



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103122465 B

(45) 授权公告日 2015. 06. 17

(21) 申请号 201210411942. X

GB 842898 A, 1960. 07. 27,

(22) 申请日 2012. 10. 25

CN 1513628 A, 2004. 07. 21,

US 2846381 A, 1958. 08. 05,

(73) 专利权人 扬州双盛锌业有限公司

地址 225003 江苏省扬州市邗江区公道镇工业园区

审查员 李茂营

(72) 发明人 徐桂森 许文林 陈新雨

(74) 专利代理机构 南京苏科专利代理有限责任公司 32102

代理人 任利国

(51) Int. Cl.

C25C 5/02(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1062488 A, 1992. 07. 08,

CN 102181886 A, 2011. 09. 14,

权利要求书2页 说明书14页

(54) 发明名称

一种片状金属粉末的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种片状金属粉末的制备方法,依次包括如下步骤:将待制成片状粉末的金属加工成板状,作为可溶性阳极使用,在电化学反应器的阳极室中,以上述金属的硫酸盐和硫酸水溶液为电解液,使可溶性阳极氧化成相应的金属离子进入阳极液中;再经过固液分离、阳极液除杂后,在阳极液中添加烷基糖苷表面活性剂并将 pH 值调节到 5.0-6.5 之间,然后将电解液注入电化学反应器的阴极室中,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到待制金属,同时启动超声波发生装置使待制金属在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,再经过固液分离、洗涤、真空干燥和筛分包装得到合格的片状金属粉末。该制备方法工艺合理方便、制备过程安全可靠、制备产品质量好。

1. 一种片状金属粉末的制备方法,其特征在于,依次包括如下步骤:

(1) 机械加工成形:将待制成片状粉末的金属加工成板状,作为可溶性阳极使用;所述待制成片状粉末的金属为锌、铜、铁、钴、镍中的任意一种或两种以上的组合;

(2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以上述金属的硫酸盐和硫酸水溶液为电解液,所述金属硫酸盐中的金属以二价状态存在,在可溶性阳极与电解液界面上发生上述金属的氧化反应,使可溶性阳极氧化成相应的金属离子进入阳极液中;

(3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

(4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比待制金属易在阴极析出的其它金属杂质离子;

(5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀,所述烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为(0.1-1):100,然后采用硫酸将溶液的pH值调节到5.0-6.5之间作为下一步的电解液使用;

(6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,所述电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到待制金属,在阴极上得到待制金属的同时启动所述超声波发生装置,超声波使待制金属在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中;

(7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中所述金属硫酸盐和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

(8) 洗涤:采用洗涤剂对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中电解液残液脱离,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

(9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于真空干燥设备中,将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

(10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在筛分设备中筛分得到合格的片状金属粉末,对片状金属粉末进行包装。

2. 根据权利要求1所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(2)阳极溶解过程中和步骤(6)电化学沉积过程中所述的电化学反应器为釜式、槽式或管式容器,且为双室电解槽;步骤(6)中所述超声波发生装置为探头式超声波发生器、振板式超声波发生器或浸没式超声波发生器。

3. 根据权利要求2所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:所述超声波的超声频率15-80kHz,超声作用强度为0.2-50.0W/cm²。

4. 根据权利要求1所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(6)所述的电解液中待制成片状粉末的金属离子的浓度为5.0-15.0g/L,所述电化学反应器的阴极电流密度为1000-3500A/m²,所述电化学反应器的操作温度为0-60℃。

5. 根据权利要求1所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的电解液中待制成片状粉末的金属离子的浓度为0.1-5.0g/L,所述硫酸浓度为5.0-150.0g/L,所述阳极电流密度为100-1500A/m²。

6. 根据权利要求 1 所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(5)所述的烷基糖苷表面活性剂为辛烷基葡糖苷、癸烷基聚葡萄糖苷、十二烷基糖苷、十四烷基糖苷、十六烷基葡萄糖苷或十八烷基糖苷中的任意一种或几种的组合,所述烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.6 ~ 2。

7. 根据权利要求 1 所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(4)所述螯合树脂为 D401 螯合树脂、D403 螯合树脂或 D405 螯合树脂。

8. 根据权利要求 1 所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(8)中所述的洗涤剂为水、乙醇、苯或环己烷中的任意一种或几种的组合。

9. 根据权利要求 1 所述的片状金属粉末的制备方法,其特征在于:步骤(9)所述的真空干燥设备为真空干燥烘箱、连续式真空干燥机、板式真空干燥机、回转真空干燥机或真空盘式连续干燥机中任意一种;步骤(10)所述的筛分设备是振动筛、气流筛或流化床筛分设备中任意一种。

一种片状金属粉末的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种片状金属粉末的制备方法。

背景技术

[0002] 锌、铜、铁、钴、镍等金属以及合金的超细片状粉末是指粒径在 10-100 μm 之间的微小片状粉末粒子,特别是金属及其合金片状粉末具有导电导热性能好、粒径小、耐腐蚀、表面光洁、流动性强等特点。在力学、电学、化学和功能材料的制造等领域有许多特异性能和极大的潜在应用价值。制备金属及其合金片状粉末粒子,获得具有特殊功能的粉末材料在许多领域有重要的应用。

