



- (21)申請案號：102119265 (22)申請日：中華民國 96 (2007) 年 03 月 30 日
- (51)Int. Cl. : **B01D9/02 (2006.01)** **C01G53/04 (2006.01)**
C01G51/04 (2006.01) **H01M4/52 (2010.01)**
- (30)優先權：2006/03/31 德國 10 2006 015 538.6
- (71)申請人：H C 史達克有限公司(德國) H. C. STARCK GMBH (DE)
 德國
- (72)發明人：歐 亞明 OLBRICH, ARMIN (DE)；米 珠萊 MEESE-MARKTSCHIEFFEL,
 JULIANE (DE)；詹 瑪斯 JAHN, MATTHIAS (DE)；盧 迪傑 ZERTANI,
 RUEDIGER (DE)；馬 傑德 MAIKOWSKA, GERD (DE)；安 詩文 ALBRECHT,
 SVEN (DE)；馬 史分 MALCUS, STEFAN (DE)；施 喬夫 SCHMOLL, JOSEF
 (DE)；盧 麥克 KRUF, MICHAEL (DE)
- (74)代理人：林秋琴；何愛文
- (56)參考文獻：
- | | |
|-------------------|-------------------|
| CN 1685541A | US 5700596 |
| US 2004/0110066A1 | US 2006/0089257A1 |
- 審查人員：林春佳
- 申請專利範圍項數：9 項 圖式數：13 共 43 頁

(54)名稱

藉沉澱作用製備化合物之裝置及方法

DEVICE AND PROCESS FOR THE PREPARATION OF COMPOUNDS BY PRECIPITATION

(57)摘要

本發明係關於一種藉使固體自溶液沉澱以製備化合物之裝置及方法，其中沉澱作用中所形成之固體粒子的物理及化學性質可經極富彈性且彼此獨立地調整，因此可以極高的空間-時間產率製得訂製產物以及通式為 $Ni_x Co_{1-x} (OH)_2$ 且 BET 表面積小於 20 平方米/克及敲緊密度大於 2.4 克/立方厘米之粉狀鎳-鈷混合氫氧化物。

The present invention relates to a device and a process for the preparation of compounds by precipitation of solids from solutions, wherein the physical and chemical properties of the particles of solid that are formed in the precipitation can be adjusted very flexibly and independently of one another and thereby tailor-made products can be prepared with a very high space-time yield, as well as a pulverulent nickel-cobalt mixed hydroxide of the general formula $Ni_x Co_{1-x} (OH)_2$, with a BET surface of less than 20 m²/g and a tap density of greater than 2.4 g/cm³.

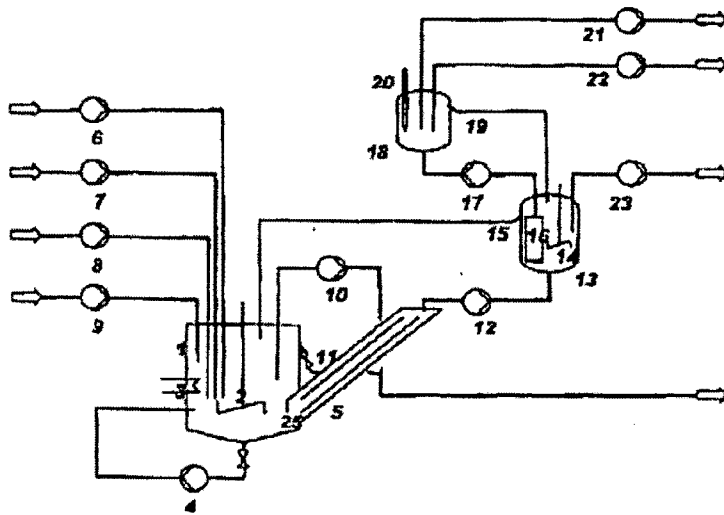


圖 10

- 1 . . . 攪拌反應器
- 2 . . . 攪拌器；泵浦
- 3 . . . 熱交換器
- 4 . . . 循環泵浦
- 5 . . . 傾斜澄清器
- 6 . . . 泵浦
- 7 . . . 泵浦
- 8 . . . 泵浦
- 9 . . . 泵浦
- 10 . . . 泵浦
- 11 . . . 溢流
- 12 . . . 泵浦
- 13 . . . 循環容器
- 14 . . . 攪拌器
- 15 . . . 溢流
- 16 . . . 過濾器元件
- 17 . . . 泵浦
- 18 . . . 循環容器
- 19 . . . 溢流
- 20 . . . 探針
- 21 . . . 泵浦
- 22 . . . 泵浦
- 23 . . . 泵浦
- 25 . . . 高度可調板

公告本

發明摘要

※ 申請案號：102119265

※ 申請日：96.3.30

【發明名稱】(中文/英文)

藉沉澱作用製備化合物之裝置及方法

DEVICE AND PROCESS FOR THE PREPARATION OF
COMPOUNDS BY PRECIPITATION

【中文】

本發明係關於一種藉使固體自溶液沉澱以製備化合物之裝置及方法，其中沉澱作用中所形成之固體粒子的物理及化學性質可經極富彈性且彼此獨立地調整，因此可以極高的空間-時間產率製得訂製產物以及通式為 $Ni_xCo_{1-x}(OH)_2$ 且 BET 表面積小於 20 平方米/克及敲緊密度大於 2.4 克/立方厘米之粉狀鎳-鈷混合氫氧化物。

【英文】

The present invention relates to a device and a process for the preparation of compounds by precipitation of solids from solutions, wherein the physical and chemical properties of the particles of solid that are formed in the precipitation can be adjusted very flexibly and independently of one another and thereby tailor-made products can be prepared with a very high space-time yield, as well as a pulverulent nickel-cobalt mixed hydroxide of the general formula $Ni_xCo_{1-x}(OH)_2$, with a BET surface of less than 20 m²/g and a tap density of greater than 2.4 g/cm³.

102年8月3日	修正	P1-3
----------	----	------

B01D 9/02

※IPC 分類：C01G 53/04, 51/04

H01M4/52

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(10) 圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

1	攪拌反應器
2	攪拌器；泵浦
3	熱交換器
4	循環泵浦
5	傾斜澄清器
6	泵浦
7	泵浦
8	泵浦
9	泵浦
10	泵浦
11	溢流
12	泵浦
13	循環容器
14	攪拌器
15	溢流
16	過濾器元件
17	泵浦
18	循環容器
19	溢流
20	探針
21	泵浦

~~102年5月31日送呈~~

- | | |
|----|-------|
| 22 | 泵浦 |
| 23 | 泵浦 |
| 25 | 高度可調板 |

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

藉沉澱作用製備化合物之裝置及方法

DEVICE AND PROCESS FOR THE PREPARATION OF
COMPOUNDS BY PRECIPITATION

【技術領域】

本發明係關於一種藉使固體自溶液沉澱以製備化合物之裝置及方法，其中沉澱作用中所形成之固體粒子的物理及化學性質可經極富彈性且彼此獨立地調整，因此可以極高的空間-時間產率製得訂製產物。

【先前技術】

許多技術上重要的固體化合物係藉由溶液沉澱而製得，適合用於此目的之溶劑係水、有機化合物及/或其混合物。這可(例如)藉由快速冷卻，驟然降低欲沉澱化合物之溶解度、藉由摻混該化合物微溶之另一溶劑或藉由形成微溶於該溶劑之化合物開始之化學反應達到。藉由均勻形成晶核而新形成於沉澱作用中之固相包含許多小的一級晶粒，其因凝聚或本身黏附在已存在之二級粒子而形成二級粒子。

通常對一級及二級粒子的品質有明確界定之要求以達到所需應用性質。當然，由其所形成之一級晶粒及凝聚物的性質係端視製程參數而定。許多相關製程參數主要係視特定環境而定。化學物理製程參數包括(例如)溫度、析出溶液之濃度、母液中過量沉澱劑之濃度、觸媒濃度、pH值、離子強度

