

396063

告 本

申請日期	88-3-22
案 號	88104461
類 別	B.9 B ³ / ₀

A4

C4

396063

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 新型名稱	中 文	自有機污泥回收磷之方法
	英 文	METHOD FOR RECOVERING PHOSPHORUS FROM ORGANIC SLUDGE
二、發明 創作人	姓 名	(1) 中 原 啟 介 (2) 星 野 寧 (3) 松 井 聰 (4) 品 川 拓 也
	國 籍	日 本
三、申請人	住、居所	(1) 日本國東京都千代田區丸の内1丁目1番2號 日本鋼管株式會社內 (2) (3) (4) 同 (1)
	姓 名 (名稱)	日本鋼管股份有限公司 (日本鋼管株式會社)
三、申請人	國 籍	日 本
	住、居所 (事務所)	日本國東京都千代田區丸の内1丁目1番2號
三、申請人	代 表 人 姓 名	下 垣 內 洋 一

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

日本國(地區) 申請專利，申請日期：1998-5-18 案號：10-134891，☒有 ☐無主張優先權
1998-6-24 10-176493

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

【發明之背景】

1. 發明之領域

本發明係關於從污水處理場、糞尿處理場等所產生之有機污泥(有機性污泥)回收磷之方法者。

2. 關聯技術之說明

由污水處理場、糞尿處理場等產生之有機污泥係經過脫水、焚燒後，幾乎全部以焚燒灰被投棄於最後處分場。但由於在最後處分場之確保上逐年增加困難，而盼望焚燒灰之有效利用。

表1展示平常之有機污泥焚燒灰之組成(氧化物換算值，以下皆同)。焚燒灰含有如此大量之磷，此係被含在污泥內之磷因焚燒濃縮，而殘留下去所致。焚燒灰之磷含量乃依污泥沉澱時所添加之凝集劑之種類而不同，添加有高分子凝集劑之高分子系污泥焚燒灰所含之磷量比添加有石灰之石灰系污泥焚燒灰所含者為多。再者，在污水經過脫磷處理之際所產生之污泥之焚燒灰中，如表2所示，含有更多之磷，有時其含量可與低品位之磷礦石相匹敵。

表1

(wt%)

	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂
高分子系污泥焚燒灰	13.0	8.2	9.6	14.8	40.7
石灰系污泥焚燒灰	4.9	40.1	15.7	8.1	22.3

表2

(wt%)

	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂
高分子系污泥焚燒灰	21.9	10.1	3.1	12.2	32.3

由於如此含有大量之磷之焚燒灰係在其有效利用之觀點

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

上不合適，迄今有各種從有機污泥之焚燒灰回收磷之方法被倡議。例如，在日本專利特開平7-251141號公報(JP 7251141 A)及特開平9-77506號公報(JP 9077506 A)揭示有一種利用酸分解-溶媒萃取法之磷回收法。此一方法為，將酸加入焚燒灰，藉此成為泥漿物，使焚燒灰中之磷化合物分解，以使磷變為水溶性磷酸，予以固液分離，而用有機溶媒萃取溶液中之磷酸之方法。再者，在日本專利特開平9-145038號公報(JP 9145038 A)揭示有一種利用熔融法之磷回收法。此一方法為將碳源加入焚燒灰而予以加熱熔融以使焚燒灰中之磷化合物還原之同時使磷氣化而予以回收之方法。

然而，特開平7-251141號公報或特開平9-77506號公報所載述之方法有必需組合酸分解、溶媒萃取等之操作而必須施行非常煩雜之處理之問題。又由於在焚燒灰之酸分解，固液分離之際或其他情況會產生大量之殘渣而發生其處分上之問題。另一方面，特開平9-145038號公報所載述之方法由於必需將焚燒灰加熱至1400℃以上之很高之溫度以使熔融，不僅有消耗大量能量之問題，亦有提高加熱爐之維護成本之問題。

【發明之概要】

本發明之目的在於提供一種從有機污泥回收磷之方法，其不需要酸分解、溶媒萃取等之煩雜處理或熔融所需要之高溫處理者。

上述目的可由具有下述步驟而成之從有機污泥回收磷之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(3)

方法來達成：從有機污泥製造焚燒灰之步驟；使此焚燒灰與碳源混合之步驟；將混合有碳源之焚燒灰在非氧化性氣氛中加熱至較佳之 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度以使焚燒灰中之磷化合物之磷脫離該焚燒灰而氣化之步驟；以及使氣化之磷與水接觸而凝縮後予以回收之步驟。此時，亦可以使氣化之磷氧化而成為五氧化二磷，使此五氧化二磷與水接觸，而以磷酸之形式予以回收。

