

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：96123839

※ 申請日期：96.6.29

※ I P C 分類：(25C1/20, (2006.01)

C22C7/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法 / METHOD FOR MAKING
LITHIUM - ALUMINUM COMPOUND WITH HIGH LITHIUM
CONTENT

二、申請人：(共 2 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

1. 汪俊延/UAN, JUNYEN

2. 蔡德昌/TSAL, TECHANG

代表人：(中文/英文)

住居所或營業所地址：(中文/英文)

1. 台南市自由路二段 175 巷 11 號 9 樓

9F., NO.11, LANE 175, SEC. 2, ZIHYOU RD., EAST DISTRICT,
TAINAN CITY 701, TAIWAN, R.O.C.

2. 彰化縣和美鎮忠誠路 117 巷 32 號

NO.32, LANE 117, JHONGCHENG RD., HEMEI TOWNSHIP,
CHANGHUA COUNTY, TAIWAN, R.O.C.

國 籍：(中文/英文)

1. 中華民國 R.O.C.

2. 中華民國 R.O.C.

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 汪俊延/ UAN, JUNYEN

2. 蔡德昌/ TSAL, TECHANG

國 籍：(中文/英文)

1. 中華民國 R.O.C.

2. 中華民國 R.O.C.

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☐ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☐ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明是有關於一種製備鋁-鋰化合物之方法，且特別是有關於一種製備高鋰含量之鋁-鋰化合物的方法。

【先前技術】

由於鋁-鋰(AlLi)化合物在製備上有一定的難度，其製成之合金成分不易控制，因此目前的應用尚不普遍。過去的鐵-鋰(FeLi)化合物、銅-鋰(CuLi)化合物等製備方法，一般都是在真空或具保護氣氛之反應室內進行球磨法製備，強迫金屬粉末與鋰粒混合在一起，其製程不但耗時更耗能源。此外，由於鋁粉及鋰粒皆具備高活性，以上述方法製備鋁-鋰化合物極具困難度，可行性低。

目前一般是將純鋰在真空環境下加入鋁熔湯製備鋁-鋰化合物，然而鋰金屬之活性強，周遭的些微濕氣皆可能造成鋰的瞬間氣化，使得熔煉過程不僅困難且危險性高。

此外，由於純鋰活性大，在運送、儲存的過程中極為危險，因此純鋰的價格高低取決於運送的方式，對於不生產鋰礦而需仰賴進口的地區來說，亦是無法降低成本的原因之一。

【發明內容】

因此本發明就是在提供一種高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，用以解決傳統鋁-鋰化合物製備方法之危險性

高、原料運送及儲存成本高的問題。

根據本發明之一種高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，包含提供一電解槽，其陰極為鋁材，電解槽裝有一電解液，電解液包含氯化鋰、氯化鉀及氯化鈣。其中，氯化鋰提供鋰來源，而氯化鉀主要作為助熔劑，藉以降低電解液溫度，並增加電解液流動性。

在大氣環境下，施加電流密度為每單位陰極面積 0.08 ~ 0.1 安培之電流於 380 ~ 550°C 之電解液中，進行一電解擴散反應。於高溫下，電解液中所含之鋰原子可還原於陰極之鋁表面，並擴散入陰極之鋁材內部，形成鋁-鋰化合物。

鋁陰極表面及次表面的鋰含量隨著時間而增加，當鋰含量到達約 50 wt% (Al-50wt.% Li) 時 (以電解液溫度為 500°C 為例)，鋁-鋰化合物為液態。利用鋁-鋰液態金屬的密度低於熔融的電解液密度，鋁-鋰液態金屬會浮在電解液之液面上，將此鋁-鋰液態金屬撈出，使用模具或直接凝固後即可得到高鋰含量之鋁-鋰化合物。

本發明提供一種製備高鋰含量之鋁-鋰化合物的方法，以鋁作為電化學反應之陰極，於含鋰之電解液中進行電解反應，使鋰原子還原並沉積於陰極材料上，隨著鋰含量增加，可形成鋁-鋰液態金屬，凝固後即可得到高鋰含量之鋁-鋰化合物，為一種安全且簡便的製備方法，由於使用之原料為氯化鋰，具有穩定的化學活性可方便運輸、儲存，更可降低鋁-鋰化合物的生產成本，增加其應用範圍。

【實施方式】

請參照第 1 圖，係繪示本發明之實施例的一種製備高鋰含量之鋁-鋰化合物的步驟流程圖。

依照本發明之實施例，製備高鋰含量之鋁-鋰化合物的步驟包含提供一電解槽及一電解液，將電解液之溫度維持在約 $380^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ 以上之高溫，施加一電流於電解液，電流密度為每單位陰極面積(cm^2)流通 $0.08 \sim 0.1$ 安培，進行電解擴散反應，使電解液之鋰離子還原於陰極而形成鋰原子，該鋰原子擴散入陰極鋁材內，當鋰含量愈來愈高而形成鋰-鋁金屬液體浮於電解液之液面上，撈出該鋰-鋁金屬液體，凝固後形成鋁-鋰化合物。

依照本發明之一實施例，電解槽包含一陰極及一陽極，陰極之材料為鋁，用以使鋰原子還原於其上並形成鋁-鋰化合物。

參照第 2 圖，為本發明之一實施例的電解槽結構示意圖。電解槽 200 包含一外槽體 210 及一內層 220，內層 220 為高溫隔熱材質，例如氧化鋁；外槽體 210 上方具有一頂蓋 211，頂蓋 211 為可動式。電解槽 200 中具有一支撐板 221，置於內層 220 內之底部，一容器 230 設於支撐板 221 上。容器 230 可為鋼製，容器 230 中盛裝有上述之電解液 241。