[0003] 国内外制备片状粉末的生产工艺主要有化学法、机械碎法和电解法等。

[0004] (1) 化学法:主要是化学气相沉积直流电弧等离子体、电子束加热等气相等。

[0005] (2) 机械粉碎法:主要是雾化法、球磨法雾化法是采用惰性气体、空气、水或油等高压流体喷吹熔融金属流,使之片状粉末碎并通过急冷形成金属离子或片状粉末。雾化法的生产率高、成本低,但是金属片状粉末的粒度较大;球磨法是目前制备片状粉末最常用的方法,该方法是将颗粒状的金属片状粉末碎,并挤压成片状。按加入配料方式的不同可以将球磨法分为干式球磨法和湿式球磨法。干式球磨法的工艺简单,但是效率较低;湿式球磨法具有设备简单、研磨效果好、产品合格率高等优点,但是,工艺比较复杂。

[0006] (3) 电解法:电解法生产金属片状粉末主要是在低浓度的金属离子溶液中,采用阴极还原技术电化学沉积得到金属或者合金,及时将在阴极还原得到的金属片状粉末脱离阴极板,使得金属片状粉末颗粒的生成速度大于其长大速度,并用表面修饰剂抑制其长大,从而得到超细活性金属片状粉末。

[0007] 电解法生产的金属粉末呈树枝状,比表面积大,活性好,作为还原剂使用具有还原效果好,可减少金属粉末的用量等特点。而且电解法的制备工艺相对简单、细片状粉末得率高、操作控制方便、生产成本较低,应用越来越广泛。

[0008] 但是,为了满足不断研发的应用要求的提高,特别是对金属粉末的化学组分、物理性能等的要求的提高,亟待开发制备不同合金组分的金属材料以及粒度细微化的片状粉末的制备工艺和技术。

发明内容

[0009] 本发明的目的在于,克服现有技术中存在的问题,提供一种片状金属粉末的制备方法,工艺合理方便、制备过程安全可靠且制备的产品质量好。

[0010] 为解决以上技术问题,本发明所提供的一种片状金属粉末的制备方法,依次包括如下步骤:(1) 机械加工成形:将待制成片状粉末的金属加工成板状,作为可溶性阳极使用;(2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以上述金属的硫酸盐和硫酸水溶液为电解液,所述金属硫酸盐中的金属以二价状态存在,在可溶性阳极与电解液界面上发生上述金属的氧化反应,使可溶性阳极氧

化成相应的金属离子进入阳极液中；(3) 固液分离：将上一步制得的阳极液在固液分离设备中进行固液分离，液相阳极液进入下一步；(4) 阳极液除杂：将上一步得到的阳极液采用螯合树脂进行离子交换，除去阳极液中比待制金属易在阴极析出的其它金属杂质离子；(5) 阳极液组分调控：向上一步除杂后的阳极液中添加烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀，所述烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为(0.1-1):100，然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.0-6.5 之间作为下一步的电解液使用；(6) 电化学沉积：将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中，所述电化学反应器设有超声波发生装置，在阴极发生电化学反应还原反应沉积析出得到待制金属，在阴极上得到待制金属的同时启动所述超声波发生装置，超声波使待制金属在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中；(7) 固液分离：在固液分离设备中，将上一步得到的固液混合物进行分离，经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中所述金属硫酸盐和硫酸水溶液使用，固相物料进入下一步；(8) 洗涤：采用洗涤剂对上一步得到的固相物料进行洗涤，将固相物料中电解液残液脱除，洗涤液经过分离处理后循环利用，洗涤后的固相物料进入下一步；(9) 干燥：将上一步得到的固相物料置于真空干燥设备中，将物料烘至恒重，经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步；(10) 筛分包装：将上一步得到的片状粉末物料，在筛分设备中筛分得到合格的片状金属粉末，对片状金属粉末进行包装。

[0011] 作为本发明的优选方案，所述待制成片状粉末的金属为锌、铜、铁、钴、镍中的任意一种或两种以上的组合。

[0012] 作为本发明的优选方案，步骤(2)阳极溶解过程中和步骤(6)电化学沉积过程中所述的电化学反应器为釜式、槽式或管式容器，且为双室电解槽；作为本发明的优选方案，步骤(6)中所述超声波发生装置为探头式超声波发生器、振板式超声波发生器或浸没式超声波发生器。

[0013] 作为本发明的优选方案，所述超声波的超声频率 15-80kHz，超声作用强度为 0.2-50.0W/cm²。超声作用强度过小，空化效果不明显，剥离效果差；超声作用强度过大，破坏设备，浪费能量。

[0014] 作为本发明的优选方案，步骤(6)所述的电解液中待制成片状粉末的金属离子的浓度为 5.0-15.0g/L，所述电化学反应器的阴极电流密度为 1000-3500A/m²，所述电化学反应器的操作温度为 0-60℃。金属离子浓度过小，电流效率和生产效率低；金属离子浓度过大，金属粉末颗粒大；操作电流密度过小，生产效率低；操作电流密度过大，流效率和能量利用效率低。