再者，亦可以依照由具有下述步驟而成之方法從有機污泥回收磷：將有機污泥脫水，乾燥後在較佳之 $400\sim 700^{\circ}\text{C}$ 之溫度下使有機污泥中之有機物經過碳化處理之步驟；將上述有機物之碳化處理後之有機污泥在非氧化性氣氛中加熱至較佳之 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度以使有機污泥中之磷化合物之磷脫離該有機污泥而氣化之步驟；以及使氣化之磷與水接觸而凝縮後予以回收之步驟。與上述從焚燒灰回收磷之場合一樣，使氣化之磷氧化而成為五氧化二磷，使此五氧化二磷與水接觸，而以磷酸之形式予以回收亦可。

【圖式之簡單說明】

圖1為展示焚燒灰中之 P_2O_5 含量與加熱溫度之關係之圖。

圖2為以示意式展示本發明方法之實施形態之一例之圖。

圖3為以示意式展示本發明方法之實施形態之第二之例之圖。

圖4為以示意式展示本發明方法之實施形態之第三之例之圖。

圖5為以示意式展示本發明方法之實施形態之第四之例

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(4)

之圖。

【元件編號之說明】

- 10 混合機
- 11 造粒機
- 12 密閉型加熱爐
- 13 密閉型加熱爐
- 20 除塵器
- 21 燃燒室
- 22 凝縮器
- 23 黃磷儲槽
- 30 吸收塔
- 31 磷酸儲槽
- 32 霧捕集器
- 33 氣體洗滌塔

【發明之細節說明】

吾人為了可在不需要酸分解、溶媒萃取等之煩雜處理或熔融所需要之高溫處理之下從有機污泥回收磷，做過下述研究。

使具有表3所示之組成之焚燒灰與充當碳源之石墨粉末混合，而在氮氣流通之管狀電爐即在非氧化性氣氛中在700~1250℃溫度下加熱30分鐘。然後，測定其加熱後之焚燒灰之磷含量(換算為 P_2O_5)。

表3

	(wt%)				
	P_2O_5	CaO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SiO_2
焚燒灰	14.4	5.02	2.06	23.5	41.6

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

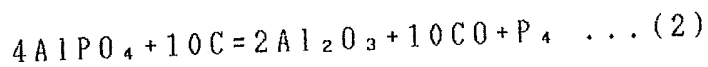
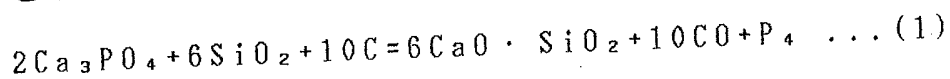
線

五、發明說明(5)

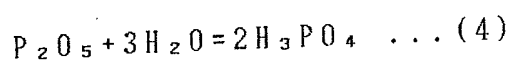
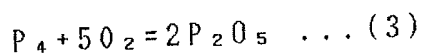
在圖1中展示焚燒灰中之 P_2O_5 含量與加熱溫度之關係。

由此可知，在加熱溫度達到約 $900^{\circ}C$ 以上時，隨著溫度上升，焚燒灰中之 P_2O_5 含量開始減少，即有機污泥中之磷化合物之磷開始脫離該有機污泥而氣化，在達到 $1000^{\circ}C$ 以上時， P_2O_5 含量則減少至10%以下，變為有用之 P_2O_5 含量，可有效利用焚燒灰以作為水泥原料者。在加熱溫度超過 $1250^{\circ}C$ 以上時，焚燒灰則大量熔融而附著於爐壁上，造成其爐之維護成本之升高，因此不佳。再者，為了安定抑制焚燒灰之 P_2O_5 含量為較低含量，更佳的是，在 $1100\sim 1250^{\circ}C$ 之溫度下施行加熱。

焚燒灰中之磷可能以磷酸鈣、磷酸鋁等之化合物之形式存在於其內。此等磷化合物在碳源之存在下被加熱時，可能進行下式(1)或(2)之反應：



由於由上述反應產生之磷即 P_4 以氣狀排出，使此氣狀 P_4 與水接觸而予以冷卻， P_4 則凝縮而成為黃磷。再者，亦可以改變方式，將氣狀 P_4 藉空氣等予以氧化時，則由於下式(3)之反應而產生五氧化二磷，使之與水接觸以進行下式(4)之反應而成為磷酸：



若未處於如式(1)所示之 SiO_2 共存之狀態下，僅添加碳

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

源時，磷酸鈣則不會被還原。通常如表1或表2所示，含有某種程度之量之 SiO_2 ，但在含有大量 CaO 之石灰系污泥焚燒灰之場合，最好能添加砂石、煤灰等之含有大量 SiO_2 之物質。

