열교환기가 결합된 적층 형태의 마이크로 반응기 (I)

한국에너지기술연구원
이승재

열교환기와 반응기의 결합은 마이크로 구조에서의 우수한 열전달 능력으로 인하여 마이크로 구조의 촉매층에서의 촉매 effectiveness를 향상 시킬 수 있다.

FZK에서 개발한 먼저 개발된 마이크로 열교환기의 파생물로 마이크로 열교환기에 촉매 활성을 가지는 물질을 삽입하여 반응기로 사용할 수 있도록 만들었다. 직선 형태의 마이크로 채널들을 가지고 있는 판들을 서로 90°로 돌려가며 적층함으로써, 두 개로 나뉘어진 유로에서 cross-flow가 형성 되도 록하였다. 여기서는 두개의 유체 사이에 열교환이 일어나도록 하거나, 한쪽에는 반응 혼합물이 흐르도록 하고 다른 한쪽에는 가열/냉각 유체가 흐르도록 할 수 있다.

병렬 구조의 마이크로 채널을 제작하기 위해서는 금속판을 기계적으로 표면 가공 하였다. 금속판이 알루미늄 합금인 경우에는 ground-in mono-crystalline diamond가 사용되었으며, 철 합금인 경우에는 다이아몬드가 철 재질과 맞지 않아 세라믹이 사용되었다. 이같이 제작된 마이크로 구조 금속판의 적층물은 덮개판과 함께 확산식으로 접합되었으며, 입출구용 부품들은 전자빔 용접 (electron beam welding)으로 연결되었다.

최적화된 마이클 제작 기술과 보다 향상된 제품에서는 매우 얇은 금속판의 사용이 가능하여, 두께가 100 μm인 금속판에 80 μm의 깊이를 가지는 마이크로 채널을 형성하도록 할 수 있다. 이와 같이 두개의 유체를 분리하는 벽의 두께가 20 μm로 작아짐에 따라 counter-flow의 열교환기에 대한 열효율이 개선된다. 또한 벽의 두께가 얇아짐에 따라 전체 부피에 대한 전체 내부 반응 부피나 반응이 일어나는 내부 표면이 크게 증가하게 된다. 표면적의 경우 열전달과 반응면에 대해 1 cm^3의 부피당 300 cm^2가 되며, 사실 마이크로 열교환기에서는 기체와 액체 흐름에 대해 높은 열전달 계수를 제공한다.

한편, 반응기는 알루미늄 합금, 구리, 은, 티타늄, 스테인리스 스틸 등과 같이 다양한 재질로 제작된다. 적층하는 판의 개수, 각 판에서의 채널 크기, 유체 연결 방법 등 또한 다양하게 이용되고 있으며, 압력은 기체와 액체에 대해 수백 bar까지 적용되고 있다.

반응기가 확산식으로 접합됨에 따라 반응기 접합 후 적용할 수 있는 모든 형태의 촉매 담지법이 이용되고 있다. Wießmeier 등은 마이크로 구조의 반응기에 양극산화법 (anodic oxidation)을 적용하여 hydrogenation of cyclododecatriene에 사용하였다.

Wunsch 등은 알루미늄이나 알루미늄 합금 ($AlMg_3$)를 5 wt.%의 oxalic acid에서 3-4 시간 동안 양극 산화시킴으로써, 10-12 μm의 만족할만한 막 분포를 얻을 수 있었다. 여기에 Pt 촉매를 담지시켜, H_2/O_2 산화 반응에 적용하였다. Gorges 등은 anodic spark deposition (ASD)를 사용하였다. 이 방법은 양극 산화가 일어나는 금속에 다결정 세라믹 산화물 층이 형성되도록 하는 것으로 적용 가능한 재질로는 Ti, Al, Zr 표면으로 제한된다. 생성된 층의 일부를 녹여 40 μm의 두께를 가진 코팅층의 부착력을 향상시킬 수 있으며, 도핑 물질을 도입할 수도 있다. 세라믹 몸체에 Ti를 코팅함으로써, 비전도성 재질에서도 ASD를 적용할 수 있다. Födisch 등은 산업적 촉매 가루를 전기 영동 침전법으로 담지시켰다.