等。傾向為技術設備參數之最重要的製程參數係滯留時間、固體濃度、機械能量輸入、反應器幾何構造、以各種不同類型之攪拌器或泵浦徹底混合的性質。主要技術調整當然亦包括批次程序或連續程序的選擇。連續沉澱法容許製得一均勻產物。該等製程參數自然存在特定範圍，其可在此範圍內調整。因此，析出溶液中之析出物具有一無法超過之最大溶解度。因此，這限定產物懸浮液中之最大可能固體濃度。但這(例如)在母液中亦可能受到沉澱反應中可能形成之中性鹽的溶解度限度限制。而且，可能需要以低於這些由析出物濃度自然形成之中性鹽濃度進行操作。該問題經常造成影響一級粒子性質之製程參數的調整對二級粒子所需性質而言係不適當或甚至產生不良結果。因此，該技術包括找出一種製程參數調整法以在一級與二級粒子性質之間獲得一可接受妥協結果。

許多輔助條件因此存在而使產物性質之限定調整複雜化。此外，雖然這在無現有限制下經常係可行的，但部分產物性質，如(例如)比表面積、孔隙度、敲緊密度、容積密度、粒度分布、可流動性、晶粒尺寸等係無法達到的。例如，雖因所需比表面積之外推固體含量係落在自然產生之固體含量上方而無法調整，但發現利用某些金屬氫氧化物之比表面積在現有反應條件下係隨固體含量增加而完全直線下降。

例如，純或混合過渡金屬氫氧化物，即一通常可藉沉澱方法製得之實例係現代可充電高效能電池之重要組分或前驅物。因此，例如，摻有鈷及鋅之氫氧化鎳形成鎳-金屬氫氧化物

及鎳-鎘電池之正電極的活性組分(Z. Kristallogr. 220(2005) 306-315)。對於已知鎳-金屬氫化物電池，例如，現今通常使用以發泡體技術為基礎之電極，其必須使用呈球狀粒子形式之正活性材料。

同樣地，球狀粒子係用在重要性漸增之可充電鋰離子/聚合物電池中。主要基於經濟理由，世界各地已進行一些耗費多時之研究以部分或甚至完全取代迄今鋰離子/聚合物電池中所含之昂貴的鈷(呈 LiCoO_2 形式)。為此目的，已特別深入研究金屬 Ni、Mn 及 Al 之化合物，如(例如) $\text{Li}(\text{Ni},\text{Co},\text{Mn})\text{O}_2$ 或 $\text{Li}(\text{Ni},\text{CoAl})\text{O}_2$ 。在此第一步驟包括對應球狀氫氧化物前驅物之製備，其中該等氫氧化物前驅物係藉由 Co 沉澱所合成得到且接著可視情況塗布之，然後在鋰組分的添加下藉由熱處理而將該等前驅物轉化成個別氧化最終產物。

視電池的類型、電池的製造商及使用者而定，現今可使用的材料組合物的種類範圍非常寬廣而且球狀氫氧化物的製造商面臨整個差異性很大之規格範圍，此外其經常包括對於化學性質，特別係物理性質之極嚴格的容差界限。為了可節省地製造產物至任何可行程度，顯然這問題無法藉由大量不同的製造設備來處理，但僅可藉由可針對個別需求做調整且仍然非常穩定並可以所限定方式操作之極富彈性的設備及技術處理。通常所有基本化學，(當然)特別係物理性質，如(例如)粒度分布、敲緊密度、比表面積及微晶粒複合物(晶粒尺寸)在該等規格中皆需經精確預先界定。所有這些物質性質係視整個製程參數(如(例如)析出物、中性鹽及固體濃度、滯留

時間、溫度、能量輸入等)而定，而且這些參數自然不完全以相同方式作用在該等預界定產物性質上。基於這理由，這係一項儘可能以單一通用可調設備系統實現特定產物組合，例如氫氧化物前驅物之特定產物組合的特別要求，而且這與所需經濟效率有關。

更特別地，例如基於物理原因，不可能同時最大化球狀材料之孔隙度及敲緊密度，因為這兩種性質係相互對立的。但在特定界限內可替代之個別產物性質間存在許多相依性。目前技術包括找出各種不同之設備參數組合並儘可能地以單一設備技術實際實施之，其容許至少部分獨立調整氫氧化物電池前驅物對電池成效為重要的物理產物性質。

球狀氫氧化鎳之連續製造係描述於 JP Hei 4-68249 中。對於此，將鎳鹽溶液、鹼金屬及氨水溶液連續加入一裝有溢流之熱攪拌容器中。反應器系統在 10 至 30 小時後達到穩定態，之後可連續移除固定品質之產物。反應器中的平均滯留時間係 0.5 至 5 小時。在此方法中，懸浮液中之固體濃度及母液中之中性鹽濃度必須經由沉澱反應之化學計量法結合。而且，反應中所形成中性鹽之溫度相依性溶解度界限決定該懸浮液中之最大可達到固體濃度。當然，根據 JP Hei 4-68249 之方法無法在懸浮液中達到極高的固體濃度，例如高數倍之濃度或與中性鹽濃度無關之濃度。

EP 0658514 B1 揭示在驅動噴射反應器中鹼金屬存在下藉由分解胺錯合物而使金屬氫氧化物連續沉澱。為此，對照攪拌反應器，析出物係藉由噴嘴之出口噴出物與反應介質混

合。JP Hei 4-68249 所描述有關增加懸浮液之固體濃度的限制亦可應用在 EP 0658514 B1 所描述之方法中。

US 2003/0054252 A1 描述鋰電池之活性材料以及其製造。對於前驅物化合物之沉澱係建議使用批次操作設備，其包括澄清母液之外部循環，澄清母液係自反應器上方區域抽出並由側面導入滴管中，藉此使母液從下面再度流回反應器。此向上流防止太小而可穿過滴管流入最終產物之接收容器中的粒子。僅已達到特定最小尺寸之粒子方可沉降在此接收容器中。US 2003/005452 所描述藉由沉澱作用製造前驅物之方法係不容許獨立調整製程參數。利用此方法不可能藉由懸浮液明確移除細微顆粒段而直接介入粒度分布的發展。

【發明內容】

因此，本發明目的係提供一種可彼此獨立地調整個別製程參數(例如，析出物濃度、懸浮液中之固體含量、母液中之鹽濃度)範圍之裝置及方法，因此藉由溶液沉澱製備固體化合物的方法可藉由擴大現有自由度並創造新自由度而達到的最大彈性。本發明目的亦可提供一種容許控制介入沉澱製程期間粒度分布之發展的設備及方法。本發明另一目的亦包括提供一種使可根據先前技術達到之最大固體濃度增加數倍的裝置及方法。

這目的係藉由建造一裝置以形成一具有整合傾斜澄清器之反應器，下文圖 1 至 3 中所稱“整合反應器/澄清器系統 (IRCS)”並使用該 IRCS 作為中心單元與製程中其他設備(如過濾器、容器、泵浦等)組合而達到，其中化合物隨包含產物及

102年5月31日送呈

母液之產物懸浮液的形成而沉澱後，母液及粒子係經由傾斜澄清器移除，因此可達到控制介入粒度分布並增加固體濃度數倍的目的。

因此，本發明提供一種整合反應器/澄清器系統(IRCS)。該反應器可為一具有平面或彎曲或圓錐狀地板之圓筒形裝置，圖 4 及圖 5(6)或平行六面體形之裝置，圖 1 至圖 3(1)。反應器的地板可具有一開口，必要時可藉由泵浦的幫助經由該開口移除懸浮液並將其抽回到反應器中，圖 4 及圖 5(14)。為了獲得一均勻沉澱產物，在反應器入口徹底混合析出物係重要的。此類型之反應器亦可如圖 1 至 3 之攪拌反應器般操作。在此情況下係使用碟型攪拌器、螺旋槳型攪拌器、傾斜葉片型攪拌器、INTERMIG 攪拌器或其他適用於特定攪拌問題之攪拌器。適合攪拌器的選擇、排列及尺寸係描述於(例如)Ziokarnik, Rührtechnik, Theorie 及 Praxis, Springerlag 1999。攪拌反應器之設計決定性地影響粒度及粒度分布以及反應器中粒子之沉降行為。視產物而定，沉澱製程在根據本發明 IRCS 中係在室溫下以及更低或更高溫度下進行。因此，在根據本發明 IRCS 中沉澱製程期間的溫度可在 -20°C 至 100°C 範圍內。該沉澱製程較佳係在從 20°C 至 90°C 之溫度下進行，特佳係在從 30°C 至 70°C 之溫度下進行。在(例如)電池前驅物，如鎳氧化物、鎳氫氧化物、Ni/Co 混合氧化物或 Ni/Co 混合氫氧化物的製造係在範圍從 30°C 至 70°C 之溫度下達到特佳結果。必要時，製程溫度係經由熱交換器，圖 10 及圖 11(4)加熱或冷卻而進行調整及調節。若使用外部循環，亦可