為與焚燒灰混合之碳源，除了上述石墨之外，亦可採用煤焦，用過之活性碳(廢活性碳)等。

為焚燒灰加熱用之爐，主要可遮斷空氣流通而不形成氧化性氣氛之爐，則為分批式或連續式均可。為連續式之加熱爐，例如可使用外熱式窯爐。

另將有機污泥脫水，乾燥後，使有機污泥中之有機物或使以黏合劑之形式加入污泥中之有機物如聚乙醇等經過碳化處理，然後在非氧化性氣氛中施行加熱時，亦可以得到與上述使焚燒灰與碳源混合後在非氧化性氣氛中施行加熱之場合相同之效果。此時，碳化處理係在非氧化性氣氛中施行者，但若在低於 400°C 之溫度下施行，有機物之碳化則不會充分進展，因此最好能在 400°C 以上之溫度下施行碳化處理。再者，若在超過 700°C 之溫度下施行碳化處理，能量成本則會顯著增加，因此最好能在 700°C 以下之溫度下施行碳化處理。

如上所述之從有機污泥回收磷之本發明方法在工業上係如下所述施行者。

在圖2中以示意式展示本發明方法之實施形態之一例。

利用混合機10使有機污泥焚燒時所產生之焚燒灰與碳源(如煤焦、石墨、廢活性碳等)粉末混合，將此混合物輸送

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(7)

至造粒機11，對此添加黏合劑及水以製成粒狀物。使此粒狀物乾燥後，予以裝入一保持爐內不形成氧化性氣氛之密閉型加熱爐12例如外熱式窯爐，而在1000~1250℃之溫度下加熱。由於此項加熱，焚燒灰中之磷化合物被還原，而發生磷之氣化。另從加熱爐12排出其除磷後之焚燒灰。

氣化之磷與廢氣一起從密閉型加熱爐12排出，而被輸送至一以氣狀磷不致凝縮之方式保持300℃以上之溫度之除塵器20，在此除去灰塵。在除塵器20除去灰塵後之氣狀磷被輸送至凝縮器22。在凝縮器22藉水噴霧使氣狀磷凝縮。凝縮之磷變為融化狀態之黃磷而與水霧一起落下，然後被回收於黃磷儲槽23內。除磷後之廢氣由於含有CO等之可燃氣體而被用作燃料。

在圖3中以示意式展示本發明方法之實施形態之第二之例。

從焚燒灰至磷之氣化為止，與圖2之場合一樣施行。在除塵器20除去灰塵後之氣狀磷被輸送至燃燒室21。在燃燒室21藉所導入之空氣使廢氣中之CO氣體燃燒之同時，依照上述式(3)之反應使氣狀磷氧化而成為五氧化二磷。由於此反應熱非常大，在大量處理氣狀磷之場合，有必要在冷卻廢氣之下施行處理。含有五氧化二磷之廢氣被輸送至吸收塔30。在吸收塔30有循環中之稀磷酸溶液處於噴霧狀態，依照上述式(4)之反應，五氧化二磷被吸收於稀磷酸溶液之水中而成為磷酸。再者，另有五氧化二磷反應用之水補給於吸收塔30，以維持塔內之磷酸溶液之濃度為所指定

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

之數值。再者，與生成量相當之量之磷酸溶液被抽出，而被儲存於磷酸儲槽31內。從吸收塔30排出之廢氣在霧捕集器32被除去磷酸霧後，在氣體洗滌塔33藉水霧淨化而被放出〈散開〉於大氣中。

在圖4中以示意式展示本發明方法之實施形態之第三之例。

將有機污泥脫水，乾燥後，使之粉末化，而對此添加石油焦、聚乙炔醇溶液等之黏合劑，在混合機10混合，而將此混合物輸送至造粒機11以使粒化。將此粒狀物裝入第一之密閉型加熱爐13例如外熱式窯爐，而在400~700℃之溫度下加熱。由於此項加熱，污泥中之有機物被碳化而得到含有大量碳之碳化污泥。從加熱爐13排出之氣體為含有氫氣、碳化氫類等之可燃氣體，因此可利用以作為加熱爐13之燃料等。

其次，將上述之碳化污泥裝入第二之密閉型加熱爐12例如外熱式窯爐，而在1000~1250℃之溫度下加熱。由於此項加熱，碳化污泥中之磷化合物被還原之同時，發生磷之氣化。再者，從密閉型加熱爐12排出其除磷後之焚燒灰。

以後之步驟與圖2之場合相同。

在圖5中以示意式展示本發明方法之實施形態之第四之例。

此例與圖4一樣使磷氣化，然後以與圖3相同之方式將氣化之磷以磷酸之形式予以回收。

實施例1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

使一具有表4所示之組成之下水道(污水)污泥焚燒灰100g與石墨粉末10g混合，而予以裝入一保持1150℃之管狀電爐，在氮氣流通之下加熱30分鐘。使該電爐排出之廢氣通過一捲繞有護套加熱器而被加熱保溫之導管內，而用一裝有溫水之吸收瓶予以冷卻。另施行加熱處理後之焚燒灰之組成分析。