Hönicke 등은 FZK가 제작한 100 μm 두께의 구리판으로 이루어진 14mm × 14mm 크기의 cross-flow 열교환기를 이용하였다. 여기에 Cu_2O 촉매를 형성시켜 propylene의 부분 산화반응으로 acrolein을 생성하였다. 100 장의 각 판에는 80 μm의 수력학적 지름 (hydraulic diameter)을 가지는 마이크로 채널 80 개로 구성되었다. 활성을 가지는 물질은 구리 판을 산화시켜 얻었으며, 이때 생성된 산화물층의 두께는 수 μm였다. 반응은 350 ^oC에서 375 ^oC 사이에서 조사되었으며, 363 ^oC에서 acrolein의 선택도가 최소화 되는 것으로 나타났다. 반면, 최대 선택도는 350 oC에서 47 %로 나타났으며, 전환율은 5 %로 나타났다.

Hagendorf 등은 반응기를 H_2/O_2 반응을 폭발 영역에서 사용하였다. 촉매 지지체로 알루미나를 사용하기 위하여 in situ CVD가 사용되었으며, 활성 물질로 Pt를 in situ wet impregnation으로 담지하였다. 이때, 반응하는 쪽의 채널 크기는 100 μm × 200 μm이며, 질소를 이용한 냉각 쪽의 채널 크기는 70 μm × 100 μm이었다. 관련된 이전 연구에서는 1 cm^3 부피의 반응기를 사용하여, 220 ^oC 이하의 온도에서 완전한 전환이 이루어졌으며, 이때 생성된 150 W의 열에너지는 냉각 유체에 의해 제거되었다.

Janicke 등은 똑같은 반응을 이용하여, 자동차용 응용을 위한 촉매 버너 시스템에 대한 적용 가능 여부를 조사하였다. 여기서 140 μm × 200 μm 크기의 채널이 반응에 사용되었으며, 70 μm × 100 μm 크기의 채널은 냉각용으로 사용되었다. CVD로 생성된 알루미나에 Pt를 담지시켰다. 생성된 코팅층의 두께는 10 μm이었으며, Krypton 흡착에 의해 표면적이 0.17 m^2/g으로 낮게 나타났다. 한편, Pt 입자의 크기는 15 nm로 반응 후에도 변화가 관찰되지 않았다. Pt 담지량이 낮은 경우에는 반응기가 외부에서 80 ^oC로 가열되었을 때 완전한 전환이 이루어 졌으며, 생성된 전력은 72W였다. 생성된 열의 70 %는 손실이 일어났고, 유량이 1.6 dm^3/min일 때, 300 K의 온도 증가가 일어났다.

반응기가 제작된 후 촉매가 담지되면서 생기는 실험적 오차로 인해, 종종 반응기의 입출구에서 과열 지역이 형성되어 균일계 반응이 일어나기도 한다. Pt의 담지량이 높은 경우에 개시반응은 반응 온도가 실온에서 점차적으로 증가하는 유도 기간이 지난 다음에 일어난다. 온도는 냉각 기체 유량으로 쉽게 조절이 될 수 있으며,

이러한 유도 기간은 여러 차례의 실험 후에는 짧아지는 것으로 나타났다. 이는 초기 환원 상태의 Pt 표면에 활성이 높은 산화물이 얇게 형성되기 때문으로 보인다. Pt의 담지량이 높고 낮은 경우 모두 출구에서의 냉각 매체 온도가 반응 생성물의 온도보다 높게 나타났으며, 이는 국소적으로 과열 현상이 일어났기 때문으로 보인다. 냉각 매체로 냉각용 오일을 사용하였을 때는 cross-flow 형태의 열교환기에서 냉각 매체의 출구 온도가 207 °C인 반면 생성물 가스의 출구 온도는 70 °C로 나타났다. 이러한 현상은 에너지의 대부분이 공급되는 입구에서 오일로 전달되기 때문인 것으로 보인다. 또한 아직 가열되지 않은 냉각된 상태의 오일에 의해 생성물이 냉각될 수 있다.

