

## 회분식 반응 공정을 연속식으로 전환

공정집적화 (Process Intensification)의 대표적인 사례는 회분식 반응을 연속식 반응으로 바꾸는 것이다. 연속식 반응으로의 공정집적화를 성공시킨 여러 가지의 사례를 들어 보면 다음과 같다.

Laporte Performance Chemicals사는 glycidyl ether의 생산공정을 TNO에서 Helix reactor를 사용하여 공정집적화하였다.

Glycidyl ether는 알코올과 chloroalkylepoxyde를 촉매로 반응시켜 제조한다. 기존의 반응 방법은 회분식 반응기에 원료물질을 섞고 반응 시킨 후 중류하여 제품을 얻는다. 이 반응은 매우 심한 발열 반응이므로 급격한 온도의 상승을 억제하기 위하여 회분식 반응의 경우에는 두 원료 중 한가지를 과량으로 사용하거나 용매를 사용하며 두 번째 원료는 매우 천천히 투입 시켜야 한다. 그렇지 않으면 반응기의 급격한 온도 상승으로 그 온도를 제어하지 못하여 위험하게 된다. 그럼에도 불구하고 국부적으로 발생하는 높은 반응온도로 인하여 제품 대신에 부산물이 생산되어진다. 그러나 반응열의 제어가 뛰어난 연속식 반응 공정으로 전환한 경우 원료를 stoichiometric ratio로 빠르게 주입할 수 있음으로 미 반응된 원료 회수 비용을 없애며 생산성을 높일 수 있다. 또한 부산물의 생산이 크게 감소함으로 중류단계에서의 비용을 크게 절감할 수 있다. 이 회사의 경우는 Helix Reactor를 사용함으로 회분식 반응기를 사용할 때 보다 부산물이 15% 감소 되었으며 30%의 에너지 절감 효과를 보았다.

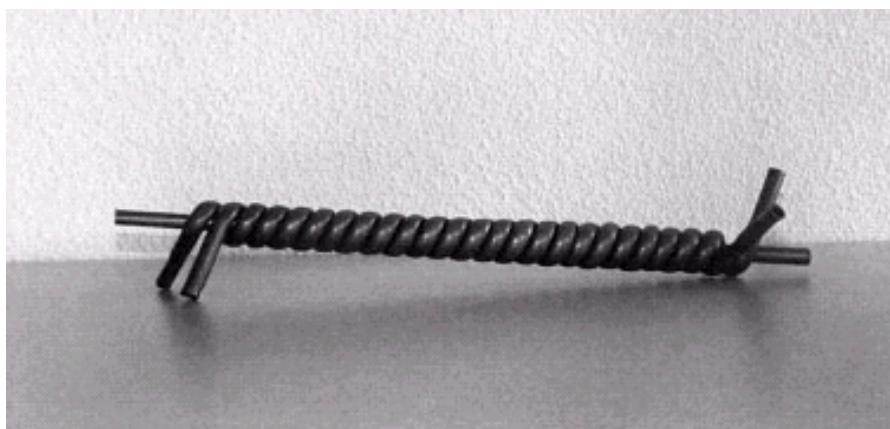


그림 1. Helix heat exchanger/reactor  
(tube길이 3m, 내경 5 mm, 실제coil길이 60 cm )

위의 사례와 유사한 반응으로 알코올과 에틸렌옥사이드의 반응으로 생성되는 ethylene glycol ethers의 경우에도 glycol ether의 chain length가 에틸렌옥사이드가 주입되는 부분에서 얼마나 완전히 혼합되는가 하는 mixing정도에 따라 결정된다. 주입되는 부분에서 에틸렌옥사이드의 농도가 국부적으로 높아지면 반응열에 의해 국부적으로 높은 온도가 형성되며 이로 인해 반응 속도가 빨라져 chain length 가 길어지는 결과를 초래한다. Loop reactor의 경우 feed와 product가 반응기와 열교환기를 계속 순환하는 형태로 구성되어있다. 이 경우에는 gas inductor nozzle을 장착하여 반응액이 이 노즐을 통과하면서 벤츄리 효과에 의해 재순환되고있는 액체와 원료가 순간적으로 섞여 반응이 일어나며 이 후 내부 열교환 장치를 통과한 후 다시 혼합노즐로 흐르게 된다.