分析結果示於表5中。

由此可知，加熱處理後之焚燒灰之磷含量為4.4%，與處理前之數值相較，大幅降低，而變為可容許用作水泥原料之數值。

實施例2

使一具有表4所示之組成之下水道污泥之焚燒灰100kg與被粉碎成0.2mm以下之大小之煤焦粉10kg混合，對此添加聚乙稀醇20%液10升以施行造粒，而製成粒徑10mm程度之粒狀物。繼之，使此粒狀物乾燥後，按20kg/h之比率予以裝入一保持爐內溫度1150℃之外熱式窯爐。將從窯爐排出之廢氣予以輸送至燃燒室以使燃燒後，輸送至噴霧塔，用水噴霧而將廢氣中之磷吸收於水中。在加熱爐之運轉終了後，將吸收塔內之吸收液全部抽出而施行其分析，結果〈獲知〉得到100升之磷酸液，其磷濃度為17%。將從窯爐排出之焚燒灰每小時取出一次，而予以分析，以求出平均組成。

分析結果示於表5中。

由此可知，加熱處理後之焚燒灰之磷含量為4.8%，與處

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(10)

理前之數值相較，大幅降低，而變為可容許用作水泥原料之數值。

表4

	(wt%)				
	P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂
焚燒灰	15.8	4.02	2.13	21.4	45.8

表5

	(wt%)				
	P ₂ O ₅	CaO	Fe	Al ₂ O ₃	SiO ₂
實施例1	4.4	4.7	1.7	24.5	53.3
實施例2	4.8	4.6	1.7	24.3	52.0

實施例3

將一具有表6所示之組成之下水道污泥乾燥物200g予以裝入一保持500℃之管狀電爐，在氮氣流通之下加熱120分鐘。其次，使之升溫至1150℃而予以加熱30分鐘。使該電爐排出之廢氣通過一捲繞有護套加熱器而被加熱保溫之導管內，而用一裝有溫水之吸收瓶予以冷卻。另施行加熱處理後之焚燒灰之組成分析。

分析結果示於表7中。

由此可知，加熱處理後之焚燒灰之磷含量為7.2%，與處理前之數值相較，有降低，而變為可容許用作水泥原料之數值。

實施例4

使一具有表6所示之組成之下水道污泥之乾燥物200kg與充當黏合劑之石油焦16kg混合，以施行造粒，而製成粒徑5mm程度之粒狀物。然後，將此粒狀物按20kg/h之比率予以裝入一保持爐內溫度500℃之外熱式窯爐，以使碳化。

碳化污泥之組成被示於表8中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

碳化污泥之磷含量變為 19.1%，而此碳化污泥中含有 24.3%之碳。

繼之，將此碳化污泥按 20 kg/h 之比率予以裝入一保持爐內溫度 1150℃ 之外熱式窯爐。將從窯爐排出之廢氣予以輸送至燃燒室以使燃燒後，輸送至噴霧塔，用以噴霧而將廢氣中之磷吸收於水中。施行其分析，結果〈獲知〉得到 100 升之磷酸液，其磷濃度為 12.5%。將從窯爐排出之焚燒灰予以每小時取出一次，而予以分析，以求出平均組成。

分析結果示於表 7 中。

由此可知，加熱處理後之焚燒灰之磷含量為 5.3%，與處理前之數值相較，有降低，而變為可容許用作水泥原料之數值。

表6

(wt%)					
P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	強熱減量
8.3	2.8	1.7	6.2	13.9	63.0

表7

(wt%)						
	P ₂ O ₅	CaO	Fe	Al ₂ O ₃	SiO ₂	C
實施例3	7.2	7.8	3.2	16.9	38.2	22.1
實施例4	5.3	8.1	3.5	17.8	40.3	17.8

表8

(wt%)						
P ₂ O ₅	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	C	
19.1	6.4	4.2	14.2	32.0	24.3	

在表 9 中展示供污泥之碳化處理用之從加熱爐排出之廢氣之組成。

由此可知，該廢氣具有可燃性，而可用作燃料。

表9

(wt%)						
H ₂	CO	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	CO ₂	O ₂
8.7	22.6	10.1	6.1	4.5	45.1	1.5

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱： 自有機污泥回收磷之方法)

本發明為由具有下述各步驟而成之自有機污泥回收磷之方法：從有機污泥製造焚燒灰之步驟；使此焚燒灰與碳源混合之步驟；將混合有碳源之焚燒灰在非氧化性氣氛中加熱至較佳之 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度以使焚燒灰中之磷化合物之磷從焚燒灰脫離而氣化之步驟；以及使氣化之磷與水接觸而凝縮後予以回收之步驟。亦可以使氣化之磷氧化而成為五氧化二磷，使此五氧化二磷與水接觸，而以磷酸之形式回收。再者，代替從有機污泥製造焚燒灰之步驟及使焚燒灰與碳源混合之步驟，而採取使有機污泥脫水/乾燥後在較佳之 $400\sim 700^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行有機污泥中之有機物之碳化處理之步驟時亦可以得到相同之效果。依照本發明之方法，不需要酸分解、溶媒萃取等之煩雜處理或熔融所需要之高溫處理即可從有機污泥回收磷。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