將熱交換器併入這循環中，圖 12(3)。

傾斜載體可位於反應器中任何適合點處，例如可安置在反應器上方，圖 3(4)及圖 4(7)。為了降低安裝高度，亦可有利地將傾斜澄清器安置在反應器下方，圖 1 及圖 2(4)及圖 5(7)。IRCS 係用於自溶液沉澱化學化合物。母液與固體之所界定的細微顆粒段係在傾斜澄清器中一起自產物懸浮液分離出來。此含有數克/公升固體之混濁液體大多數係循環回反應器並經產物懸浮液再度純化。藉由吸取部分此混濁液體可自產物懸浮液移除部分細微段並使粒度分布移至較高 D_{50} 值。傾斜澄清器之另一目的係提供一種僅含小量固體之預澄清液體，可以簡單方式藉由過濾由此預澄清液體分離出澄清母液。

為了改善傾斜澄清器之分離效率，可併入一或多個薄層(板)，圖 1(3)、圖 3(3)、圖 4(8)及圖 5(8)，在固體粒子經由沉降抵達該薄層表面後，薄層上之固體粒子滑入均勻徹底混合之懸浮液中。薄層對於澄清器之地板表面係以平面平行方式相排列在傾斜澄清器中。薄層形成矩形板，其可由塑膠、玻璃、木材、金屬或陶瓷組成。視材料及產物而定，薄層可高達 10 厘米厚。較佳係使用 0.5 至 5 厘米厚，特佳係 0.5 至 1.5 厘米厚之薄層。可將薄層固定結合在傾斜澄清器中。其亦可被移除，圖 6(21)及圖 7(26)。在此情況下，其係經由安置在傾斜澄清器內部側面之軌道系統，圖 7(25)或經由溝槽，圖 6(22)插入傾斜澄清器中。亦可將該軌道系統設計成高度可調方式，其提供傾斜澄清器一選擇薄層空隙之高度彈性。傾斜澄清器可為具有圓形橫截面之圓筒外形或具有矩形橫截面之

102年5月31日送呈

平行六面體外形，圖 6(20)及圖 7(24)。因此，粒子可滑落而不會阻塞傾斜澄清器，傾斜澄清器相對於水平的角度係 20° 至 85° ，較佳係 40° 至 70° ，特佳係 50° 至 60° 。傾斜澄清器亦可經由可撓曲連接安裝在反應器上。在此具體表現中，該角度可在製程期間做變化調整。

在較佳具體表現中，傾斜澄清器在流入反應器內部處包含一板，圖 2(5)及圖 5(9)，其相對於傾斜澄清器入口表面開口係以平面平行方式排列。此板係防止傾斜澄清器被高濃度懸浮液堵塞流入區。

現將以圖 8 為基礎提供詳細說明以更好地了解根據本發明 IRCS 之操作模式。

視固體粒子(30)的形狀及尺寸而定，其係以固定速度沉在該傾斜澄清器中，圖 8。假設(例如)應用 Stokes 定律，則球狀粒子之下沉速度因有效重量而與粒徑平方成比例。傾斜澄清器中層流速度之向上分量現係加在此下沉速度上。所有下沉速度大小小於或等於液體流之向上分量的固體粒子不會下沉至薄板(31)表面或傾斜澄清器之地板表面並因此被傾斜澄清器之溢流移除。

若粒子之下沉速度大小係大於液體流之向上分量，粒子係以固定下沉速度向下移動。對於固定流動速度之液體，該粒子是否被傾斜澄清器之溢流移除端視粒子在進入傾斜澄清器時與薄板間之垂直距離以及傾斜澄清器之長度及傾斜角度而定。顯而易見地存在一臨界粒子半徑 r_0 ，因此所有 $r > r_0$ 之粒子完全被傾斜澄清器保留。圖 8 之直線(32)顯示粒子具有

限制半徑 r_0 的部分。所有半徑較大之粒子的路徑相對於水平具有較小角度並因此必然受到薄板或地板撞擊。這意味其獲得保留。藉由修改傾斜澄清器中之比例，特別係液體之流動速度，因此可調整以溢流方式離開傾斜澄清器之細微粒子的粒徑上限。

只要傾斜澄清器之溢流經由循環容器流回攪拌反應器，則整個系統無任何改變。若藉由泵浦自循環容器移除部分因細微固體段而混濁之液體，則可抽出所界定之細微顆粒材料段並進行直接介入粒度分布之發展。這構成一控制沉澱製程之新變化可能性，藉此可獨立於其他設備參數地影響粒度以及粒度分布。

由於上述混濁液體(懸浮液)之移除，其在循環容器入口之固體濃度一般係固體濃度反應器之 0.5 至 5%，自然亦同時增加反應器中懸浮液之固體濃度，因為藉由目標細微顆粒段之移除，可自整個系統抽出不成比例之大量母液。通常這係所需的，但若反應器中之固體濃度應保持在低量而且藉由調整其他物質流無法令人滿意地抵消固體濃度之增加，則係不希望見到的。視這細微段的含量及規格而定，其可再度與產物懸浮液混合。反應器/傾斜澄清器系統之分離係決定性的。

在此情況下，可經由過濾器元件，圖 10(16)自循環容器移除母液並將其直接抽回到反應器中以增加混濁液體(懸浮液)之固體濃度。排出相同量之細微顆粒材料時，然後移除較少量之母液。細微顆粒材料係指這些尺寸不超過粒度分布之 D_{50} 值之 30%的粒子。循環容器亦可有利地經由過濾器元件僅

自系統移除母液。依此方式，可先將反應器中之固體含量提高至化學計量固體濃度之數倍，其次可達到沉澱反應中可能形成之中性鹽濃度與固體濃度之間脫接目的。由於移除母液之可能性，反應器中固體與鹽之濃度比可(例如)藉由在固定鹽濃度下提高固體濃度以及藉由下列事實提高：在固定固體濃度下，將無鹽溶劑加入反應器中並同時經由過濾器元件自系統移除等量母液。

獲得額外自由度並同時增加根據本發明 IRCS 之彈性將藉以一般反應 $AX+BY \Rightarrow AY_{\text{solid}}+BX_{\text{diss}}$ 之兩參數-鹽濃度及固體含量為例作更詳細的描述。AX 及 BY 將指析出溶液中之析出物及 BX 將指母液中之溶解鹽。AY 係指以不溶固體形式出現之產物。

以圖表方式將擴大上述反應之現有自由度並創造新自由度說明於圖 9 中，其中：

(40)-技術極限

(44)-化學極限

(41,43)-經濟極限

在圖 9 中，如(1-2)以黑體顯示之區域係指根據先前技術可改變兩製程參數-母液中之中性鹽濃度及懸浮液中之固體濃度的區域。此直線上方係以鹽之溶解度 BX 為界，而下方存在一最小固體含量之經濟極限。由於反應之化學計量學，這兩參數係被限制在對應於先前技術之一維空間。藉由根據本發明 IRCS 及根據本發明方法的幫助，此一維區域擴大成二維區域(42)，因此最大固體濃度可以倍數增加且同時可明

顯降低最小鹽濃度並可調整所有固體濃度及中性鹽濃度之目前擴大區域組合。因此實施製程所獲得之彈性係立刻獲得證明。沿圖垂直向上移動相當於母液之移除並造成固體濃度對應增加。沿圖水平向左移動相當於添加額外溶劑並同時移除對應量之母液。

根據本發明 IRCS 可以開放系統以及密閉系統形式操作。密閉系統係(例如)一驅動噴射反應器，其係顯示於圖 4 及圖 5(6)以及圖 12(1)中。在此反應器中，傾斜澄清器可排列在上方區域，圖 4(7)以及下方區域，圖 5(7)。在此將析出物經由一或多個噴嘴導入反應器之反應區中，其於該處進行深入混合及均勻化，圖 12(12)及圖 4 及 5(11)。根據本發明 IRCS 可用於批次進行之沉澱作用中。但是，IRCS 較佳係用於連續操作模式之沉澱製程中。

本發明另外關於一種藉沉澱作用製備化合物之方法，其中個別製程參數(例如析出物的濃度、懸浮液中之固體含量、母液中之鹽濃度)可在沉澱期間彼此獨立地調整並在沉澱製程期間依此方式控制介入粒度分布之發展，因此可以特別經濟並以極高空間-時間產率製得具有所界定物理性質之訂製產物。

