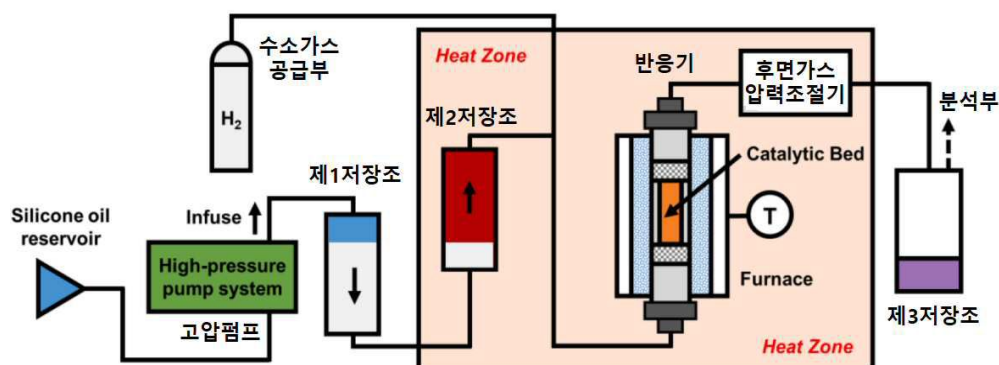
심사관 : 박광원

(54) 발명의 명칭 액체 금속을 이용한 수소화분해 반응용 연속식 장치

(57) 요약

본 개시는 불균일 촉매 연구를 위하여, 액체금속을 저장하는 제1저장조, 용융 거대분자를 저장하는 제2저장조 및 반응기가 순차적으로 직렬연결된 수소화분해 반응용 장치로서, 제1저장조와 연결된 고압펌프를 이용하여 상기 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로, 상기 제2저장조의 용융 거대분자를 연속식 반응기로 이송하여 수소화분해 반응을 수행하고, 상기 반응기 후단에 후면가스압력조절기가 연결되고, 상기 후면가스압력조절기 후단에 생성물을 저장하는 제3저장조가 연결된 것인 수소화분해 반응용 장치에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B01J 8/008 (2013.01)

G01N 33/0078 (2024.05)

B01J 2219/00033 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020130099954 A*

KR1020140121867 A*

KR1020080103983 A

US20170043330 A1

KR1020010040874 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711197232

과제번호 RS-2023-00252444

부처명 과학기술정보통신부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 생애기본연구-기본연구

연구과제명 연속 유동 반응 시스템 기반 플라스틱 업사이클링용 촉매 소재 개발

기 여 율 72/100

과제수행기관명 한밭대학교

연구기간 2023.06.01 ~ 2026.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1345370812

과제번호 2021RIS-004

부처명 교육부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 지자체-대학 협력기반지역혁신사업

연구과제명 (대전세종충남지역혁신플랫폼)충남대학교

기 여 율 28/100

과제수행기관명 (대전세종충남지역혁신플랫폼)충남대학교

연구기간 2023.04.01 ~ 2024.02.29

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

액체금속을 저장하는 제1저장조, 용융 거대분자를 저장하는 제2저장조 및 연속식 반응기가 순차적으로 직렬연결된 수소화분해 반응용 장치로서,

제1저장조와 연결된 고압펌프를 이용하여 상기 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로, 상기 제2저장조의 용융 거대분자를 상기 연속식 반응기로 이송하여 수소화분해 반응을 수행하고,

상기 반응기 후단에 생성물을 저장하는 제3저장조가 연결된 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 액체금속은 Co, Pd, Pt, Sn, Pb, Ag, In, Ga, Te, Bi 및 Sb에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 조합인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 거대분자는 파라핀왁스를 포함하는 수소화분해 반응용 장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제2저장조 및 반응기는 가열부에 포함되는 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제2저장조와 반응기 사이에 수소가스 공급부가 구비된 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제1저장조는 제2저장조보다 위치가 낮은 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 제3저장조 후단에 분석부가 위치하는 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 반응기는 주입구, 수소화분해 반응기 및 후면가스압력조절기에 의한 가압장치를 포함하는 것인 수소화분해 반응용 장치.