四、英文發明摘要 (發明之名稱: METHOD FOR RECOVERING PHOSPHORUS FROM ORGANIC SLUDGE)

A method for recovering phosphorus from organic sludge includes the steps of producing incinerated ash from organic sludge, mixing the incinerated ash with a carbon source, vaporizing phosphorus from phosphorus compounds in the incinerated ash by heating the incinerated ash mixed with the carbon source in a non-oxidizing atmosphere, preferably, at 1,000 to 1,250°C, and recovering phosphorus by bringing the vaporized phosphorus into contact with water to condense the vaporized phosphorus. Alternatively, the vaporized phosphorus is oxidized to phosphorus pentoxide, and phosphorus is recovered as phosphoric acid by bringing the phosphorus pentoxide into contact with water. Instead of the steps of producing incinerated ash from organic sludge and mixing a carbon source with the incinerated ash, by dehydrating and drying organic sludge and carbonizing organic substances in the organic sludge, preferably, at 400 to 700°C, similar effects can be obtained.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1. 一種從有機污泥回收磷之方法，其由具有下述各步驟而成者：

從有機污泥製造焚燒灰之步驟；

使上述焚燒灰與碳源混合之步驟；

將上述混合有碳源之焚燒灰在非氧化性氣氛中加熱，以使上述焚燒灰中之磷化合物之磷脫離該焚燒灰而氣化之步驟；以及

使上述氣化之磷與水接觸而凝縮後予以回收之步驟。

2. 一種從有機污泥回收磷之方法，其由具有下述各步驟而成者：

從有機污泥製造焚燒灰之步驟；

使上述焚燒灰與碳源混合之步驟；

將上述混合有碳源之焚燒灰在非氧化性氣氛中加熱，以使上述焚燒灰中之磷化合物之磷脫離該焚燒灰而氣化之步驟；

使上述氧化之磷氧化而成為五氧化二磷之步驟；以及

使上述五氧化二磷與水接觸而以磷酸之形式予以回收之步驟。

3. 如申請專利範圍第1項之方法，其中在 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

4. 如申請專利範圍第2項之方法，其中在 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

5. 一種從有機污泥回收磷之方法，其由具有下述各步驟而成者：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

使有機污泥脫水・乾燥之步驟；

使上述脫水・乾燥後之有機污泥中之有機物經過碳化處理之步驟；

將上述有機物之碳化處理後之有機污泥在非氧化性氣氛中加熱，以使上述有機污泥中之磷化合物之磷脫離該有機污泥而氣化之步驟；以及

使氣化之磷與水接觸而凝縮後予以回收之步驟。

6.一種從有機污泥回收磷之方法，其由具有下述各步驟而成者：

使有機污泥脫水・乾燥之步驟；

使上述脫水・乾燥後之有機污泥中之有機物經過碳化處理之步驟；

將上述有機物之碳化處理後之有機污泥在非氧化性氣氛中加熱，以使上述有機污泥中之磷化合物之磷脫離該有機污泥而氣化之步驟；

使上述氣化之磷氧化而成為五氧化二磷之步驟；以及

使上述五氧化二磷與水接觸而以磷酸之形式予以回收之步驟。

7.如申請專利範圍第5項之方法，其中在400~700℃之溫度下施行碳化處理者。

8.如申請專利範圍第6項之方法，其中在400~700℃之溫度下施行碳化處理者。

9.如申請專利範圍第5項之方法，其中在1000~1250℃之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

六、申請專利範圍

10. 如申請專利範圍第6項之方法，其中在 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

11. 如申請專利範圍第7項之方法，其中在 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

12. 如申請專利範圍第8項之方法，其中在 $1000\sim 1250^{\circ}\text{C}$ 之溫度下施行非氧化性氣氛中之加熱者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