因此，本發明提供一種藉沉澱作用製備化合物之方法，其包括下列步驟：

- 供應至少一第一及第二析出溶液，
- 將至少第一及第二析出溶液組合進料餵入根據申請專利範圍第 1 項之反應器中，

102年5月31日送呈

- 在反應器中產生一均勻深入混合之反應區，
- 該等化合物在反應區中沉澱並形成一包含不溶產物及母液之產物懸浮液，
- 經由傾斜澄清器自所沉澱產物部分分離出母液，
- 製備一沉澱產物-懸浮液，其濃度係大於化學計量濃度，
- 自反應器移除產物懸浮液，
- 過濾、清洗及乾燥沉澱產物。

藉由泵浦系統的幫助將根據本發明方法中之析出溶液導入反應器中。若這包含根據本發明具有攪拌反應器之 IRCS，利用攪拌器混合析出物。若將 IRCS 設計成驅動噴射反應器形式，藉由噴嘴，圖 12(2)之出口噴出物進行析出物之混合。為使析出物達到極佳混合，亦可另外將空氣或惰性氣體加入反應器中。為了達到一均勻產物品質，析出物必須在反應器之反應區中均勻徹底混合。形成產物及母液之沉澱反應已在混合及均勻化析出物期間開始進行。產物懸浮液在反應器下方部位增濃至所需濃度。為了達到目標增濃度之產物懸浮液，母液在根據本發明方法中係經由傾斜澄清器，圖 10(5)部分移除。較佳係經由泵浦的幫助藉由移除傾斜澄清器溢流而部分分離出母液。溢流之固體含量可包含高達 50%，較佳係高達 30%，特佳係高達 15%，極佳係高達 5%之產物懸浮液。溢流中之最大粒度在沉澱製程期間粒度分布之發展中扮演一重要角色。溢流中之粒子係稱為細微顆粒材料。此溢流中之最大粒度可高達 50%，較佳係高達 40%，特佳係高達 30 之粒度分布的 D_{50} 值。在根據本發明方法中，沉澱產物懸浮

液係達到沉澱產物之化學計量可能濃度之數倍的濃度。這可比該可能化學計量值高高達 20 倍。為了使該懸浮液達到一特高產物濃度，必須部分移除大量母液。甚至可部分分離出 95% 之母液。欲部分分離之母液量係視所選製程參數如析出物濃度、母液之鹽濃度以及懸浮液之固體濃度而定。

為達更佳了解的目的，根據本發明方法係以圖表方式說明於圖 10 中並描述於下文中：

將析出溶液，可能係觸媒溶液以及溶劑餵入一裝有調速攪拌器(2)、熱交換器(3)、視情況選用之循環泵浦(4)及傾斜澄清器(5)之攪拌反應器(1)中並進入根據本發明整合反應器/澄清器系統(IRCS)之徹底均勻混合反應區中，其中傾斜澄清器包含一相對於其入口開口以平面平行方式排列之高度可調板(25)。藉由泵浦(10)經由裝料高度調整單元或經由自由溢流(11)外流而移除所形成之產物懸浮液。當大粒子形成時，較佳係操作循環泵浦(4)以避免沉降危險。

視傾斜澄清器(5)的高度而定，泵浦(12)視情況以自動倒抽模式將具有極低濃度之細微顆粒材料之液體從澄清器運送至裝有攪拌器(14)之容器(13)中，該液體可從該處由自由溢流(15)流回反應器(1)中。分離尺寸係視液體之體積流率及傾斜澄清器附件之尺寸而存在，因此僅將尺寸落在此分離尺寸以下之粒子運送至循環容器(13)中。只要所有藉由泵浦(12)移除之懸浮液經由自由溢流(15)流回，自然反應器(1)無任何改變。只要自系統中移除母液及/或固體粒子，就發生改變。首先將母液之移除描述於下文中：

102年5月31日送呈

泵浦(17)經由過濾元件(16)，例如亦用於橫流過濾之過濾器軟管自容器(13)吸取澄清母液並將母液運送至第二循環容器(18)中。泵浦(21)將樣品溶液自此容器連續或以特定時距運送至母液之(較佳係自動)分析階段。例如，藉由探針(21)測量及控制 pH 值進行連續監測亦可直接在包含澄清母液之循環容器(18)中進行。因此，根據本發明 IRCS 可在整個沉澱程序期間以簡單方式控制母液之組成，其在具有高固體含量之懸浮液中自然係非常困難的。若現經由泵浦(22)自系統由循環容器(18)移除母液，可獨立於析出物濃度地調整反應器(1)之固體濃度。懸浮液之固體濃度亦可依此方式與母液中之鹽濃度脫接，其係以副產物形式形成於許多沉澱反應中。

自然固體濃度可增加數倍，而且藉此可達到之空間-時間產率無法藉由慣用方法實現或僅能極困難地實現。因阻塞將由於高固體濃度而持續發生，而使母液無法經由(例如)併入反應器(1)之泵浦(4)的循環中之橫流過濾直接移除，其係一項顯著缺點。

若(例如)BaSO₄係由 Ba(OH)₂ 溶液及硫酸沉澱，則以副產物形式形成水並降低製程參數析出溶液中之 Ba 濃度及 H₂SO₄ 濃度與產物懸浮液中之 BaSO₄ 濃度間之脫接。氫氧化鎳(例如)自硫酸鎳溶液及氫氧化鈉沉澱時，以副產物形式形成硫酸鈉。現可彼此獨立地調整懸浮液之固體含量及鹽濃度。固體含量之增加剛描述於上。若亦希望獨立於析出物濃度地調整鹽濃度，可經由泵浦(9)將水導入系統中並可經由泵浦(22)移除對應量之母液，因此(例如)可保持預定固體濃度。

根據本發明方法以及根據本發明整合反應器/澄清器系統(IRCS)的基本特徵亦係經由泵浦(23)自系統移除懸浮液而自反應系統中抽出所界定之細微顆粒材料段，以便藉此直接介入產物粒度分布之發展。如上已詳細描述般，循環容器(13)中之固體粒子具有一粒度上限，其係由傾斜澄清器附件(5)之尺寸及泵浦(12)之循環量決定。攪拌器(14)確保這些係微粒子均勻分布在液體中。依此方式可自整個系統，因此亦從反應器(1)所界定地移除細微顆粒段。通常細微顆粒段僅說明總質量中之小比例，但其量決定性地影響反應器中所產生固體之粒度分布的發展。藉由根據先前技術之慣用方法係無法直接介入沉澱反應中粒子之增長機制，但已在此首次實現之。因此產生許多可能性。不僅可以控制方式移開粒度分布之 D_{50} 值，亦可調整分布寬度。因此藉由此新自由度可使製程獲得更好控制，特別係可製得平均粒度比另外在反應條件下可能製得者大之球狀粒子。

說明於圖 11 之根據本發明方法係不同於上述說明於圖 10 之方法，在此係使用一排列在反應器上方具有傾斜澄清器之整合反應器/澄清器系統。圖 12 顯示一根據本發明方法，其中沉澱反應係在設計成驅動噴射反應器形式之密閉 IRCS(1)中進行。

藉由根據本發明 IRCS 及方法可製得許多化學化合物，可有目的地影響該等化合物之物理性質，如(例如)粒度、粒度分布、容積密度、敲緊密度、粒形等，因此在製程結束時可獲得訂製產物。此類化合物包括(例如)可加入各種摻雜元

素之鈷、鎳或鋅之碳酸鹽或鹼式碳酸鹽。較佳係亦將根據本發明用於製備鋅氧化物、銅氧化物或銀氧化物。此外，根據本發明 IRCS 及方法係特別適合用於製備鈮氧化物、鈮氧化物、鈮酸鹽及鈮酸鹽。同樣亦可製得二氧化鈦、二氧化鋯及二氧化鉛，其中相關氧化物可摻雜其他價態之金屬，如稀土元素，例如釷、鐳或鈾。二鈾酸銨、七鈾酸銨、二鈾酸鹽、七鈾酸鹽、仲鎢酸鹽、仲鎢酸銨、球狀正鎢酸及鈾酸同樣有利地可藉由根據本發明方法製得。