[0015] 作为本发明的优选方案，步骤(2)所述的电解液中待制成片状粉末的金属离子的浓度为 0.1-5.0g/L，所述硫酸浓度为 5.0-150.0g/L，所述阳极电流密度为 100-1500A/m²。金属离子浓度过小，电流效率和生产效率低；金属离子浓度过大，金属粉末颗粒大；操作电流密度过小，生产效率低；操作电流密度过大，流效率和能量利用效率低。

[0016] 作为本发明的优选方案，步骤(5)所述的烷基糖苷表面活性剂为辛烷基葡萄糖苷、癸烷基聚葡萄糖苷、十二烷基糖苷、十四烷基糖苷、十六烷基葡萄糖苷或十八烷基糖苷中的任意一种或几种的组合，所述烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.6 ~ 2。

[0017] 作为本发明的优选方案，步骤(4)所述螯合树脂为 D401 螯合树脂、D403 螯合树脂或 D405 螯合树脂。螯合树脂是能与金属离子形成多配位络合物的交联功能高分子材料，螯

合树脂吸附金属离子的机理是树脂上的功能原子与金属离子发生配位反应,形成类似小分子螯合物的稳定结构,与离子交换树脂相比,螯合树脂与金属离子的结合力更强,选择性也更高,可广泛应用于各种金属离子的回收分离。

[0018] 作为本发明的优选方案,步骤(8)中所述的洗涤剂为水、乙醇、苯或环己烷中的任意一种或几种的组合。

[0019] 作为本发明的优选方案,步骤(9)所述的真空干燥设备为真空干燥烘箱、连续式真空干燥机、板式真空干燥机、回转真空干燥机或真空盘式连续干燥机中任意一种;步骤(10)所述的筛分设备是振动筛、气流筛或流化床筛分设备中任意一种。

[0020] 相对于现有技术,本发明取得了以下有益效果:以金属板为阳极,一定浓度的金属离子溶液为电解液,采用损失阳极法维持电解液中的金属离子浓度恒定,从而使金属的生成速率在电解的过程中维持不变;在电解过程中发生的电极反应式如下,以锌为例,阳极: $Zn-2e^{-}\rightarrow Zn^{2+}$;阴极: $Zn^{2+}+2e^{-}\rightarrow Zn$ 。该制备方法具有工艺合理方便、制备过程安全可靠、制备产品质量好的特点,具体表现在:

[0021] 1. 采用电化学沉积-超声剥离和分散-添加剂保护和抗团聚耦合技术,使该片状金属粉末的制备方法具有工艺简单、生产周期短、成本低、无污染、产品纯度高的特点;提高能量利用效率;第(2)步阳极溶解与第(6)步电化学沉积采用同一反应器的阴、阳室中进行,进一步提高了能量利用和设备利用效率;在第(7)固-液分离后,经固-液分离得到的液相循环利用到第(2)步骤中,作为阳极溶解过程中所述金属硫酸盐和硫酸水溶液使用,进一步减少“三废”量,提高资源的利用效果。

[0022] 2. 充分利用超声的空化作用和机械振动作用,可以防止金属粉末堆积,使生成的金属粉末及时从阴极上脱落,从而有助于降低金属粉末的粒度;另外,超声作用有助于消除电解液的浓差极化,提高阴极析出电位,使电流效率增加。

[0023] 3. 采用烷基糖苷表面活性剂为电化学沉积过程的添加剂,为产品的保护和产品的后期使用提供了非常有利的条件;添加剂会对金属离子在电解过程的放电历程和放电析出层的结构造成影响,在电解液中加入添加剂有助于改善并控制金属片状粉末的形貌。添加剂还可以提高金属片状粉末的分散性,避免金属片状粉末的团聚,降低金属片状粉末的粒度,采用烷基糖苷表面活性剂为电化学沉积过程的添加剂,为产品的保护和产品的后期使用提供了非常有利的条件。

[0024] 4. 在进行电化学沉积前设置阳极液除杂和溶液成分调控,进一步控制电化学沉积产物的产品纯度和形貌;片状金属粉制备和产品的保护同时进行,不但提高了效率,而且改善了产品的性能。

[0025] 5. 在有氧存在的情况下,金属粉末易被氧化且易燃易爆;采用真空干燥技术对金属粉末进行干燥可以保证金属粉末的质量不受影响;片状金属粉末制备和产品的保护同时进行,不但提高了效率,安全可靠,而且改善了产品的性能。

[0026] 本发明方法易于实现连续操作,特别适用于大规模制备片状金属粉末,本发明工艺合理,方法简单易行,环保节能,操作费用低,产品质量好。

[0027] 普通电解法制备片状金属粉末是一种比较成熟的方法,也是工业上生产片状金属粉末的常见方法;然而其制备过程中间隔一定时间才将沉积在阴极的金属粉末采用机械方法刮掉,这样,沉积的颗粒不能及时脱离阴极表面,就会迅速长大,其粒度一般在十几微米