396063

圖 1

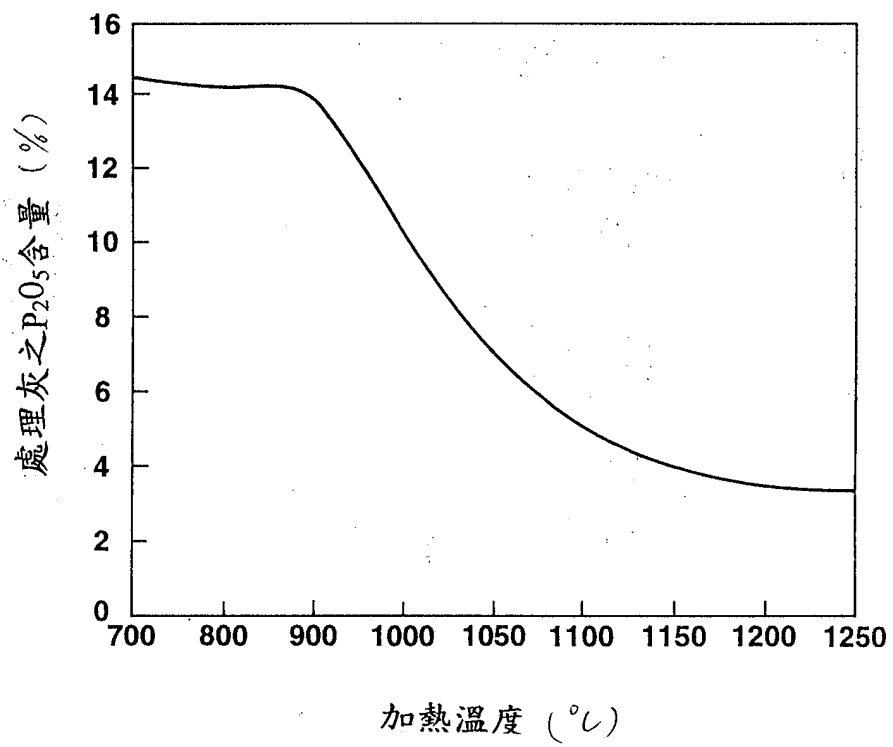
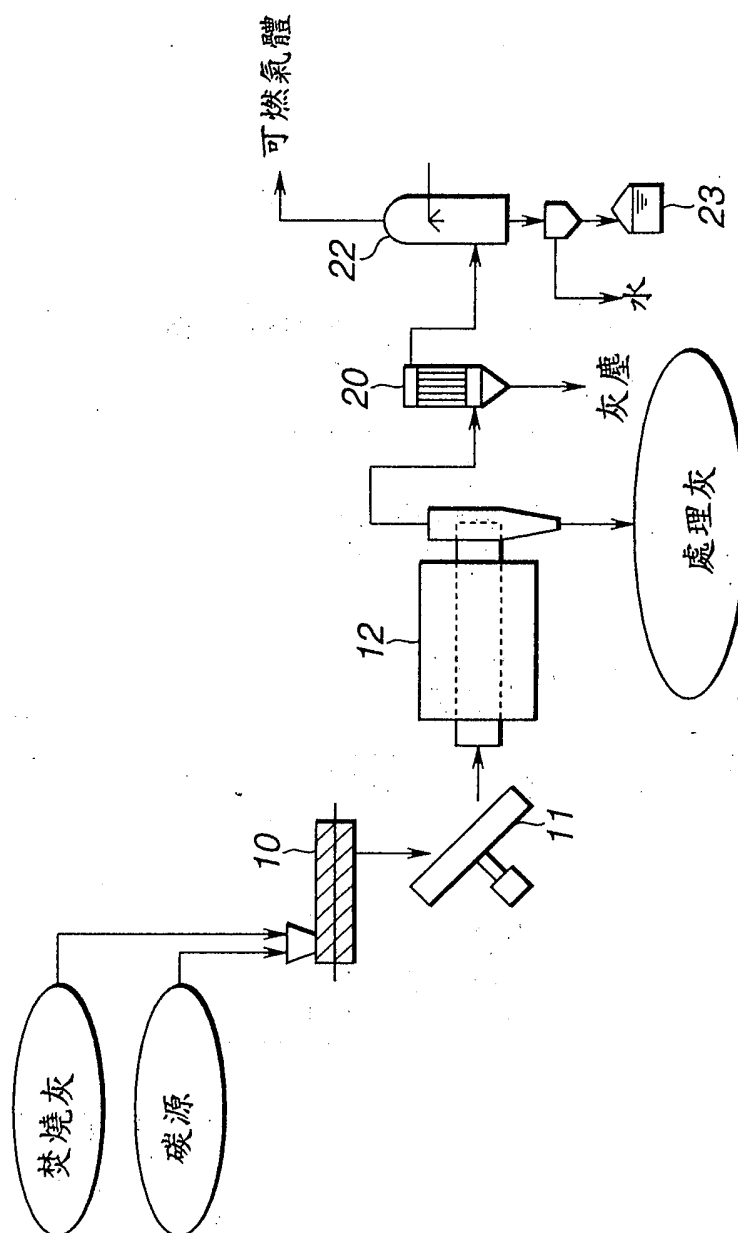