Görke 등은 반응물을 위한 혼합기가 결합된 cross-flow 형태의 열교환기/반응기를 이용하여 수소의 촉매 산화 반응에 대해 연구하였다. 이 반응기는 빠르고 발열량이 높은 불균일계 반응에서의 반응 속도식을 결정하기 위한 측정 도구로 사용되었다. 반응기의 높이는 1.6 mm이며, 폭과 길이는 각각 14 mm이었다. 38개의 채널을 가지는 스테인리스 스틸판 16장을 적층하여 구성되었으며, 채널의 폭과 두께는 각각 200 μm와 70 μm이었다. 12개의 금속판은 반응기를 냉각시키기 위해 사용되었으며, 4개의 금속판이 반응에 이용되었다. 사용된 Pt 촉매는 스테인리스 스틸판에 직접 담지되었다. 35-75 °C의 온도 범위에서 $1.6 \times 10^{-3} - 11.0 \times 10^{-3}$ mol/dm^3 수소와 $1.7 \times 10^{-3} - 7.3 \times 10^{-3}$ mol/dm^3 산소가 반응할 때 얻어진 324 개의 측정 데이터를 이용하여, Langmuir-Hinshelwood 모델을 기반으로 하는 속도 반응식을 완성하였다. 기상으로부터 세공이 없는 촉매로 물질 전달 제한이 없다는 것으로 증명하기 위하여 Mears criterion이 사용되었다. Anderson criterion을 이용하여 경계층에서의 열전달 제한이 없는 것으로 나타났다. 계산된 Nu number는 5.7 정도로 나타났다. 냉각 유량이 7.5 dm^3/min일 때, 반응으로 생성된 30 W의 에너지에서 물의 온도는 1.8 K의 증가를 보였다. 전체 열전달 계수는 15 kW/(m^{2}K)로 계산되었다. 가스 출구 온도에서의 증가가 관찰되지 않음에 따라 열이 완전히 제거된 것으로 보인다. 속도론적 실험을 통해 활성화 에너지는 17.3 kJ/mol로 나타났으며, 산소의 흡착 엔탈피는 252 kJ/mol로 나타났다. Frequency factor가 1.16×10^9 mol/(dm^3 s)로 반응 속도가 매우 빠른 것으로 나타났다.

Rebrov 등은 백금을 촉매로 암모니아를 N_2O로 산화시키기 위해 cross-flow 형태의 열교환기/반응기를 이용하였다. 이 반응은 낮은 온도, 짧은 체류시간, 빠른 반응 속도에서 높은 발열량을 가지는 반응이다. 여기서 생산된 아산화질소는 메탄을 메탄올로 선택적 산화시키거나 벤젠을 페놀로 선택적 산화시키는 데 사용된다. 반응 온도의 조절이 잘못되면, 생성물의 선택도를 떨어뜨리게 된다. 이때 허용되는 최대 온도는 325 °C이다. 산업적으로는 N_2O가 ammonium nitrate의 분해 반응이나 생화학적으로 생산되고 있다. 그러므로 마이크로 구조의 반응기를 사용함으로써 공정의 성능을 개선할 수 있는 가능성이 있다. 또한 보다 높은 온도에서는 물질 전달 제한이 존재할 것으로 예측된다. 속도론적 연구에 마이크로 반응기를 사용함으로써 속도론