以上;另外还要经过球磨分筛等工艺方能得到最终片状粉末。而超声电解法首先解决了普通电解中刮片状粉末的问题,此外,超声振动及产生的射流能使沉积在阴极表面的金属迅速脱离阴极表面随溶液的流动分散在整个溶液中,防止金属颗粒的长大;而超声空化产生的巨大压力或射流能将溶液中的大颗粒片状粉末击碎,即使在沉积速度比较快的情况下,所得片状粉末的粒度也不会很大。总之,超声的加入对片状粉末粒度的降低有很大作用,超声的振动和产生的射流作用在阴极表面上,会将沉积在其表面上的金属振散并且以微小颗粒悬浮于电解液中。

[0028] 烷基糖苷表面活性剂的官能团在金属颗粒表面吸附或局部包覆使金属颗粒表面有机化而达到表面改性。

[0029] ①由于添加的烷基糖苷表面活性剂分子由亲水的极性基和亲油的非极性基两部分组成,当烷基糖苷表面活性剂和有机性的颗粒接触时,表面活性剂的极性基便被吸附在颗粒表面,让非极性基展露在外与其他有机介质亲和,从而使表面张力降低,使有机相分子渗入到聚集颗粒中,超细粒子相互分离,达到分散的效果。

[0030] ②烷基糖苷表面活性剂的作用是控制阴极表面突出部分的晶粒不使其继续长大,从而促使电积物均匀。烷基糖苷表面活性剂是导电性差的表面活性物质,它容易吸附在突出的晶粒表面上而形成分子薄膜,抑制阴极上活性区域的迅速发展,从而改善晶粒的大小。

[0031] ③烷基糖苷表面活性剂会对金属离子在电解过程的放电路程和放电析出层的结构造成一定的影响,在电解液中加入烷基糖苷表面活性剂有助于改善并控制金属片状粉末的形貌。烷基糖苷表面活性剂还可以提高片状金属粉末的分散性,避免金属粉末末的团聚,降低片状金属粉末的粒度。

[0032] 本发明解决了电解法制备片状金属粉末的电流效率低、尺寸和形状不易控制的技术难题,同时还解决了传统制备片状金属粉末的方法污染大、成本高和安全隐患大的技术难题。

具体实施方式

[0033] 实施例一

[0034] 本发明的鳞片状锌粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0035] (1) 机械加工成形:将金属锌采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0036] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸锌和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生锌的氧化反应,使可溶性阳极氧化成锌离子进入阳极液中,电化学反应器为釜式容器,且为双室电解槽;电解液中锌离子浓度为 0.1g/L,硫酸浓度为 5.0g/L,阳极电流密度为 100A/m²;

[0037] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0038] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D401 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比锌易在阴极析出的金属杂质离子;

[0039] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加辛烷基葡萄糖苷表面活性剂并搅拌均匀,烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.1:100,然后采用硫酸将溶液

的 pH 值调节到 5.0 之间作为下一步的电解液使用, 辛烷基葡萄糖苷的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.6。

[0040] (6) 电化学沉积: 将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中, 电化学反应器设有超声波发生装置, 在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属锌, 在阴极上得到金属锌的同时启动超声波发生装置, 超声波使金属锌在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中, 电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽; 电解液中锌离子浓度为 5.0g/L, 电化学反应器的阴极电流密度为 1000A/m², 电化学反应器的操作温度为 0℃; 超声波发生装置为探头式超声波发生器; 超声波的超声频率 15kHz, 超声作用强度为 0.2W/cm²;

[0041] (7) 固液分离: 在固液分离设备中, 将上一步得到的固液混合物进行分离, 经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸锌和硫酸水溶液使用, 固相物料进入下一步;

[0042] (8) 洗涤: 先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤, 将固相物料中可溶于水的物质脱除, 再采用乙醇对固相物料进行洗涤, 继续将固相物料中电解液残液脱除, 洗涤液经过分离处理后循环利用, 洗涤后的固相物料进入下一步;

[0043] (9) 干燥: 将上一步得到的固相物料置于真空干燥烘箱中, 在 80℃ 下将物料烘至恒重, 经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0044] (10) 筛分包装: 将上一步得到的片状粉末物料, 在振动筛中筛分得到合格的鳞片状锌粉, 锌的成粉效率达到 99.17%, 锌粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间, 然后对鳞片状锌粉进行包装。

[0045] 实施例二

[0046] 本发明的鳞片状铜粉的制备方法, 依次包括如下步骤:

[0047] (1) 机械加工成形: 将金属铜采用机械加工成板状, 作为可溶性阳极使用;

[0048] (2) 阳极溶解: 在电化学反应器的阳极室中, 将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极, 以硫酸铜和硫酸水溶液为电解液, 在可溶性阳极与电解液界面上发生铜的氧化反应, 使可溶性阳极氧化成铜离子进入阳极液中, 电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽; 电解液中铜离子浓度为 2.0g/L, 硫酸浓度为 50.0g/L, 阳极电流密度为 500A/m²;

[0049] (3) 固液分离: 将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离, 液相阳极液进入下一步;