圖 2



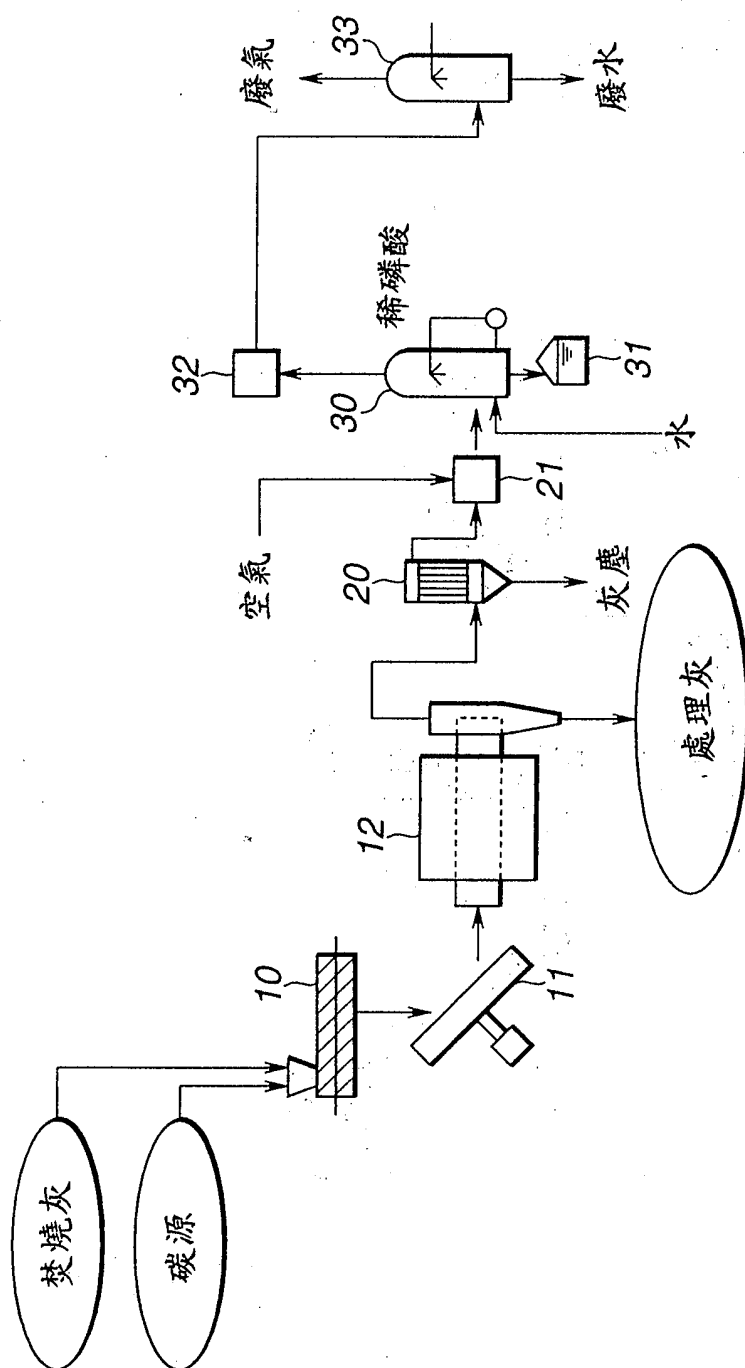
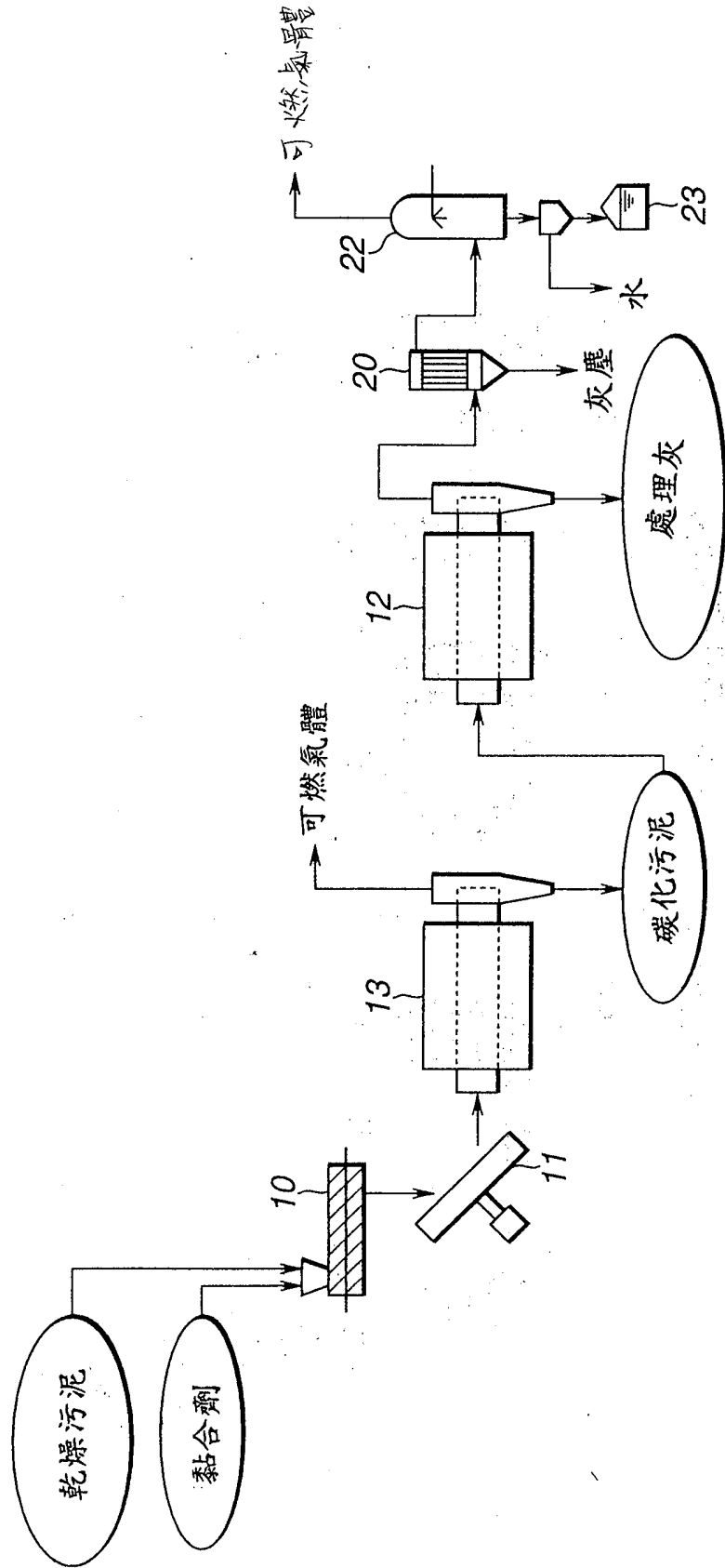