청구항 9

제1항 내지 제 8항에서 선택되는 어느 한 항의 수소화분해 반응용 장치를 이용한 거대분자로부터의 수소화분해 연속 반응 시스템.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는 액체 금속을 이용한 수소화분해 반응용 연속식 장치 및 이를 이용한 플라스틱을 포함한 거대분자의 수소화분해 연속 반응 시스템에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 종래에 플라스틱 등 거대분자의 수소화분해 반응 메커니즘과 촉매의 효율의 연구에 있어서, 일정한 반응장치가 아닌 다양한 형태의 배치반응기를 이용하여 반응을 수행하였다. 이러한 이유로 문헌마다 다양한 촉매에 대한 연구결과를 상호 비교할 때 어려움이 있으며, 사용되는 반응 조건이 상이하여 각 문헌의 결과에 대한 신뢰성을 담보하기 어려웠다. 더욱이, 배치형 반응기는 이차 반응에 의해 시간에 따라 생성물의 분포가 달라지기 때문에, 이러한 반응기의 특성으로 인해 생성물 분포를 바탕으로 거대분자의 수소화분해 반응에 대한 본질적인 동역학을 연구하기에 제한적이다. 뿐만 아니라 시간에 따른 불균일 촉매의 안정성에 대한 연구도 상기와 같은 이유로 인하여 평가하기 매우 어렵다는 문제가 있다.

[0003] 이러한 문제를 해소하기 위해서는 정상 상태 및 차등 반응 조건 하에서 반응 속도를 측정할 수 있는 연속식 반응기(flow reactor)를 사용하면 되는데, 이러한 경우, 수소화분해 반응을 위해 가압조건을 만족하면서 동시에 실온에서 고체인 거대분자를 연속식 반응기(flow reactor)에 적용하기 어렵다는 문제가 여전히 존재한다.

[0004] 따라서 본 발명은 촉매의 본질적인 동역학적 성질 및 안정성을 평가하기 위해 거대분자의 수소화반응 공정에 있어서 연속식 반응기를 사용하여 시간에 따른 생성물 선택성을 측정함으로써 상기 성질들을 평가 할 수 있다는 것에 기반을 두고, 연속식 반응기를 사용한 수소화분해 반응용 촉매 소재 평가를 위한 연속식 장치를 제공하고 자 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 플라스틱을 포함한 거대 분자의 수소화 분해를 연속적으로 수행할 수 있는, 촉매 연구를 위한 수소화분해 반응용 연속식 장치를 제공하는 것이다.

[0006] 본 발명의 또다른 목적은 상기 수소화분해 반응용 연속식 장치를 이용하여 거대분자의 수소화분해 연속 반응 시스템을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명은 액체금속을 저장하는 제1저장조, 용융 거대분자를 저장하는 제2저장조 및 반응기가 순차적으로 직렬 연결된 수소화분해 반응장치를 제공하며, 구체적으로 상기 수소화분해 반응장치는 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 제1저장조와 연결된 고압펌프를 이용하여 상기 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로, 상기 제2저장조의 용융 거대분자를 연속식 반응기로 이송하여 수소화분해 반응을 수행하고, 상기 반응기 후단에 생성물을 저장하는 제3 저장조가 연결될 수 있다.

[0008] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 액체금속은 Co, Pd, Pt, Sn, Pb, Ag, In, Ga, Te, Bi 및 Sb 등에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 조합일 수 있다.

[0009] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 거대분자는 파라핀 왁스를 포함할 수 있다.

[0010] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제2저장조 및 반응기는 가열부에 포함될 수 있다.

[0011] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제2저장조와 반응기 사이에 수소가스 공급부가 구비된 것일 수 있다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제1저장조는 제2저장조보다 위치가 낮은 것일 수 있다.

[0013] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 반응기는 주입구, 수소화분해 반응기 및 후면가스압력조절기에 의한 가압장치를 포함할 수 있다.

[0014] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제3저장조 후단에 분석부가 위치하는 것일 수 있다.