[0050] (4) 阳极液除杂: 将上一步得到的阳极液采用 D403 螯合树脂进行离子交换, 除去阳极液中比铜易在阴极析出的金属杂质离子;

[0051] (5) 阳极液组分调控: 向上一步除杂后的阳极液中添加癸烷基聚葡萄糖苷表面活性剂并搅拌均匀, 烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.5:100, 然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 6.0 之间作为下一步的电解液使用, 癸烷基聚葡萄糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.8。

[0052] (6) 电化学沉积: 将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中, 电化学反应器设有超声波发生装置, 在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属铜, 在阴极上得到金属铜的同时启动超声波发生装置, 超声波使金属铜在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中, 电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽; 电解液中铜离子浓度为 10.0g/L,

电化学反应器的阴极电流密度为 $1800\text{A}/\text{m}^2$ ，电化学反应器的操作温度为 30°C ；超声波发生装置为振板式超声波发生器；超声波的超声频率 35kHz ，超声作用强度为 $25.0\text{W}/\text{cm}^2$ ；

[0053] (7) 固液分离：在固液分离设备中，将上一步得到的固液混合物进行分离，经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸铜和硫酸水溶液使用，固相物料进入下一步；

[0054] (8) 洗涤：先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤，将固相物料中可溶于水的物质脱除，再采用苯对固相物料进行洗涤，继续将固相物料中电解液残液脱除，洗涤液经过分离处理后循环利用，洗涤后的固相物料进入下一步；

[0055] (9) 干燥：将上一步得到的固相物料置于连续式真空干燥机中，在 80°C 下将物料烘至恒重，经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步；

[0056] (10) 筛分包装：将上一步得到的片状粉末物料，在气流筛中筛分得到合格的鳞片状铜粉，铜的成粉效率达到 98.36% ，铜粉的粒径主要集中在 $20\ \mu\text{m}\sim 30\ \mu\text{m}$ 之间，然后对鳞片状铜粉进行包装。

[0057] 实施例三

[0058] 本发明的鳞片状铁粉的制备方法，依次包括如下步骤：

[0059] (1) 机械加工成形：将金属铁采用机械加工成板状，作为可溶性阳极使用；

[0060] (2) 阳极溶解：在电化学反应器的阳极室中，将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极，以硫酸铁和硫酸水溶液为电解液，在可溶性阳极与电解液界面上发生铁的氧化反应，使可溶性阳极氧化成铁离子进入阳极液中，电化学反应器为管式容器且为双室电解槽；电解液中铁离子浓度为 $5.0\text{g}/\text{L}$ ，硫酸浓度为 $150.0\text{g}/\text{L}$ ，阳极电流密度为 $1500\text{A}/\text{m}^2$ ；

[0061] (3) 固液分离：将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离，液相阳极液进入下一步；

[0062] (4) 阳极液除杂：将上一步得到的阳极液采用 D405 螯合树脂进行离子交换，除去阳极液中比铁易在阴极析出的金属杂质离子；

[0063] (5) 阳极液组分调控：向上一步除杂后的阳极液中添加十二烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀，十二烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 $1:100$ ，然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 6.5 之间作为下一步的电解液使用，十二烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 2 。

[0064] (6) 电化学沉积：将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中，电化学反应器设有超声波发生装置，在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属铁，在阴极上得到金属铁的同时启动超声波发生装置，超声波使金属铁在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中，电化学反应器为管式容器且为双室电解槽；电解液中铁离子浓度为 $15.0\text{g}/\text{L}$ ，电化学反应器的阴极电流密度为 $3500\text{A}/\text{m}^2$ ，电化学反应器的操作温度为 60°C ；超声波发生装置为浸没式超声波发生器；超声波的超声频率 80kHz ，超声作用强度为 $50.0\text{W}/\text{cm}^2$ ；

[0065] (7) 固液分离：在固液分离设备中，将上一步得到的固液混合物进行分离，经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸铁和硫酸水溶液使用，固相物料进入下一步；

[0066] (8) 洗涤：先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤，将固相物料中可溶于水

的物质脱除,再采用环己烷对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0067] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于板式真空干燥机中,在 80℃下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0068] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在流化床筛分设备中筛分得到合格的鳞片状铁粉,铁的成粉效率达到 97.86%,铁粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间,然后对鳞片状铁粉进行包装。

[0069] 实施例四

[0070] 本发明的鳞片状钴粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0071] (1) 机械加工成形:将金属钴采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0072] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸钴和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生钴的氧化反应,使可溶性阳极氧化成钴离子进入阳极液中,电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽;电解液中钴离子浓度为 4.0g/L,硫酸浓度为 100.0g/L,阳极电流密度为 700A/m²;

[0073] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0074] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D401 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比钴易在阴极析出的金属杂质离子;

[0075] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加十四烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀,十四烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.3:100,然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.5 之间作为下一步的电解液使用,十四烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.7。