同樣可製得稀土金屬之氧化物。IRCS 可有利地用於製備尖晶石、鈣鈦礦及具有金紅石結構之固體化合物。微溶鹵化物及硫化物同樣可藉由根據本發明方法以高空間-時間產率及高敲緊密度獲得。根據本發明方法及 IRCS 係特別適合用於製備經塗布產物，其中類型極不同之均勻塗層可在高濃度懸浮液中進行。

具體言之，特別適合用於電化學電池作為前驅物及/或用於燃料電池之製造中作為電極材料之化合物可以此方法製得。這些化合物包括鎳氫氧化物或鎳氧氫氧化物，其可經一或多種二價或三價金屬如(例如)Co、Zn、Mn、Al 及/或三價稀土元素摻雜，雖然呈鈷氫氧化物或(例如)鋁氫氧化物形式之塗層亦可根據本發明沉積在基底組分，如(例如)鎳氫氧化物上。具有所界定物理性質之鋰/鐵磷酸鹽亦可經由 IRCS 獲得。通式 $Ni_xCo_{1-x}(OH)_2$ 之鎳/鈷混合氫氧化物特佳係藉由根據本發明方法製得，其較佳係用於電化學電池中作為前驅物及/或用於燃料電池之製造中作為電極材料。

因此，本發明提供通式 $\text{Ni}_x\text{Co}_{1-x}(\text{OH})_2$ 之粉狀 Ni,Co 混合氫氧化物(其中 $0 < x < 1$)，其具有一根據 ASTM D 3663 所量得小於 20 平方米/克之 BET 表面積及根據 ASTM B 527 所量得大於 2.4 克/立方厘米之敲緊密度。該等 Ni,Co 混合氫氧化物較佳係具有一小於 15 平方米/克之 BET 表面積及大於 2.45 克/立方厘米之敲緊密度，特佳係具有一小於 15 平方米/克之 BET 表面積及大於 2.5 克/立方厘米之敲緊密度，最特佳係具有一小於 15 平方米/克之 BET 表面積及大於 2.55 克/立方厘米之敲緊密度。

根據本發明粉狀 Ni,Co 混合氫氧化物亦以下列事實為特徵：其具有一根據 ASTM B 822 藉由 MasterSizer 所測得為 3-30 微米，較佳係 10-20 微米之 D_{50} 值。根據本發明 Ni,Co 混合氫氧化物可以球狀以及規則粒形製得。根據本發明之較佳 Ni,Co 混合氫氧化物的特徵特別係在於該等粒子之球狀外形，其形狀因數具有一大於 0.7，特佳係大於 0.9 之值。該等粒子之形狀因數可根據 US 5476530，第 7 及 8 欄及圖表所提方法測得。這方法提供一該等粒子之形狀因數，其係該等粒子之球度的度量。該等粒子之形狀因數亦可由材料之掃描電子顯微鏡影像測得。該形狀因數係藉由評估粒子圓周以及粒子表面積並計算衍生自個別量之直徑所測得。上述直徑係由下式提供

$$d_v = U/X$$

$$d_A = (4A/\pi)^{1/2}$$

該等粒子之形狀因數 f 係根據下式衍生自粒子圓周 U 及粒子表面積 A ：

$$f = \left(\frac{d_A}{d_U} \right) = \left(\frac{4\pi A}{U^2} \right)$$

在一理想球狀粒子的情況下， d_A 及 d_U 的大小相同且形狀因數將只可從這些量中之一者獲得。

圖 13 係以實例方式顯示一依照實例 1 所製得根據本發明 Ni,Co 混合金屬氫氧化物之掃描電子顯微鏡獲得的影像。

相較於慣用反應器系統中之標準沉澱作用，根據本發明 IRCS 裝置及根據本發明方法之使用明顯增加彈性，而且由其所產生之優勢可用於許多不同類型之化合物。可將本發明這些優勢概述於下：

a)使沉澱作用之重要製程參數，如析出物濃度、固體濃度及中性鹽濃度脫接並因此獲得決定性改善訂製產物設計之可能性的新自由度。

b)藉使固體滯留時間與母液滯留時間脫接，提高空間-時間產率以及生產率。

c)創造全新的自由度，其中所界定量之細微段係自該系統移除，因此可目的地影響粒度分布並進一步影響所得產物之性質至在各情況下由應用技術方面來看係最理想的預定輪廓。

本發明將藉由下列實例的幫助作更詳細的描述。

測定實例中所列產物之物理參數如下：

-晶粒尺寸係由 101 X-射線反射之半寬度算得。

- 比表面積(BET)係根據 ASTM D 3663 測得。
- D₅₀ 值係由 MasterSizer 量得之粒度分布測得。
- 敲緊密度係根據 ASTM B 527 測得。
- 形狀因數係根據 US 5476530 中所揭示方法測得。

【圖式簡單說明】

圖 1 至圖 5 顯示整合反應器/澄清器系統(IRCS)之示意圖。

圖 6 及圖 7 顯示澄清器之內部側面示意圖。

圖 8 顯示固體粒子沉在傾斜澄清器中之示意圖。

圖 9 顯示反應之自由度與新自由度圖表。

圖 10 顯示熱交換器系統之示意圖。

圖 11 係說明一使用一排列在反應器上方具有傾斜澄清器之整合反應器/澄清器系統的根據本發明方法。

圖 12 顯示一在設計成驅動噴射反應器形式之密閉 IRCS(1)中進行沉澱反應之根據本發明方法。

圖 13 係顯示一依照實例 1 所製得根據本發明 Ni,Co 混合金屬氫氧化物之掃描電子顯微鏡獲得的影像。

【實施方式】

實例

實例 1

將圖 10 所說明之 IRCS 裝入 200 公升含有 2 克/公升 NaOH、13 克/公升 NH₃ 及 130 克/公升 Na₂SO₄ 之水性母液。然後以 5 立方米/小時之體積流率操作循環泵浦(4)並以 90 公升/小時之體積流率操作泵浦(2)。泵浦(12)自傾斜澄清器(5)將母液運送至循環容器(13)，其自該處經由自由溢流(15)流回

102年5月31日送呈

到 IRCS 中。一旦液體離開溢流(15)，泵浦(17)開始操作並經由過濾器元件(16)將母液送入循環容器(18)中，其自該處經由自由溢流(19)流回到循環容器(13)中。泵浦(17)係以 90 公升/小時之體積流率進行操作。使攪拌器(14)以 300r.p.m.的速度運作及使攪拌器(2)以 544r.p.m.的速度進行運作並藉由熱交換器(3)將整個系統的溫度調整至 48°C 後，使析出溶液之計量泵浦進行運作。泵浦(6)以 25 公升/小時之體積流率運送一含 101.9 克/公升鎳及 18.1 克/公升鈷之金屬硫酸鹽溶液。藉由泵浦(7)量入 5.6 公升/小時濃度為 750 克/公升之氫氧化鈉溶液 (NaOH)。泵浦(8)將 3.1 公升/小時之 25%氨溶液及泵浦(9)將 21.8 公升/小時之去離子水運送至反應器中。然後打開泵浦(21)及(22)並自系統移除母液。泵浦(21)運送 46.9 公升/小時至廢水處理單元，其中氨亦被回收。泵浦(22)將 1 公升/小時母液運送至自動分析儀中並於該處每小時測量氨含量及過量氫氧化鈉 3 次。泵浦(10)將固體含量為 600 克/公升之所得產物懸浮液經由裝料高度調整裝置自反應器運送至連接下游之抽氣過濾器並於該處過濾並清洗懸浮液。反應器在 100 小時後達到穩定態。以 400 公升之水清洗在後面 24 小時內所形成之產物，然後在 80°C 下乾燥箱中乾燥至恆重。獲得 115 公斤具有下列產物性質之 Ni,Co 混合氫氧化物(NiCo)(OH)₂：