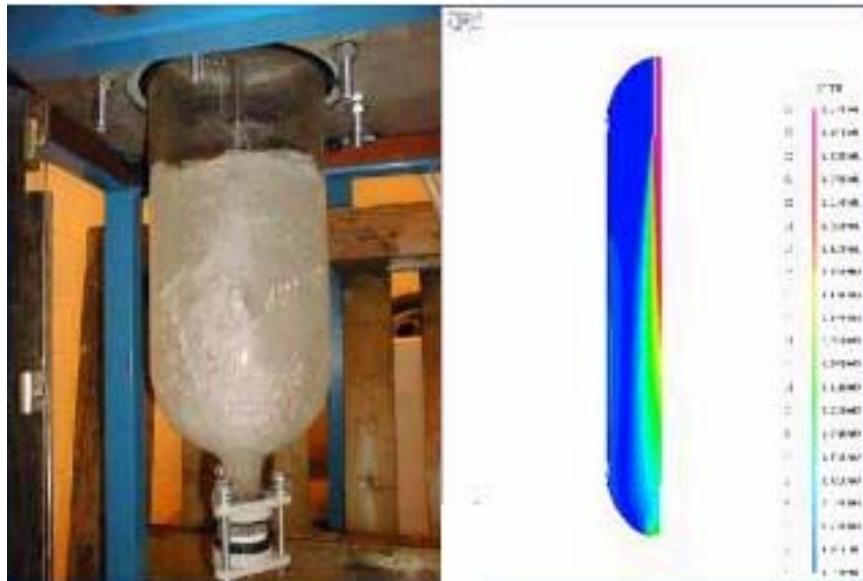


그림 2. KVAERNER Loop reactor

액-액 반응에 있어서 두 가지 액체가 섞이지 않는 경우의 반응에서는 반응 후 경사분리기 (decanter), 세척, 중화, 추출 등의 공정이 필요하다. 그러나 연속식 액-액 접촉기나 원심분리기를 사용할 경우 여러 단계의 공정을 한 단계로 줄임으로 회분식 반응기에서 찾아 볼 수 없는 장점들이 나타날 수 있다. 즉 공정단축으로 인한 생산성 향상은 물론이며 제품의 손실을 최소화 하며 용수 및 용매 사용, 가열을 위한 에너지 사용 등을 대폭 감소시킬 수 있다. 원심 분리기를 사용하므로 두 액체의 밀도 차이가 작은 경우 수시간이 걸리는 경사 분리공정을 매우 빠르게 분리시킬

수 있다.



그림 3. Great Lakes Chemical Corp. 의 brominated chemicals 제조를 연속공정으로 전환 (좌), Counter-current multiage centrifuge system (우)

원심력을 이용한 다른 예로는 Protensive사에서 개발한 spinning cone precipitator를 들 수 있다.  $\text{BaCl}_2$  와  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 를 혼합하여  $\text{BaSO}_4$ 의 침전물을 제조함에 있어서 그림 3과 같은 spinning cone을 사용하여  $\text{BaSO}_4$  의 나노입자를 연속 생산할 수 있다. spinning cone의 표면 위에서 과포화된  $\text{BaCl}_2$  와  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 가 반응시 원심력에 의하여 highly sheared films을 형성하며 이로 인하여 우수한 micromixing<sup>o]</sup> 이루어지며 이는 매우 높은 crystal nucleation rates를 유도하여 매우 균일한 크기의 입자로된  $\text{BaSO}_4$  나노입자가 제조 된다. 이 연속식 spinning cone precipitator에서 제조된 입자의 크기는 기존의 회분식 반응기에서 제조되는 나노 입자보다 10배 이상 작으며 (0.5 microns) 좁은 입도 분포를 가진다.