적으로 제어되는 온도 범위를 보다 높은 쪽으로 확장시킬 수 있을 것으로 보인다. 사용된 반응기는 Ni housing을 가지며, 이는 430 ºC의 온도까지 견딜 수 있다. Housing은 두 개의 영역으로 나뉘어, 공급되는 반응물을 예열하고 반응이 일어나는 가열 영역과 생성물의 온도를 -20 ºC로 급냉시키는 냉각 영역이 있다. 이러한 영역들은 세라믹 층으로 분리되어 있다. 연구 범위 내에서 네개의 반응기 형태가 조사되었다. 첫번째 것은 4.34 mm의 폭과 0.3 mm의 두께를 가지는 알루미늄판 20개를 적층하여 만든 평판 형식의 반응기이다. 채널은 7 mm 길이에, 500 μm 폭과 380 μm의 깊이를 가진다. 평판은 양극 산화 처리하여 알루미나 층을 형성하였으며, 이때 생성된 알루미나 층의 두께는 약 20 μm였다. 선택도가 높은 것으로 알려진 여러 금속들과 비교하여 turn-over-frequency (TOF)가 높은 것으로 알려진 백금이 촉매로 사용되었다. 담지된 촉매는 실험 전에 400 ºC에서 1시간 동안 환원 처리하였다. 두번째 형태의 반응기는 기존의 가공을 통해 만들어진 10 mm × 10 mm × 9 mm 크기의 Pt monolith이다. 49개의 채널들은 500 μm의 지름과 9 mm의 길이로 이루어져 있다. 세번째 반응기는 9 mm 길이의 평판 14개로 구성되어 있으며, 각 판에는 140 μm 깊이와 280 μm폭을 가지는 7개의 채널들이 형성되어 있다. 네번째 반응기는 열교환기 형태의 반응기로 하나의 평판에 냉각용 채널과 반응용 채널의 반원 형태를 가지고 있다. 이 평판들은 알루미늄으로 제작되었으며, 두께는 270 μm이다. 반응 채널의 지름은 확산 제한을 피하기 위해 145 μm이었으며, 냉각용 채널은 폭이 300 μm이었다. 20개의 반응용 채널이 각각의 평판에 가공되었다. 실험을 위해, 체류 시간이 0.33 ms로 가정되었을 때, 반응용 채널에서의 유속은 20 m/s 이었으며, 이때 Reynolds number (Re)는 220으로 층류에 해당하였다. 한편 압력 강하는 3.5 %이다. 공급되는 반응물의 조성은 6 vol.% NH_3, 88 vol.% O_2, 6 vol.% He으로 이루어져 있다. 촉매로서 좋은 성능을 가지기 위해서는 최소한 5개의 원자로 이루어진 클러스터들이 존재해야 할 것으로 간주된다. 클러스터의 크기가 2.3 nm일 때, TOF는 40 s^{-1}로 관찰되었다. 가장 좋은 성능은 세번째 반응기에서 얻어졌으며, 이러한 결과는 반응기 내의 열이 효과적으로 제거되었기 때문으로 보인다. 첫번째 반응기의 경우에는 암모니아의 농도가 12 vol.%를 초과하였을 때 열전달이 좋지 않아 알루미늄 평판이 녹는 현상이 일어났다. 일반적으로 공급되는 암모니아의 농도가 10 vol.%를 초과하였을 때 열 제거가 필요하였다. 세번째 반응기에서는 14 vol.%의 암모니아를 325 ºC의 온도에서 공급하였다. 공급되는 반응물에 90 vol.%를 넘는 산소를 공급하였을 때 얻어진 N_2O에 대한 선택도가 화학양론적으로 산소를 공급하였을 때보다 두배 정도 높게 나타났다. Damköhler number를 계산하여 보면, 325 ºC 이상의 온도에서는 반응 시스템에 대한 물질 전달 제한이 고려되어야 한다. 유동 분포와 온도 편차에 대해 각각의 채널 크기와 입출구 크기를 최적화하기 위하여 수치 해석을 실행하였다. 이를 위해 채널에서의 체류 시간을 동일하게 하였다. 계산 결과, 두 채널 사이에서의 9 ºC 온도 차이는 전환율에서 20 %의 차이를 나타내었다. 실험 결과와 계산 결과를 살펴보면, 세번

째 반응기를 이용하여, 52 %의 N_2O 선택도를 얻을 수 있을 것으로 예상되었다. 최적화된 반응기에서의 공급 조성으로는 175 ºC의 입구온도와 20 ºC의 냉각 가스 온도에서 20 vol.%의 암모니아를 산소와 혼합이 제안되었다.