[0076] (6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属钴,在阴极上得到金属钴的同时启动超声波发生装置,超声波使金属钴在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽;电解液中钴离子浓度为 8.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 2000A/m²,电化学反应器的操作温度为 50℃;超声波发生装置为浸没式超声波发生器;超声波的超声频率 40kHz,超声作用强度为 30.0W/cm²;

[0077] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中硫酸钴和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

[0078] (8) 洗涤:先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中可溶于水的物质脱除,再采用乙醇对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0079] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于回转真空干燥机中,在 80℃下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0080] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在振动筛中筛分得到合格的鳞片状钴粉,钴的成粉效率达到 99.04%,钴粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间,然后对鳞片

状钴粉进行包装。

[0081] 实施例五

[0082] 本发明的鳞片状镍粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0083] (1) 机械加工成形:将金属镍采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0084] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸镍和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生镍的氧化反应,使可溶性阳极氧化成镍离子进入阳极液中,电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽;电解液中镍离子浓度为 5.0g/L,硫酸浓度为 100.0g/L,阳极电流密度为 1200A/m²;

[0085] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0086] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D403 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比镍易在阴极析出的金属杂质离子;

[0087] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加十六烷基葡萄糖苷表面活性剂并搅拌均匀,十六烷基葡萄糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.8:100,然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.5 之间作为下一步的电解液使用,十六烷基葡萄糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 2。

[0088] (6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属镍,在阴极上得到金属镍的同时启动超声波发生装置,超声波使金属镍在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽;电解液中镍离子浓度为 15.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 3000A/m²,电化学反应器的操作温度为 60℃;超声波发生装置为探头式超声波发生器,超声波的超声频率 70kHz,超声作用强度为 50.0W/cm²;

[0089] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中硫酸镍和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

[0090] (8) 洗涤:先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中可溶于水的物质脱除,再采用乙醇对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0091] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于连续式真空干燥机中,在 80℃下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0092] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在振动筛中筛分得到合格的鳞片状镍粉,镍的成粉效率达到 99.13%,镍粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间,然后对鳞片状镍粉进行包装。

[0093] 实施例六

[0094] 本发明的鳞片状锌粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0095] (1) 机械加工成形:将金属锌采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0096] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸锌和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生

锌的氧化反应,使可溶性阳极氧化成锌离子进入阳极液中,电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽;电解液中锌离子浓度为 4.5g/L,硫酸浓度为 120.0g/L,阳极电流密度为 1000A/m²;

[0097] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0098] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D405 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比锌易在阴极析出的金属杂质离子;

[0099] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加十八烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀,十八烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 1:100,然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 6.5 之间作为下一步的电解液使用,十八烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.8。

[0100] (6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属锌,在阴极上得到金属锌的同时启动超声波发生装置,超声波使金属锌在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽;电解液中锌离子浓度为 15.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 3500A/m²,电化学反应器的操作温度为 40℃;超声波发生装置为浸没式超声波发生器;超声波的超声频率 70kHz,超声作用强度为 40.0W/cm²;

[0101] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中硫酸锌和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

[0102] (8) 洗涤:先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中可溶于水的物质脱除,再采用乙醇对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0103] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于板式真空干燥机中,在 80℃下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0104] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在气流筛中筛分得到合格的鳞片状锌粉,锌的成粉效率达到 98.64%,锌粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间,然后对鳞片状锌粉进行包装。

[0105] 实施例七

[0106] 本发明的鳞片状铜粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0107] (1) 机械加工成形:将金属铜采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0108] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸铜和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生铜的氧化反应,使可溶性阳极氧化成铜离子进入阳极液中,电化学反应器为釜式容器,且为双室电解槽;电解液中铜离子浓度为 0.1g/L,硫酸浓度为 5.0g/L,阳极电流密度为 100A/m²;

[0109] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0110] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D401 螯合树脂进行离子交换,除去

阳极液中比铜易在阴极析出的金属杂质离子；

[0111] (5) 阳极液组分调控：向上一步除杂后的阳极液中添加辛烷基葡糖苷表面活性剂并搅拌均匀，烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.1 : 100，然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.0 之间作为下一步的电解液使用，辛烷基葡糖苷的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.6。

[0112] (6) 电化学沉积：将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中，电化学反应器设有超声波发生装置，在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属铜，在阴极上得到金属铜的同时启动超声波发生装置，超声波使金属铜在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中，电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽；电解液中铜离子浓度为 5.0g/L，电化学反应器的阴极电流密度为 1000A/m²，电化学反应器的操作温度为 0℃；超声波发生装置为探头式超声波发生器；超声波的超声频率 15kHz，超声作用强度为 0.2W/cm²；

[0113] (7) 固液分离：在固液分离设备中，将上一步得到的固液混合物进行分离，经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸铜和硫酸水溶液使用，固相物料进入下一步；

[0114] (8) 洗涤：先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤，将固相物料中可溶于水的物质脱除，再采用乙醇对固相物料进行洗涤，继续将固相物料中电解液残液脱除，洗涤液经过分离处理后循环利用，洗涤后的固相物料进入下一步；

[0115] (9) 干燥：将上一步得到的固相物料置于真空干燥烘箱中，在 80℃ 下将物料烘至恒重，经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步；