발명의 효과

- [0015] 본 발명은 종래에 신뢰성을 담보하기 어려웠던 배치식 반응기에 대한 문제와 연속식 반응기에 용융 고분자를 주입하기 어려웠던 문제를 효과적으로 해결한 것으로, 액체 금속을 이용하여 상호 혼화성이 없는 용융 거대분자를 반응기로 연속적으로 주입할 수 있고, 생성물의 균일성 및 촉매 안정성 결과에 대한 신뢰성이 담보될 수 있는 수소화분해 반응용 연속식 장치 및 이를 이용한 거대분자로부터 수소화분해 연속 반응 시스템에 대한 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 일 실시예에 따른 수소화분해 반응용 연속식 장치를 간단히 나타낸 모식도이다.
도 2는 일 실시예에 따른 수소화분해 반응용 연속식 장치의 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 본 개시의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 개시는 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 개시의 개시가 완전하도록 하며, 본 개시가 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 개시는 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0018] 다른 정의가 없다면 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 개시가 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다.
- [0019] 본 명세서에서 사용되는 용어의 단수 형태는 특별한 지시가 없는 한 복수 형태도 포함하는 것으로 해석될 수 있다.
- [0020] 본 명세서에서 사용되는 수치 범위는 하한치와 상한치와 그 범위 내에서의 모든 값, 정의되는 범위의 형태와 폭에서 논리적으로 유도되는 증분, 이중 한정된 모든 값 및 서로 다른 형태로 한정된 수치 범위의 상한 및 하한의 모든 가능한 조합을 포함한다. 본 개시의 명세서에서 특별한 정의가 없는 한 실험 오차 또는 값의 반올림으로 인해 발생할 가능성이 있는 수치범위 외의 값 역시 정의된 수치범위에 포함된다.
- [0021] 본 명세서에서 언급되는 '포함한다'는 '구비한다', '함유한다', '가진다', '특징으로 한다' 등의 표현과 등가의 의미를 가지는 개방형 기재이며, 추가로 열거되어 있지 않은 요소, 재료 또는 공정을 배제하지 않는다.
- [0022] 본 명세서에서 특별한 언급 없이 사용된 %의 단위는 별다른 정의가 없는 한 중량%를 의미한다.
- [0023] 본 명세서에서 "A 내지 B"란 특별히 다른 정의가 없는 한 "A 이상 B 이하"를 의미한다.
- [0024] 본 명세서에서 사용되는 용어 "거대분자"는 상온에서 고체인 탄화수소를 의미한다. 구체적으로 상기 거대분자는 상온에서 고체인 탄소수 10개 이상, 15개 이상, 20개 이상, 또는 50개 이상의 거대 구조를 갖는 탄화수소를 의미할 수 있다.
- [0025] 이하에서는, 일 실시예에 따른 수소화분해 반응장치 및 이를 이용한 거대분자의 수소화분해 연속 반응 시스템에 대해 상세히 설명하기로 한다. 그러나, 이는 예시적인 것에 불과하고 본 개시가 예시적으로 설명된 구체적인 실시 형태로 제한되는 것은 아니다.
- [0026] 통상 기술에서 각 문헌의 결과에 대한 신뢰성을 담보하기 어렵고, 배치 반응기의 특성으로 인해 생성물 분포가 이차 반응에 의해 지배되므로 수소화분해 반응에 대한 본질적인 연구하기에 제한적이라는 문제와 연속식 반응기 사용시 거대분자를 연속적으로 공급하는 것이 어렵다는 문제를 해결하고자, 본 발명은 촉매의 안정성을 연구하기 위해 거대분자의 수소화반응 공정에 있어서 연속식 반응기를 사용하여 시간에 따른 생성물 선택성을 측정함으로써 쉽게 연구할 수 있다는 것에 기반을 두고, 일정한 연속식 반응기를 사용한 촉매 연구를 위한 수소화분해 반응용 연속식 장치를 제공하고자 한다.
- [0027] 본 발명은 액체금속을 저장하는 제1저장조, 용융 거대분자를 저장하는 제2저장조 및 반응기가 순차적으로 직렬 연결된 수소화분해 반응용 장치를 제공하며, 구체적으로 상기 수소화분해 반응용 장치는 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 제1저장조와 연결된 고압펌프를 이용하여 상기 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로, 상기 제2저장조의 용융 거대분자를 연속식 반응기로 이송하여 수소화분해 반응을 수행하고, 상기 반응기 후단에 생성물을 저장하는 제3저장조가 연결될 수 있다.