Rebrov 등은 저온에서의 암모니아 산화에 대한 속도식 모델을 개발하였다. 세번째 반응기를 이용한 속도론적 측정을 이용하였으며, 이때 사용된 촉매는 3.5 wt.%의 Pt 촉매로 분산도는 40 %이고, 입자 크기는 2.3 nm이었다. 정상 상태의 데이터는 6 vol.%의 암모니아가 산소와 함께 공급된 분위기에서 12 시간동안의 전처리를 통해 얻어졌다. 그 후, 0.3 - 0.82 ms의 체류 시간에서 암모니아의 농도를 2 - 12 vol.%로 변화시켰다. 속도식의 모델화를 위해서는 O_2, OH, H_2O의 흡착점과 NH_3와 NH_2의 single-on-top 흡착점, NH와 N의 single bridge 흡착점이 존재하는 메커니즘을 이용하였다. 여기서 후자의 두 흡착점은 구분되어 사용되지 않았다. 암모니아 흡착은 분자형태의 암모니아가 붙잡혀 빈 흡착점으로 확산되어 가는 것으로 가정되었다. 문헌에 따르면, 암모니아의 흡착은 비활성화된 분자들이 질소 원자를 통해 결합을 이루어 일어나는 것으로 가정되고 있다. 흡착된 산소는 고정화된 화학종으로 간주되어, 산소 농도가 단층 (monolayer)으로 제한된다. 여기서 속도론적 데이터의 부족으로 분자형태의 산소가 화학 흡착되는 것은 포함되지 않았다. 19개의 반응으로 이루어진 속도론적 모델을 하나의 모델로 묶어, 산소 표면 흡착점에 대해 일차인 비가역적 반응으로 고려되었다. 마이크로 채널 반응기에 속도식 모델를 적용하였다.먼저 단일 채널의 plug-flow 모델을 적용하여, 103회의 실험으로 얻어진 데이터의 호귀분석을 통해 속도식 매개 변수들을 결정하였다. 정성적으로 계산된 값들은 실험치와 잘 일치하였으며, N_2O의 선택도를 높이기 위해서는 산소의 부분 압력을 높여야 하는 것으로 나타났다. 330 ºC의 온도에서 암모니아의 부분 압력을 0.066 bar로 하고 산소의 부분 압력을 0.88 bar로 하였을 때 최대값의 선택도를 얻을 수 있었다. 413 K 온도에서 모델로부터 예측된 TOF 값은 문헌에서 찾아진 값과 잘 일치 하였다. 873 – 923 ºC에서 암모니아의 완전한 전화율에서 TOF는 60 s^{-1}의 값이 얻어졌다. 그러나 이 들 조건에서 물질 전달 제한이 존재하는 것으로 나타났다. 13 단계로 묶여진 반응 모델을 기반으로 한 계산으로부터 129.6 kJ/mol의 활성화 에너지를 얻었다. Plug-flow 모델을 이용하여 예측된 암모니아의 전환율과 아산화질소의 선택도는 573 K 이상의 온도에서 실험을 통해 얻어진 값들을 초과하는 것으로 나타났다. 이러한 결과는 공급되는 반응물이 실험하는 동안 예열되지 않은 점이 일부 영향을 미쳤을 것으로 보인다. Navier-Stokes 모델을 사용함으로써 실험 결과의 예측을 개선할 수 있었다. 상세한 계산 결과, 1 ms 미만의 낮은 체류 시간에서 공급된 반응물의 예열 없이도 6 mm 길이를 지난 후 열적 평형이 이루어지는 것으로 나타났다.

더욱이 Rebrov 등은 cross-flow 열교환기/반응기에서의 불균일한 유동 분포를 최적화 하였다. 여기에서는 암모니아 산화반응의 속도론적 측정을 위해 동일한 온도 분포를 얻기 위해 알루미늄으로 제작된 반응기가 사용되었다. 15-20 vol.%의 입구 농

도에서 발열량이 많은 반응을 실행하였으며, 이는 단열 상태에서 온도를 1800 ºC 상승시키는 것에 해당하고 아산화질소의 선택도를 높일 수 있게 된다. 조사된 원통형 채널의 지름은 145 μm이며 길이는 6.5 mm이었다. 온도는 300 ºC로 유지되었으며, 체류 시간은 0.33 ms 미만으로 유지되었다. 각각의 마이크로 구조의 평판들은 화학반응을 위한 20개의 반 원통형 채널로 구성되어 있으며, 이들의 반대 부분이 서로 결합되어 하나의 원통형 채널을 이루도록 되어있다. 촉매를 담지시킨 알루미나 층의 두께는 8 μm이었으며, 촉매 담지량은 7.5×10^{-3} mol Pt/m^2 이었다. 암모니아의 부분압력이 0.05 – 0.2 bar의 범위 내에서 농도가 암모니아 농도에 대해 0.02의 반응 차수가 적용되었으며, 보다 낮은 부분 압력에서는 1의 반응 차수가 사용되었다. 산소의 반응 차수는 실험에 사용된 전체 부분 압력에 대해 -0.06으로 맞춰졌다. 310 – 340 oC의 온도 범위에서 다음의 속도식이 적용되었다.