[0116] (10) 筛分包装：将上一步得到的片状粉末物料，在振动筛中筛分得到合格的鳞片状铜粉，铜的成粉效率达到 98.86%，铜粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间，然后对鳞片状铜粉进行包装。

[0117] 实施例八

[0118] 本发明的鳞片状铁粉的制备方法，依次包括如下步骤：

[0119] (1) 机械加工成形：将金属铁采用机械加工成板状，作为可溶性阳极使用；

[0120] (2) 阳极溶解：在电化学反应器的阳极室中，将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极，以硫酸铁和硫酸水溶液为电解液，在可溶性阳极与电解液界面上发生铁的氧化反应，使可溶性阳极氧化成铁离子进入阳极液中，电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽；电解液中铁离子浓度为 2.0g/L，硫酸浓度为 50.0g/L，阳极电流密度为 500A/m²；

[0121] (3) 固液分离：将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离，液相阳极液进入下一步；

[0122] (4) 阳极液除杂：将上一步得到的阳极液采用 D403 螯合树脂进行离子交换，除去阳极液中比铁易在阴极析出的金属杂质离子；

[0123] (5) 阳极液组分调控：向上一步除杂后的阳极液中添加癸烷基聚葡糖苷表面活性剂并搅拌均匀，烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.5 : 100，然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 6.0 之间作为下一步的电解液使用，癸烷基聚葡糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.8。

[0124] (6) 电化学沉积：将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中，电化学

反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属铁,在阴极上得到金属铁的同时启动超声波发生装置,超声波使金属铁在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽;电解液中铁离子浓度为 10.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 1800A/m²,电化学反应器的操作温度为 30℃;超声波发生装置为振板式超声波发生器;超声波的超声频率 35kHz,超声作用强度为 25.0W/cm²;

[0125] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤(2)中作为阳极溶解过程中硫酸铁和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

[0126] (8) 洗涤:先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中可溶于水的物质脱除,再采用苯对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0127] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于连续式真空干燥机中,在 80℃下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0128] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在气流筛中筛分得到合格的鳞片状铁粉,铁的成粉效率达到 98.26%,铁粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间,然后对鳞片状铁粉进行包装。

[0129] 实施例九

[0130] 本发明的鳞片状钴粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0131] (1) 机械加工成形:将金属钴采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0132] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸钴和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生钴的氧化反应,使可溶性阳极氧化成钴离子进入阳极液中,电化学反应器为管式容器且为双室电解槽;电解液中钴离子浓度为 5.0g/L,硫酸浓度为 150.0g/L,阳极电流密度为 1500A/m²;

[0133] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0134] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D405 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比钴易在阴极析出的金属杂质离子;

[0135] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加十二烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀,十二烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 1:100,然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 6.5 之间作为下一步的电解液使用,十二烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 2。

[0136] (6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属钴,在阴极上得到金属钴的同时启动超声波发生装置,超声波使金属钴在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为管式容器且为双室电解槽;电解液中钴离子浓度为 15.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 3500A/m²,电化学反应器的操作温度为 60℃;超声波发生装置为浸没式超声波发生器;超声波的超声频率 80kHz,超声作用强度为 50.0W/cm²;

[0137] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液

分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸钴和硫酸水溶液使用, 固相物料进入下一步;

[0138] (8) 洗涤: 先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤, 将固相物料中可溶于水的物质脱除, 再采用环己烷对固相物料进行洗涤, 继续将固相物料中电解液残液脱除, 洗涤液经过分离处理后循环利用, 洗涤后的固相物料进入下一步;

[0139] (9) 干燥: 将上一步得到的固相物料置于板式真空干燥机中, 在 80℃ 下将物料烘至恒重, 经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0140] (10) 筛分包装: 将上一步得到的片状粉末物料, 在流化床筛分设备中筛分得到合格的鳞片状钴粉, 钴的成粉效率达到 97.89%, 钴粉的粒径主要集中在 20 μm~30 μm 之间, 然后对鳞片状钴粉进行包装。

[0141] 实施例十

[0142] 本发明的鳞片状镍粉的制备方法, 依次包括如下步骤:

[0143] (1) 机械加工成形: 将金属镍采用机械加工成板状, 作为可溶性阳极使用;

[0144] (2) 阳极溶解: 在电化学反应器的阳极室中, 将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极, 以硫酸镍和硫酸水溶液为电解液, 在可溶性阳极与电解液界面上发生镍的氧化反应, 使可溶性阳极氧化成镍离子进入阳极液中, 电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽; 电解液中镍离子浓度为 4.0g/L, 硫酸浓度为 100.0g/L, 阳极电流密度为 700A/m²;

[0145] (3) 固液分离: 将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离, 液相阳极液进入下一步;

[0146] (4) 阳极液除杂: 将上一步得到的阳极液采用 D401 螯合树脂进行离子交换, 除去阳极液中比镍易在阴极析出的金属杂质离子;

[0147] (5) 阳极液组分调控: 向上一步除杂后的阳极液中添加十四烷基糖苷表面活性剂并搅拌均匀, 十四烷基糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.3:100, 然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.5 之间作为下一步的电解液使用, 十四烷基糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 1.7。