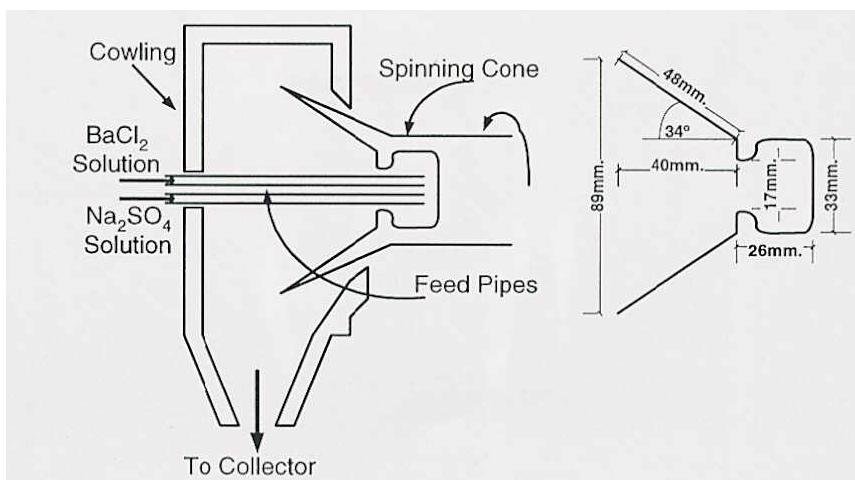
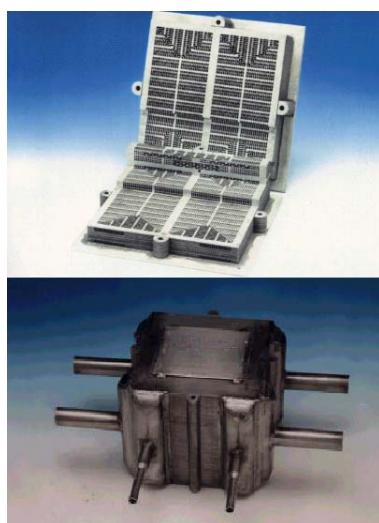


그림 4. Spinning cone precipitator

Chart Heat Exchangers사의 Marbond Hex Reactor는 그림 5 (1)에서와 같이 광화학적으로 식각 하여 제조한 판을 쌓아서 제작되었다. 이 반응기는 자켓이 달린 교반기나 static mixer보다 열전달 효과가 매우 우수함으로 발열이 심한 반응에 적용될 수 있다. 시험 적용이 성공적으로 이루어진 반응으로는 Azo dye 반응, Hydrolysis reaction (Walker scheme), ICI Acrylics' process등이 있다.



(1)



(2)

그림 5. (1) Marbond Hex Reactor tested by BHR Group ( $12.5 \text{ cm}^3$ )

(2) Conventional Heat exchanger

난연제의 생산에 있어서도 아래의 그림과 같이 관형의 static mixer를 연결하여 BHR Group에서 개발한 FlexReactor의 경우 500배의 장치 크기 감소 효과를 가져 왔으며 반응체류시간도 수시간에서 수분으로 단축시켰다. 또한 부산물의 생성이 획기적으로 감소 하였으며 안전성도 크게 증가 하였다. 여기서 반응기 크기의 감소는 생산성의 감소를 의미하지 않는다. 그 이유는 회분식 반응의 경우 반응기의 크기가 곧 생산성과 직결되지만 연속식 반응의 경우 반응기의 크기와는 관계 없이 반응물이 흐르는 속도에 의하여 생산성이 결정되므로 작은 부피의 반응기에서도 연간 수천 톤의 생산이 가능하다.

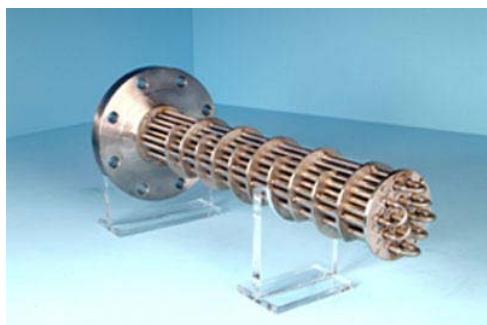


그림 6. FlexReactor : Flexible and re-configurable reactors