晶粒尺寸：110 埃

BET：6.3 平方米/克

D₅₀ 值：11.2 微米

敲緊密度：2.46 克/立方厘米

圖 13 之掃描電子顯微鏡影像顯示所製得 Ni,Co 混合氫氧化物之特定球度，其形狀因數為 0.8。

實例 2

將圖 10 所說明之 IRCS 裝入 200 公升含有 2 克/公升 NaOH、13 克/公升 NH_3 及 130 克/公升 Na_2SO_4 之水性母液。然後以 5 立方米/小時之體積流率操作循環泵浦(4)並以 90 公升/小時之體積流率操作泵浦(2)。泵浦(12)自傾斜澄清器(5)將母液運送至循環容器(13)，其自該處經由自由溢流(15)流回到 IRCS 中。一旦液體離開溢流(15)，泵浦(17)開始運作並經由過濾器元件(16)將母液送入循環容器(18)中，其自該處經由自由溢流(19)流回到循環容器(13)中。泵浦(17)係以 90 公升/小時之體積流率進行操作。使攪拌器(14)以 300r.p.m.的速度進行運作及使攪拌器(2)以 544r.p.m.的速度進行運作並藉由熱交換器(3)將整個系統的溫度調整至 48°C 後，然後使析出溶液之計量泵浦運作。泵浦(5)以 25 公升/小時之體積流率運送一含 101.9 克/公升鎳及 18.1 克/公升鈷之金屬硫酸鹽溶液。藉由泵浦(7)量入 5.6 公升/小時濃度為 750 克/公升之氫氧化鈉 (NaOH)。泵浦(8)將 3.1 公升/小時之 25%氨溶液及泵浦(9)將 21.8 公升/小時之去離子水運送至反應器中。然後打開泵浦(21)及(22)並自系統移除母液。泵浦(21)運送 15.4 公升/小時至廢水處理單元，其中氨亦被回收。泵浦(22)將 1 公升/小時母液運送至自動分析儀中，於該處每小時測量氨含量及過量氫氧化鈉 3 次。藉由泵浦(23)自 IRCS(循環容器(10))移除 32 公升/小時固體含量為 1.5 克/公升之混濁溶液。泵浦(10)將固體含

102年5月31日送呈

量為 600 克/公升之所得產物懸浮液經由裝料高度調整設備自反應器運送至連接下游之抽氣過濾器，於該處過濾及清洗懸浮液。反應器在 100 小時後達到穩定態。以 400 公升之水清洗在後面 24 小時內所形成之產物，然後在 80°C 下乾燥箱中乾燥至恆重。獲得 115 公斤具有下列產物性質之 Ni,Co 混合氫氧化物(NiCo)(OH)₂：

晶粒尺寸：108 埃

BET：6.1 平方米/克

D₅₀ 值：15.2 微米

敲緊密度：2.54 克/立方厘米

形狀因數：0.9。

實例 3

將圖 11 所說明之 IRCS 裝入 200 公升含有 5 克/公升 NaOH、10 克/公升 NH₃ 及 172 克/公升 Na₂SO₄ 之水性母液。然後以 5 立方米/小時之體積流率操作循環泵浦(4)並以 90 公升/小時之體積流率操作泵浦(2)。泵浦(12)自傾斜澄清器(5)將母液運送至循環容器(13)中，其自該處經由自由溢流(15)流回到 IRCS。一旦液體離開溢流(15)，泵浦(17)開始運作並經由過濾器元件(16)將母液送入循環容器(18)中，其自該處經由自由溢流(19)流回到循環容器(13)中。泵浦(17)係以 90 公升/小時之體積流率進行操作。使攪拌器(14)以 300r.p.m. 的速度進行運作及使攪拌器(2)以 480r.p.m. 的速度進行運作並藉由熱交換器(3)將整個系統的溫度調整至 45°C 後，然後使析出溶液之計量泵浦運作。泵浦(6)運送 20.4 公升/小時一含 109.6

~~102年5月31日送呈~~

克/公升鎳、2.84 克/公升鈷及 7.57 克/公升鋅之金屬硫酸鹽溶液。藉由泵浦(7)量入 4.62 公升/小時濃度為 750 克/公升之氫氧化鈉溶液(NaOH)。泵浦(8)將 1.51 公升/小時之 25%氨溶液及泵浦(9)將 8.29 公升/小時之去離子水運送至反應器中。然後打開泵浦(21)及(22)並自系統移除母液。泵浦(21)運送 3.0 公升/小時至廢水處理單元，其中氨亦被回收。泵浦(22)將 1 公升/小時母液運送至自動分析儀中，於該處每小時測量氨含量及過量氫氧化鈉 3 次。藉由泵浦(23)自 IRCS(循環容器(10)) 移除 20.5 公升/小時固體含量為 2.0 克/公升之混濁溶液。泵浦(10)將固體含量為 360 克/公升之所得產物懸浮液經由裝料高度調整設備自反應器運送至連接下游之抽氣過濾器，於該處過濾及清洗懸浮液。反應器在 90 小時後達到穩定態。以 400 公升之水清洗在後面 24 小時內所形成之產物，然後在 80°C 下乾燥箱中乾燥至恆重。獲得 93 公斤具有下列產物性質之 Ni,Co,Zn 混合氫氧化物(Ni,Co,Zn)(OH)₂：

晶粒尺寸：67 埃

BET：10.1 平方米/克

D₅₀ 值：15.1 微米

敲緊密度：2.40 克/立方厘米

形狀因數：0.75。

對照實例 1

將圖 10 所說明之 IRCS 裝入 200 公升含有 2 克/公升 NaOH、13 克/公升 NH₃ 及 130 克/公升 Na₂SO₄ 之水性母液。然後以 5 立方米/小時之體積流率操作循環泵浦(4)並以 90 公

102年5月31日送呈

升/小時之體積流率操作泵浦(2)。泵浦(12)自傾斜澄清器(5)將母液運送至循環容器(13)，其自該處經由自由溢流(15)流回到 IRCS 中。一旦液體離開溢流(15)，泵浦(17)開始運作並經由過濾器元件(16)將母液送入循環容器(18)中，其自該處經由自由溢流(19)流回到循環容器(13)中。泵浦(17)係以 90 公升/小時之體積流率進行操作。使攪拌器(14)以 300r.p.m.的速度進行運作及使攪拌器(2)以 544r.p.m.的速度進行運作並藉由熱交換器(3)將整個系統的溫度調整至 48°C 後，然後使析出溶液之計量泵浦進行運作。泵浦(6)以 4.01 公升/小時之體積流率運送一含 101.9 克/公升鎳及 18.1 克/公升鈷之金屬硫酸鹽溶液。藉由泵浦(7)量入 0.89 公升/小時濃度為 750 克/公升之氫氧化鈉溶液(NaOH)。泵浦(8)將 0.50 公升/小時之 25%氨溶液及泵浦(9)將 3.49 公升/小時之去離子水運送至反應器中。然後打開泵浦(22)並自系統移除 1 公升/小時之母液，使其通過一自動分析裝置並於該處每小時測量氨含量及過量氫氧化鈉 3 次。泵浦(10)將固體含量為 96 克/公升之所得產物懸浮液經由裝料高度調整設備自反應器運送至連接下游之抽氣過濾器並於該處過濾及清洗懸浮液。反應器在 100 小時後達到穩定態。以 400 公升之水清洗在後面 24 小時內所形成之產物，然後在 80°C 下乾燥箱中乾燥至恆重。獲得 115 公斤具有下列產物性質之 Ni,Co 混合氫氧化物(NiCo)(OH)₂：

晶粒尺寸：106 埃

BET：13.1 平方米/克

D₅₀ 值 TGV：21.3 微米

敲緊密度：2.23 克/立方厘米

對照實例 2

將圖 10 所說明之 IRCS 裝入 200 公升含有 5 克/公升 NaOH、10 克/公升 NH_3 及 172 克/公升 Na_2SO_4 之水性母液。然後以 5 立方米/小時之體積流率操作循環泵浦(4)並以 90 公升/小時之體積流率操作泵浦(2)。泵浦(12)將母液自傾斜澄清器(5)運送至循環容器(13)中，其自該處經由自由溢流(15)流回到 IRCS 中。一旦液體離開溢流(15)，泵浦(17)開始運作並經由過濾器元件(16)將母液送入循環容器(18)中，其自該處經由自由溢流(19)流回到循環容器(13)中。泵浦(17)係以 90 公升/小時之體積流率進行操作。使攪拌器(14)以 300r.p.m.的速度進行運作及使攪拌器(2)以 480r.p.m.的速度進行運作並藉由熱交換器(3)將整個系統的溫度調整至 45°C 後，然後使析出溶液之計量泵浦運作。泵浦(6)以 6.69 公升/小時之體積流率運送一含 109.6 克/公升鎳、2.84 克/公升鈷及 7.57 克/公升鋅之金屬硫酸鹽溶液。藉由泵浦(7)量入 1.52 公升/小時濃度為 750 克/公升之氫氧化鈉溶液(NaOH)。泵浦(8)將 1.51 公升/小時之 25%氨溶液及泵浦(9)將 8.29 公升/小時之去離子水運送至反應器中。然後打開泵浦(22)，將 1 公升/小時之母液運送至自動分析儀中並於該處每小時測量氨含量及過量氫氧化鈉 3 次。泵浦(10)將固體含量為 120 克/公升之所得產物懸浮液經由料高度調整設備自反應器運送至連接下游之抽氣過濾器並於該處過濾及清洗懸浮液。反應器在 90 小時後達到穩定態。以 150 公升之水清洗在後面 24 小時內所形成之產物，然後在