[0148] (6) 电化学沉积: 将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中, 电化学反应器设有超声波发生装置, 在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属镍, 在阴极上得到金属镍的同时启动超声波发生装置, 超声波使金属镍在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中, 电化学反应器为槽式容器且为双室电解槽; 电解液中镍离子浓度为 8.0g/L, 电化学反应器的阴极电流密度为 2000A/m², 电化学反应器的操作温度为 50℃; 超声波发生装置为浸没式超声波发生器; 超声波的超声频率 40kHz, 超声作用强度为 30.0W/cm²;

[0149] (7) 固液分离: 在固液分离设备中, 将上一步得到的固液混合物进行分离, 经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸镍和硫酸水溶液使用, 固相物料进入下一步;

[0150] (8) 洗涤: 先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤, 将固相物料中可溶于水的物质脱除, 再采用乙醇对固相物料进行洗涤, 继续将固相物料中电解液残液脱除, 洗涤液经过分离处理后循环利用, 洗涤后的固相物料进入下一步;

[0151] (9) 干燥: 将上一步得到的固相物料置于回转真空干燥机中, 在 80℃ 下将物料烘

至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0152] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在振动筛中筛分得到合格的鳞片状镍粉,镍的成粉效率达到 99.40%,镍粉的粒径主要集中在 20 μm ~30 μm 之间,然后对鳞片状镍粉进行包装。

[0153] 实施例十一

[0154] 本发明的鳞片状锌粉的制备方法,依次包括如下步骤:

[0155] (1) 机械加工成形:将金属锌采用机械加工成板状,作为可溶性阳极使用;

[0156] (2) 阳极溶解:在电化学反应器的阳极室中,将上一步制得的可溶性阳极作为电化学反应器的阳极,以硫酸锌和硫酸水溶液为电解液,在可溶性阳极与电解液界面上发生锌的氧化反应,使可溶性阳极氧化成锌离子进入阳极液中,电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽;电解液中锌离子浓度为 5.0g/L,硫酸浓度为 100.0g/L,阳极电流密度为 1200A/m²;

[0157] (3) 固液分离:将上一步制得的阳极液在沉降式固液分离设备中进行固液分离,液相阳极液进入下一步;

[0158] (4) 阳极液除杂:将上一步得到的阳极液采用 D403 螯合树脂进行离子交换,除去阳极液中比锌易在阴极析出的金属杂质离子;

[0159] (5) 阳极液组分调控:向上一步除杂后的阳极液中添加十六烷基葡萄糖苷表面活性剂并搅拌均匀,十六烷基葡萄糖苷表面活性剂与阳极液的质量比为 0.8:100,然后采用硫酸将溶液的 pH 值调节到 5.5 之间作为下一步的电解液使用,十六烷基葡萄糖苷表面活性剂的葡萄糖聚合度 DP 值为 2。

[0160] (6) 电化学沉积:将上一步得到的电解液注入电化学反应器的阴极室中,电化学反应器设有超声波发生装置,在阴极发生电化学还原反应沉积析出得到金属锌,在阴极上得到金属锌的同时启动超声波发生装置,超声波使金属锌在阴极发生剥离并沉积到阴极下的电解液中,电化学反应器为釜式容器且为双室电解槽;电解液中锌离子浓度为 15.0g/L,电化学反应器的阴极电流密度为 3000A/m²,电化学反应器的操作温度为 60℃;超声波发生装置为探头式超声波发生器,超声波的超声频率 70kHz,超声作用强度为 50.0W/cm²;

[0161] (7) 固液分离:在固液分离设备中,将上一步得到的固液混合物进行分离,经固液分离得到的液相循环利用到步骤 (2) 中作为阳极溶解过程中硫酸锌和硫酸水溶液使用,固相物料进入下一步;

[0162] (8) 洗涤:先采用水对上一步得到的固相物料进行洗涤,将固相物料中可溶于水的物质脱除,再采用乙醇对固相物料进行洗涤,继续将固相物料中电解液残液脱除,洗涤液经过分离处理后循环利用,洗涤后的固相物料进入下一步;

[0163] (9) 干燥:将上一步得到的固相物料置于连续式真空干燥机中,在 80℃ 下将物料烘至恒重,经过真空干燥处理后得到的片状粉末物料进入下一步;

[0164] (10) 筛分包装:将上一步得到的片状粉末物料,在振动筛中筛分得到合格的鳞片状锌粉,锌的成粉效率达到 99.21%,锌粉的粒径主要集中在 20 μm ~30 μm 之间,然后对鳞片状锌粉进行包装。

[0165] D401 螯合树脂、D403 螯合树脂或 D405 螯合树脂可以选用上海宝曼生物科技有限公司或上海华申树脂厂的产品。

[0166] 以上所述仅为本发明之较佳可行实施例而已,非因此局限本发明的专利保护范围。除上述实施例外,本发明还可以有其他实施方式。凡采用等同替换或等效变换形成的技术方案,均落在本发明要求的保护范围内。