- [0028] 구체적으로 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 수소화분해 반응용 장치는 고압펌프, 제1저장조, 제2저장조, 반응기 및 분석부가 순서대로 직렬로 연결되어 있으며, 제2저장조와 반응기의 연결부에 수소 가스 공급부가 연결된 구조를 가지고 있다. 추가적으로 고압펌프의 전단에 펌프 동작을 위해 실리콘 오일 저장조를 포함할 수 있다. 또한, 상기 제2저장조와 반응기는 가열부 내에 포함되어 있는 구조이다.
- [0029] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 고압펌프는 통상적으로 사용할 수 있는 펌프, 일 예로 HPLC 펌프 등의 3000 PSI 이상, 또는 5000 PSI 이상 가압이 가능하고 0.01 mL/min 단위로 유량 조절이 가능한 고압펌프를 사용할 수 있다. 상기 고압펌프를 이용할 경우, 상기 실리콘 오일 저장조의 실리콘 오일을 제1저장조로 이송할 수 있으며, 상기 고압펌프는 작동 조건을 조절하여 실리콘 오일의 이송 유속을 제어할 수 있다. 무엇보다, 종래의 기술에서 압출용 스크류를 이용해 용융 거대분자를 이송할 수 있지만, 본 발명에 따른 수소화분해 반응용 장치의 수소화분해 반응 장치는 가압 조건이 필수적으로 요구되기 때문에 종래의 압출용 스크류 방식을 사용해 용융 거대분자를 이송하는 것만으로 수소화분해 반응을 수행할 수 없다. 또한 상기 고압 펌프는 가열할 수 없는 장치이기 때문에 고압 펌프 단일 사용만으로 직접 용융 거대분자를 이송할 수 없으므로 본 발명의 장치는 상술한 액체금속을 활용하여 간접 방식으로 용융 거대분자를 이송해 이러한 종래의 문제점을 효과적으로 해결하였다.
- [0030] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제1저장조는 액체 금속을 저장하는 저장조로 앞서 고압 펌프로부터 이송된 실리콘 오일이 제1저장조의 액체금속을 밀어내어 제1저장조에 연결된 제2저장조로 액체금속이 이송될 수 있다. 이때, 상기 실리콘 오일과 액체 금속은 섞이거나 반응하지 않으며, 안정적으로 실리콘 오일이 액체금속을 밀어낼 수 있다. 또한, 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 제1저장조는 후술하는 제2저장조보다 낮은 위치에 배치될 수 있다.
- [0031] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 액체금속은 상온(25℃)에서 액체상태로 존재하는 금속을 의미하고, 상기 액체금속의 용융점이 상온 이하, 또는 -273 내지 25℃, 구체적으로 -150 내지 20℃, 보다 구체적으로 -30 내지 18℃이라면 크게 제한되지 않고 사용할 수 있다. 일 예로, Co, Pd, Pt, Sn, Pb, Ag, In, Ga, Te, Bi 및 Sb 등에서 선택되는 어느 하나 또는 둘 이상의 조합일 수 있다. 바람직하게 In, Ga 및 Sn를 혼합하여 사용할 수 있고, 이때, 이들의 혼합비는 Ga 100 중량부에 대하여 In 10 내지 50 중량부 및 Sn 5 내지 30 중량부, 또는 In 20 내지 40 중량부 및 Sn 10 내지 20 중량부를 만족할 수 있다.
- [0032] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제2저장조는 거대분자를 저장하는 저장조이며, 구체적으로 거대분자가 외부의 가열장치에 의해 용융된 액체 상태의 용융 거대분자를 저장하는 저장조이다. 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 제2저장조는 가열부 내에 포함되어 있다. 상기 제2저장조에는 용융 거대분자가 저장되어 있다가, 제1저장조로부터 이송된 액체금속이 제2저장조의 용융 거대분자를 밀어내어 제2저장조에 연결된 반응기로 용융 거대분자가 이송될 수 있다. 이때 이송되는 용융 거대분자의 유속은 상술한 고압펌프를 이용하여 조절할 수 있고, 상기 액체 금속과 용융 거대분자는 섞이거나 반응하지 않으며, 안정적으로 액체 금속이 용융 거대분자를 밀어낼 수 있다. 또한, 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 제2저장조는 상기 제1저장조보다 높은 위치에 배치될 수 있다.
- [0033] 상기 용융 거대분자의 유속은 0.05 내지 5.0 mL/min, 또는 0.1 내지 3.0 mL/min, 또는 0.1 내지 1.0 mL/min일 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.
- [0034] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 거대분자는 페플라스틱을 포함할 수 있고, 또는 파라핀 왁스를 포함할 수 있고, 또는 열가소성 플라스틱을 포함할 수 있다. 일 예로, 탄소수 10 내지 50개의 파라핀 왁스 또는 탄소수 15 내지 30개의 파라핀 왁스일 수 있고, 옥타데칸(Octadecane), 노나데칸(Nonadecane), 이코산(n-eicosane), 헨리코산(Henicosane), 및 도코산(Docosane)등에서 선택되는 어느 하나 이상의 파라핀 왁스를 포함할 수 있고, 또는 용융점이 250℃ 이하, 또는 100 내지 200℃인 열가소성 플라스틱을 포함할 수 있고, 또는 폴리에틸렌(PE), 폴리프로필렌(PP) 등을 포함하는 폴리올레핀계 고분자, 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET), 폴리염화비닐(PVC) 및 폴리스티렌(PS)로 이루어진 군에서 선택된 적어도 하나 이상을 포함하는 것일 수 있지만, 상온에서 고체상태인 거대분자, 즉 상온에서 고체인 탄화수소, 탄소수 10개 이상, 탄소수 15개 이상, 20개 이상, 또는 50개 이상의 탄화수소라면 특별히 제한되지 않고 사용될 수 있다. 상기 거대분자는 생활계 페플라스틱과 산업계 페플라스틱을 포함할 수 있다. 생활계 페플라스틱은 PE, PP이외의 PVC, PS, PET, PBT 등이 혼합된 플라스틱을 의미할 수 있다.
- [0035] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 반응기는 회분식 반응기(batch reactor)가 아닌 촉매 연구를 위한 수소화분해용 고압 연속식 반응기로, 간접식 용융 거대분자 주입구, 수소화분해 반응기 및 고압펌프를 포함하는 후면가스압력조절기에 의한 가압장치를 포함할 수 있다. 이를 통해 종래의 문제점을 해결하였으며, 상기 반응기는 이차반응 가능성을 현저히 낮추고 연속적인 거대분자의 수소화분해 반응이 가능하여 촉매 안정성 연구 결과에 대한 신뢰성이 담보될 수 있도록 해준다. 구체적으로 도 1에서 보는 바와 같이, 제2저장조로부터 이송되는 용융