102年5月31日送呈

80°C 下乾燥箱中乾燥至恆重。獲得 30.5 公斤具有下列產物性質之 Ni,Co,Zn 混合氫氧化物(NiCoZn)(OH)₂：

晶粒尺寸：63 埃

BET：12.0 平方米/克

D₅₀ 值：11.9 微米

敲緊密度：2.21 克/立方厘米

【符號說明】

圖 1

- | | |
|---|-------|
| 1 | 反應器 |
| 3 | 薄層 |
| 4 | 傾斜澄清器 |

圖 2

- | | |
|---|-------|
| 1 | 反應器 |
| 4 | 傾斜澄清器 |
| 5 | 板 |

圖 3

- | | |
|---|------|
| 1 | 反應器 |
| 3 | 薄層 |
| 4 | 傾斜載體 |

圖 4

- | | |
|----|------|
| 6 | 反應器 |
| 7 | 上方區域 |
| 11 | 噴嘴 |
| 14 | 泵浦 |

圖 5	
6	反應器
7	下方區域
8	薄層
9	板
11	噴嘴
14	泵浦
圖 6	
20	傾斜澄清器
21	薄層
22	溝槽
圖 7	
24	傾斜澄清器
25	軌道系統
26	薄層
圖 8	
30	固體粒子
31	薄板
32	直線
圖 9	
40	技術極限
41	經濟極限
42	二維區域
43	經濟極限

102年5月31日送呈

44	化學極限
圖 10	
1	攪拌反應器
2	攪拌器；泵浦
3	熱交換器
4	循環泵浦
5	傾斜澄清器
6	泵浦
7	泵浦
8	泵浦
9	泵浦
10	泵浦
11	溢流
12	泵浦
13	循環容器
14	攪拌器
15	溢流
16	過濾器元件
17	泵浦
18	循環容器
19	溢流
20	探針
21	泵浦
22	泵浦

23	泵浦
25	高度可調板
圖 11	
2	攪拌器；泵浦
3	熱交換器
4	循環泵浦
5	傾斜澄清器
6	泵浦
7	泵浦
8	泵浦
9	泵浦
10	泵浦
12	泵浦
13	循環容器
14	攪拌器
15	溢流
16	過濾器元件
17	泵浦
18	循環容器
19	溢流
21	泵浦
22	泵浦
23	泵浦

圖 12

~~102年5月31日送呈~~

- 1 反應器
- 2 噴嘴
- 3 熱交換器

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

無

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

無

【序列表】

無

申請專利範圍

1. 一種通式為 $Ni_xCo_{1-x}(OH)_2$ 之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其中 $0 < x < 1$ ，其特徵在於其具有一根據 ASTM D 3663 所量得小於 20 平方米/克之 BET 表面積及根據 ASTM B 527 所量得大於 2.4 克/立方公分之敲緊密度；該粉狀粒子具有一球狀外形；且該粉狀粒子具有一大於 0.7 之形狀因數。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其特徵在於其具有一根據 ASTM D 3663 所量得小於 15 平方米/克之 BET 表面積及根據 ASTM B 822 所量得大於 2.45 克/立方公分之敲緊密度。
3. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其特徵在於其具有一根據 ASTM D 3663 所量得小於 15 平方米/克之 BET 表面積及根據 ASTM B 822 所量得大於 2.5 克/立方公分之敲緊密度。
4. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項中任一項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其特徵在於其具有一根據 ASTM D 3663 所量得小於 15 平方米/克之 BET 表面積及根據 ASTM B 822 所量得大於 2.55 克/立方公分之敲緊密度。
5. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項中任一項之粉狀 Ni、Co

102年5月31日送呈

混合氫氧化物，其特徵在於其具有一根據 ASTM B 822 藉由 MasterSizer 所測得為 3-30 微米之 D_{50} 值。

6. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項中任一項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其特徵在於其具有一根據 ASTM B 822 藉由 MasterSizer 所測得為 10-20 微米之 D_{50} 值。
7. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項中任一項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物，其特徵在於該粉狀粒子具有一大於 0.9 之形狀因數。
8. 一種根據申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物之用途，係用於製造電化學電池。
9. 一種根據申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項之粉狀 Ni、Co 混合氫氧化物之用途，係用於燃料電池之製造中作為電極材料。