$$r_{NH_3} = \frac{k_1 k_2 p_{NH_3}}{(1 + k_1 p_{NH_3}) p_{O_2}^{0.06}}$$

9개의 냉각 채널이 질소에 의한 열 제거를 위해 사용되었다. 반응과 냉각 채널 사이의 거리를 125 – 670 μm에서 조절하여 네 개의 다른 반응기를 제작하여 사용하였다. 여기서 공급되는 반응물의 예열 온도는 175 ºC로 가정되었다. 일반적으로 평판 두께를 감소시키면 축방향의 열전달이 증가하고, 온도 구배가 감소하였다. 또한 반응기의 크기도 증가하였다. 한다. 또한 20 ºC의 온도 구배는 냉각 채널을 6개에서 9개를 사용하여 35 % 더 냉각 매체를 흘려 보냄으로써 3 ºC정도로 줄일 수 있었다. 반응과 냉각 채널의 사이가 470 – 670 μm 범위에서 조절되었을 때는 온도 분포에 있어서 차이를 보이지 않았다. 다음으로 입구와 출구 챔버의 형태를 최적화하였다. 지름이 1 mm인 입구와 출구에 대한 최적의 비대칭 위치가 결정되었다. 챔버의 벽과 반응기 채널 앞 쪽과의 각도를 0 – 10 º로 변화시켰을 때 유동 패턴이 크게 영향을 받지 않는 것으로 나타났으며, 따라서 5 º 정도로 맞춰 졌다. 마지막으로 챔버의 벽과 반응 채널 앞 쪽과의 거리는 300 μm로 최적화 되었다. 거리를 300 μm에서 610 μm로 변화 시켰을 때 유속 분포의 변화는 6 % 정도이었다. 이러한 결과에 기초하여 알루미늄으로 반응기가 제작되었다. 145 μm의 폭과 155 μm의 거리를 가지는 20개의 반응 채널과 반대 면에 300 μm의 폭과 300 μm의 거리를 가지는 9개의 냉각 채널로 이루어진 8개의 평판들로 반응기를 구성하였다. 각 평판들을 양극 산화 처리하여 8 μm 두께의 알루미나를 형성하였다. 여기에 반응 채널에 Pt 용액을 순환시켜 촉매를 담지 시켰다. 촉매는 6시간 동안 450 ºC, 순산소 분위기에서 산화시킨 다음, 10 vol.%의 수소를 이용하여 450 ºC에서 환원시켰다. 전체 공급 유량은 2 dm^3/min 이었으며, O_2/NH_3 비는 5.7이었다. 이때, 아산화질소의 선택도는 40 %에 달하였다.

냉각 매체의 유량은 5.4 dm^3/min이었으며, 생성물의 출구 온도는 325 ºC로 나타났다. 이같이 최적화된 반응기에서의 결과들은 열교환기가 없이 알루미늄으로 제작된 마이크로 반응기와 비교되었다. 이 반응기에서는 6.6 vol.%의 암모니아를 산소와 공급하여 완전히 전화되었을 때, 축방향으로 14 ºC의 온도 구배가 존재하였다.

Brandner 등은 온도 싸이클링 실험을 위해 가열용 반응기와 냉각용 반응기 모두가 개발하였다. 가열은 전기적으로 이루어졌으며, 6.3 W의 전력을 낼 수 있도록 몸체에 영구적으로 부착되었다. 반면 냉각은 냉각용 유체를 이용하여 주기적으로 이루어졌다. 6개의 평판에는 22.5 mm 길이와 폭 350 μm, 깊이 150 μm를 가지는 81개의 채널을 형성하여 반응기의 냉각 유로로 사용하였다. 반면 네개의 반응용 평판에는 폭 380 μm, 깊이 150 μm, 길이 710 mm의 구부러진 세개의 채널이 형성되었다. 반응기 전체의 무게는 117 g으로 작았으며, 확산식 접합법과 전자빔 용접으로 반응기를 봉합하였다. 냉각용 물은 15 – 45 dm^3/min의 유속으로 공급되었으며 압력 강하는 10 bar 정도로 나타났다. 가열되는 동안 반응기내 들어있는 액체의 양을 최소화하기 위해, 12 bar의 공기를 이용하여 냉각 매체를 제거하였다. 450 W의 가열용 전력에서 15 kg/h의 물이 사용되었을 때, 반응기의 온도는 30 s 안에 70 ºC에서 250 ºC로 증가하였다. 그러나 100 cm^3/min의 질소 온도는 같은 시간 동안 60 ºC에서 140 ºC로 증가하였다. 가열용 전력을 1700 W로 증가시키면, 반응기 중심부에서의 온도는 120 ºC에서 225 ºC로 증가하지만, 질소의 온도는 큰 변화가 없었다. 후에 동일 저자들은 반응기를 개선하여 가열 블록을 세개로 나누어 따로 제어하도록 하였다. 이 반응기를 이용하면, 100 ºC의 온도 차에서의 반 주기 시간이 0.5 s에 이를 것으로 예상되었다.