거대분자 및 수소가스를 포함하는 반응원료 주입되는 주입구, 수소화분해 반응이 일어나는 반응기 내부 및 제3 저장조가 직렬로 연결된 것일 수 있고, 상기 반응기 내부의 압력을 조절하는 후면가스압력조절기는 상기 반응기 후단에서 반응기와 제3저장조 사이에 직렬로 연결될 수 있다. 또한, 상기 반응기 내부에는 촉매가 위치할 수 있고, 위치하는 방식은 통상적이거나 공지된 방법을 활용할 수 있다.

[0036] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제2저장조 및 반응기는 가열장치를 포함하는 가열부 내에 포함될 수 있다. 구체적으로 도 1의 heat zone 내에 포함되는 것인데, 이에 따라 제2저장조의 거대분자를 용융시켜 액체상태로 저장할 수 있고, 상기 액체 상태의 용융 거대분자를 반응기로 주입할 수 있다. 상기 가열부는 50℃ 이상, 100℃ 이상, 150℃ 이상, 또는 200℃ 이상의 온도로 가열할 수 있다.

[0037] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제2저장조와 반응기 사이에 수소가스 공급부가 구비된 것일 수 있다. 구체적으로 도 1에서 보는 바와 같이, 상기 수소가스 공급부는 반응기와 직렬로 연결되고, 제2저장조와 병렬로 연결될 수 있다. 또한, 상기 수소가스 공급부의 연결부는 상기 반응기와 제2저장조의 연결부와 서로 연결된 것이 일 수 있고, 이를 통해 반응기 내부에 상기 제2저장조의 용융 거대분자와 수소가스를 동시에 주입할 수 있다. 상기 수소가스 공급부는 고압 가스 실린더에서 모세관을 통해 반응기로 수소를 공급하는 것일 수 있고, 이때 유량은 10 내지 100 mL/min, 20 내지 50 mL/min을 만족할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.

[0038] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제1저장조는 제2저장조보다 위치가 낮은 것일 수 있다. 반응이 완료된 후, 도 2에서 보는 바와 같이, 제1저장조 상단의 T-port를 열어[1]open], 위치 차이를 이용하여 제2저장조에 있던 액체 금속을 다시 제1저장조로 이송[2]flow]하고, 동시에 제1저장조에 있던 실리콘 오일을 배출[3]drain]시킨 다음, 제2저장조에 거대분자를 재충전[4]recharge]해줄 수 있다.