圖式

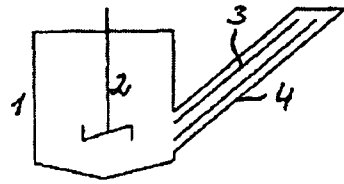


圖 1

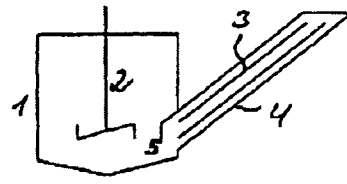


圖 2

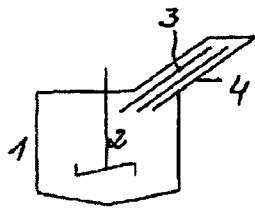


圖 3

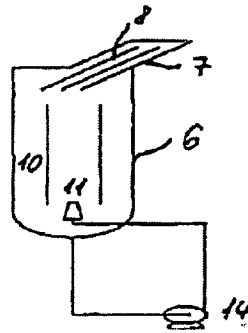


圖 4

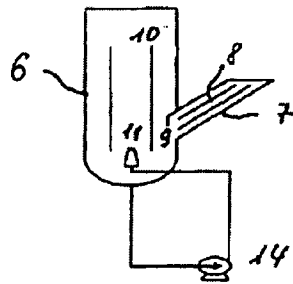


圖 5

102年5月31日送呈

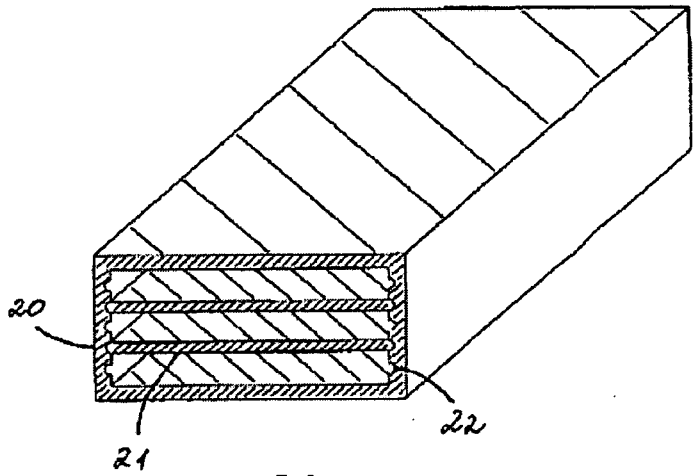


图 6

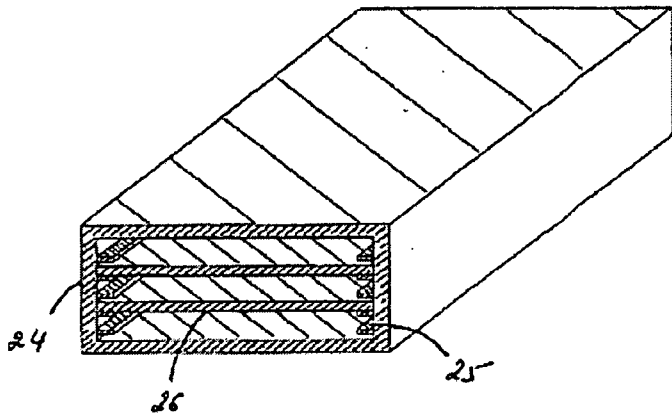


图 7

~~102年5月31日送呈~~

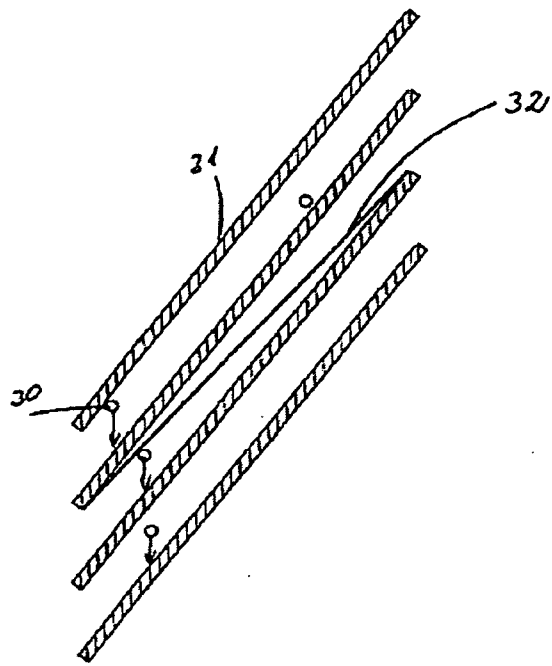


圖 8

102年5月31日送呈

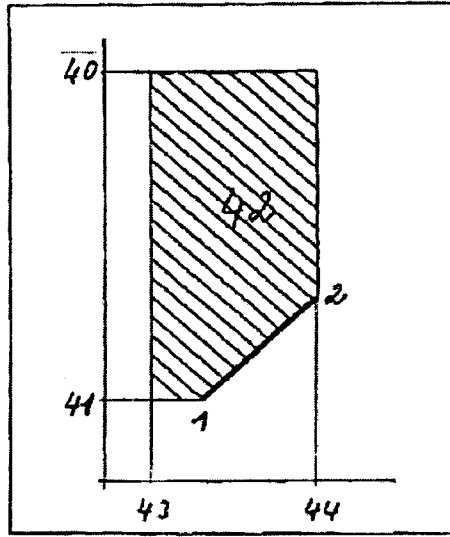


圖 9

102年5月31日送呈

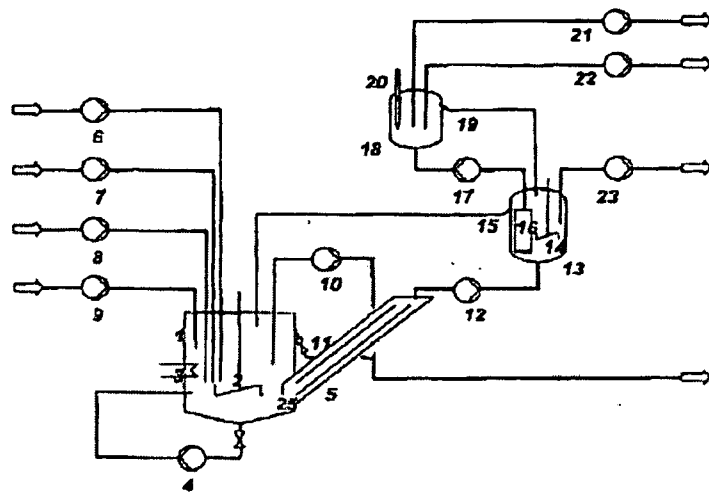


圖 10

102年5月31日送呈

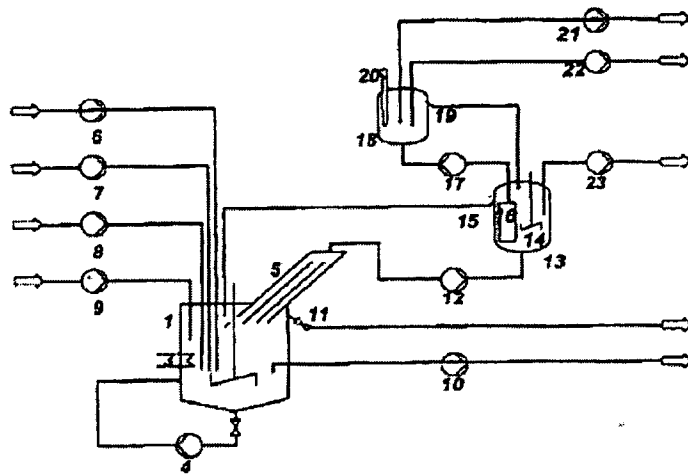


图 11

102年5月31日送呈

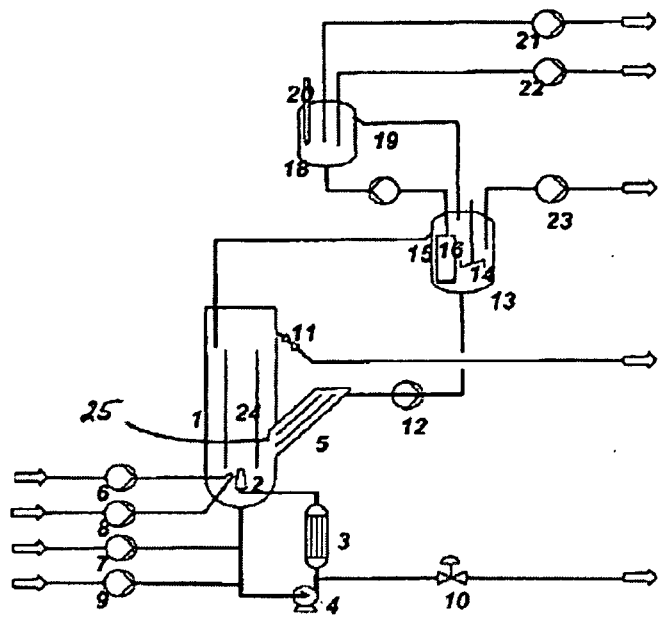


圖 12

102年5月31日送呈

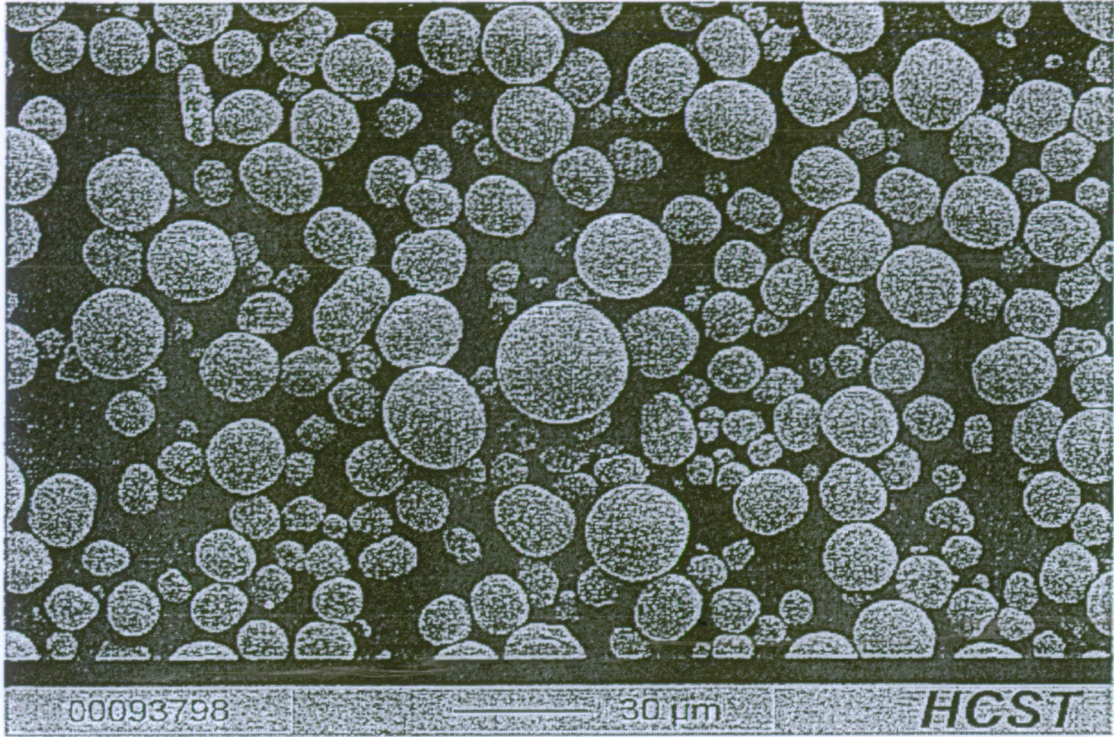


圖 13