圖 4



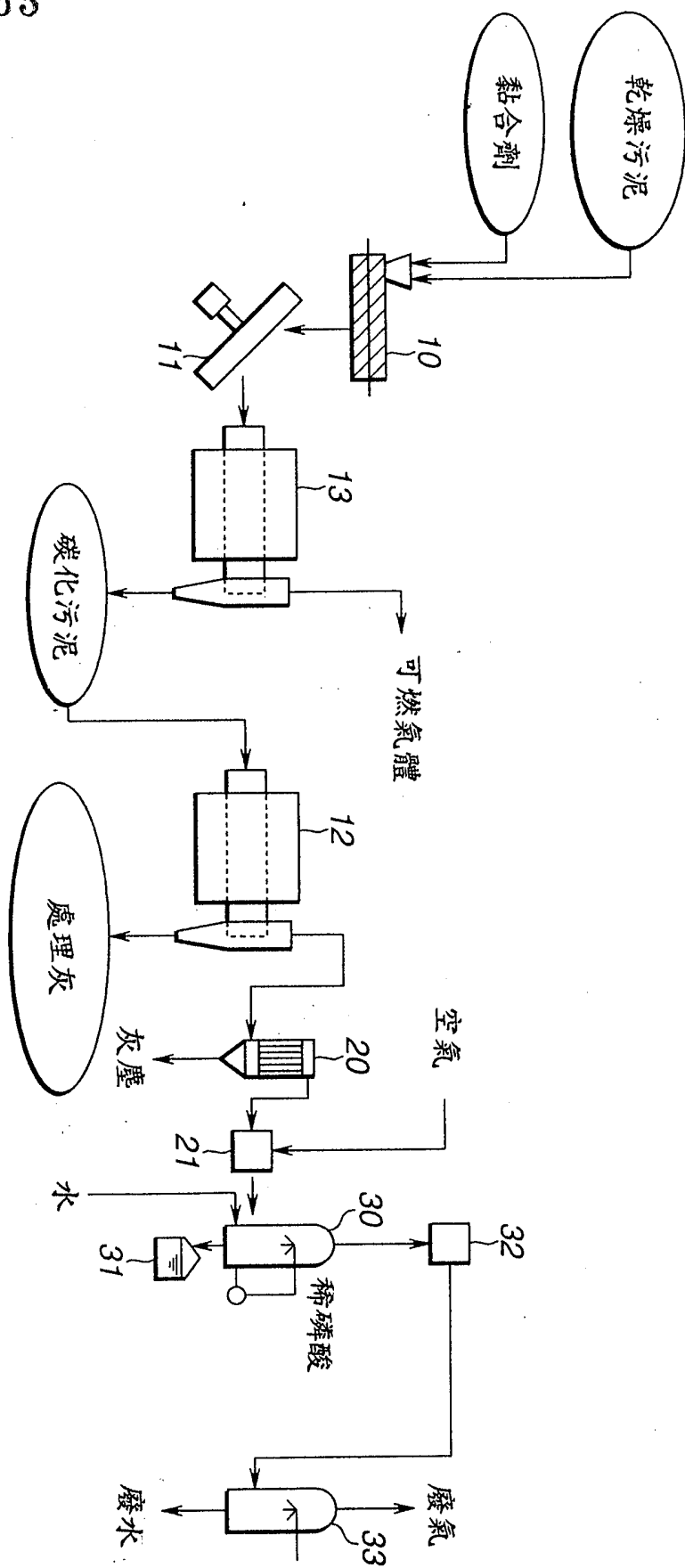


圖 5