[0039] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 제3저장조는 반응기로부터 반응이 완료된 반응생성물을 저장하는 저장조이다. 상기 저장조는 기체와 액체를 모두 저장할 수 있도록 밀봉된 상태일 수 있다. 상기 제3저장조 후단에 분석부가 위치하는 것일 수 있다. 상기 분석부는 기체를 분석하는 분석기기, 액체를 분석하는 분석기기를 모두 포함할 수 있다. 상기 분석기기는 통상적으로 사용되거나 공지된 분석기기가라면 크게 제한되지 않고 사용할 수 있고, 비제한적인 예로, 가스크로마토그래프(GC) 및 가스크로마토그래프-질량분석기(GC-MS)등을 사용할 수 있다.

[0040] 본 발명은 상기 수소화분해 반응용 연속식 장치를 이용한 거대분자부터 수소화분해 연속 반응 시스템을 제공할 수 있다.

[0041] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 수소화분해 연속 반응 시스템은 (A) 제2저장조에 거대분자를 충전하는 단계; (B) 고압펌프를 이용하여 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로 이송시키고, 동시에 제2저장조의 용융 거대분자를 반응기로 이송하는 단계; (C) 수소 가스 공급부로부터 수소 가스를 공급받아 수소화분해 반응을 수행하는 단계; (D) 생성물을 제3저장조로 이송하는 단계; 및 (E) 상기 생성물을 분석부에서 분석하는 단계를 포함할 수 있다.

[0042] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 (A) 제2저장조에 거대분자를 충전하는 단계는 거대분자를 충전하고, 가열장치를 이용하여 제2저장조를 포함하는 가열부를 가열함으로써 거대분자를 용융시키는 것일 수 있다.

[0043] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 수소화분해 반응에서 수소가스의 압력은 1 bar 이상, 10bar 이상, 30 bar 이상, 또는 10 내지 50 bar일 수 있다.

[0044] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 수소화분해 반응 온도는 400K 이상, 400K 내지 550K, 또는 420K 내지 500K일 수 있다.

[0045] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 수소화분해 반응에서 사용되는 촉매는 통상적이거나 공지된 수소화분해 반응용 촉매라면 크게 제한되지 않고 사용할 수 있다. 일 예로, Ni, Mo, Fe, Co, V, Cu, Ir, Pd, Ru, Rh, Pt, 및 Zn 등의 금속 촉매를 포함할 수 있고, 또는 상기 금속 촉매를 SiO₂, Al₂O₃ 또는 TiO₂ 함유 지지체와 함께 사용할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다. 바람직하게 Ru/TiO₂, Ru/SiO₂ 또는 Ru/SBA-15(Mesoporous Mater. 335 (2022), 111821 문헌 참고) 등을 사용할 수 있다.

[0046] 본 발명의 일 실시예에 따라, 상기 수소화분해 연속 반응 시스템은 (F) 액체금속을 다시 제1저장조로 이송하고 제2저장조에 거대분자를 재충전하는 단계를 더 수행할 수 있다.

[0047] 이하에서는, 구체적인 실험예들을 참조하여 본 개시의 실시예들에 대해 추가적으로 설명한다. 실험예에 포함된

실시에 및 비교예들은 본 개시를 예시하는 것일 뿐 첨부된 특허청구범위를 제한하는 것은 아니며, 본 개시의 범주 및 기술사상 범위 내에서 실시예에 대한 다양한 변경 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

[0048] [실시예 1]

[0049] 거대분자로, 상온에서 고체로 존재하는 파라핀왁스인 이코산(n-eicosane)을 준비하였다. 도 2에서 보는바와 같이, 제1저장조에 액체금속(68.5% Ga, 21.5% In, 10% Sn, Galinstan)을, 제2저장조에 상기 이코산을 충전한 뒤, 가열장치를 이용하여 가열시켜주었다. 충분히 상기 이코산이 용융된 다음, 고압펌프인 HPLC를 작동시켜 실리콘 오일 저장조의 실리콘 오일을 펌핑하여 제1저장조로, 제1저장조의 액체금속을 제2저장조로, 제2저장조의 용융된 이코산을 반응기로 이송하였다. 이때 상기 용융된 이코산이 반응기로 이동되는 유속은 0.2 내지 0.8 mL/min로 조절되었으며, 동시에 수소 가스 공급부는 고압 가스 실린더에서 0.05 mm ID모세관 (Valco Instruments)을 통해 32 mL/min의 유량으로 수소(UHP 등급, 99.999 %)를 주입해주었다. 또한, 반응기의 압력은 배압 레귤레이터(KBP 시리즈, Swagelok)로 제어하였다.

[0050] 다양한 조건에서의 수소화분해 반응을 연구하기 위해, 반응기 내부를 1 bar 또는 34.5 bar의 수소가스 압력조건과 433 K 또는 473K의 온도 조건으로 조절하였으며, 수소화분해 반응을 위한 촉매는 Ru/TiO₂, Ru/SiO₂ 또는 Ru/SBA-15의 지지체 담지된 금속 촉매를 사용하였다.

[0051] 도 2에서 보는 바와 같이, 촉매 반응성 연구를 위해, 상기 촉매는 펠릿 형태(직경 <3mm, 두께 <0.5mm)의 촉매를 길이 200mm, 내경(ID) 7.8mm인 스테인레스 스틸 관형 마이크로 반응기에 넣어주었다. 상기 이코산이 흐르는 동안 촉매의 변위를 방지하기 위해 두 개의 석영 울 플러그를 촉매의 각 끝에 배치했다. 반응기 내부 빈공간 줄이고 공급원료에 의해 촉매가 가열영역 밖으로 밀려나는 것을 방지하기 위해 스테인리스 스틸 튜브 내부에 불활성 막대(inert rod)도 삽입하였다.

[0052] 제2저장조의 이코산이 모두 소진될 때까지 반응을 연속적으로 진행하였으며, 반응이 완료된 생성물은 제3저장조로 이송되었다. 또한, 상기 제3저장조에 gas chromatograph (Model 310, SRI Instruments) equipped with an 80/100 Porapak Q column and a TCD detector 분석기기를 연결하여 제조된 기체 생성물을 분석하였다. 또한, GC-MS (Model QP-5000, Shimadzu) with a capillary column (HP-5, 19091J-433, Agilent Technologies, Inc.) 분석기기를 사용하여 액체 및 고체 생성물을 분석하였다. 이때 액체 및 고체 생성물은 톨루엔에 용해하여 GC-MS로 주사기를 통해 직접 주입하여 분석하였다.

[0053] [실시예 2]

[0054] 거대분자로 폴리에틸렌을 사용하였다는 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하였다.

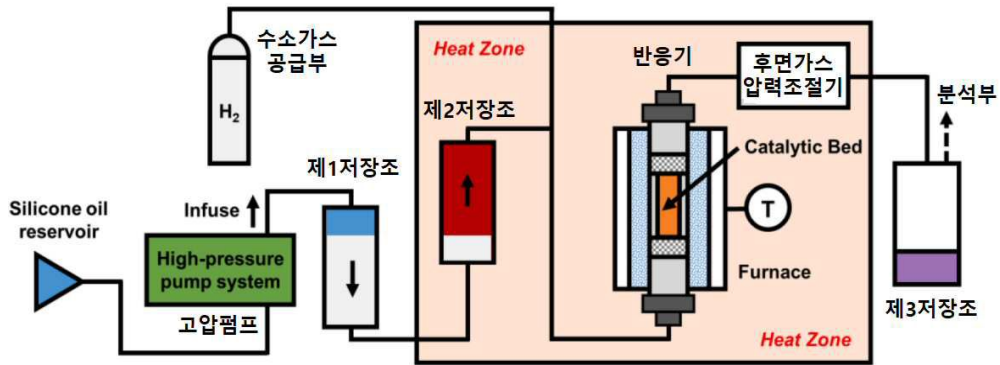
[0055] 상기 실시예 1 및 2에서 수소화 분해 반응용 장치를 이용하여 이코산과 폴리에틸렌을 안정적으로 수소화분해 반응하였으며, 이를 통해 상온에서 연속적으로 주입 불가능하였던 거대분자도 연속식 수소화분해 반응이 가능하여, 생성물의 균일성 및 촉매 안정성 결과에 대한 신뢰성이 담보될 수 있음을 확인하였다.

[0056] 이상과 같이 본 발명에서는 한정된 실시예에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

[0057] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2