容器 230 周緣設有一加熱器 250，容器 230 內包含一熱電偶 260、一陽極 242 及一陰極 243，加熱器 250 用以加熱電解液 241，使電解液維持在適當之工作溫度，促使

電解液中之鋰原子還原並擴散入陰極材料內。熱電偶 260 置於容器 230 內並浸入電解液 241 中，用以偵測電解液 241 之溫度。陽極 242 及陰極 243 設置於容器 230 內，並部分浸置於電解液 241 中。陰極 243 以陰極支撐架 244 支撐。陰極 243 之材料為一鋁材，陽極 242 之材料可為石墨棒、高分子複合材料或合金。

依照本發明之一實施例，電解液可包含氯化鋰、氯化鉀及氯化鈣。其中電解液之組成份包含 20~40 wt% 之氯化鋰、30~50 wt% 之氯化鉀及 10 wt% 以下之氯化鈣。氯化鋰係提供鋰來源，而氯化鉀主要作為助熔劑，藉以降低電解液溫度，並增加電解液流動性。

依照本發明之一實施例，電解擴散反應進行之條件包含：電流密度為每單位陰極面積(cm^2)流通 0.08 安培，電解液之溫度維持在約 500°C ，可使電解液之鋰原子還原於陰極上。隨著鋁-鋰化合物之鋰濃度提高，達到約 55% 時會形成鋁-鋰化合物之液態金屬。

由於鋁-鋰化合物之液態金屬密度小於熔融之電解液，因此會浮在電解液液面上，將此鋁-鋰化合物之液態金屬撈出直接凝固或以模具成型，可得到成分介於 Al-40wt.% Li 至 Al-62wt.% Li 之間的鋁-鋰化合物，由於鋰含量相當高，無法以目前現有的儀器量測其含量，因此鋁-鋰化合物之成分測定可根據相圖來推測。

參照第 3 圖，為鋁-鋰金屬之相圖，圖中縱軸為溫度，下橫軸為鋰在鋁中的原子百分比，而上橫軸為鋰在鋁中的

重量百分比；本發明實施例之內容皆採重量百分比來說明。以本發明實施例所揭露最佳操作溫度範圍為例，如第3圖所示，例如當溫度 550°C 時，陰極鋁材表面所含有的鋰含量重量百分比達 41% 時，該鋁材表面已達第3圖中所示之 Li-Al 液態區。由於鋁密度為 2.74 g/cm^3 ，而鋰的密度為 0.54 g/cm^3 ，因此可推測上述之 Al-41% Li 液態金屬的密度約 1.84 g/cm^3 ，高於電解槽中液態鹽密度(約 2 g/cm^3)，故當 Al-Li 液態金屬於陰極表面產生時，因其密度較低而浮出液面。所以持續的於電解槽中施加適當的電流密度，則 Al-Li 液態金屬亦持續的產出而浮出電解液面，以供撈取。

依上述方法製成之鋁-鋰化合物的金屬性質穩定，可存放於大氣環境下，大幅減低存放純鋰所需顧慮的安全問題。此外，將高鋰含量之鋁-鋰化合物放置於水中，隨著放置時間漸增，成型之鋁-鋰化合物會與水進行激烈之反應，亦可證實高含量的鋰存在於鋁-鋰化合物中。

電解液中之其他成分，例如鉀，由於與鋁(陰極材料)的親和性極差，故依本發明方法製備之鋁-鋰化合物的鉀含量小於 50 ppm。鋁-鋰化合物可能具有少量之雜質，例如鈉，為一般氯化鹽類中常見的雜質。經定量分析，以本發明製備之鋁-鋰化合物的鈉含量小於 30 ppm。

雖然本發明已以一較佳實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作各種之更動與潤飾，因此本發明之保

護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【圖式簡單說明】

為讓本發明之上述和其他目的、特徵、優點與實施例能更明顯易懂，所附圖式之詳細說明如下：

第 1 圖係繪示本發明之實施例的一種製備高鋰含量之鋁-鋰化合物的步驟流程圖。

第 2 圖為本發明之一實施例的電解槽結構示意圖。

第 3 圖為鋁-鋰金屬之相圖。

【主要元件符號說明】

200：電解槽	210：外槽體
211：頂蓋	220：內層
221：支撐板	230：容器
241：電解液	242：陽極
243：陽極	244：陰極支撐架
250：加熱器	260：熱電偶

五、中文發明摘要

高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法

一種高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，包含利用一含氯化鋰、氯化鉀及氯化鈣之電解液，於 380~550°C 之大氣環境下進行電解擴散反應，使鋰原子還原於陰極並擴散入陰極之鋁內，形成鋰-鋁金屬液體並浮於電解液之液面上，將此鋰-鋁金屬液體撈起凝固後可得到含 40~62 wt% 鋰之鋁-鋰化合物 (AlLi)。

六、英文發明摘要

METHOD FOR MAKING LITHIUM-ALUMINUM COMPOUND WITH HIGH LITHIUM CONTENT

A method for making lithium-aluminum compound with high lithium content is disclosed. The method includes employing an electrolyte composed of lithium chloride, potassium chloride, and calcium chloride to accomplish a diffusive electrolysis under 380~550°C temperature. The lithium atom of the electrolyte is reduced and diffused into an aluminum cathode, and a liquid lithium-aluminum is formed and floats on the electrolyte. The liquid lithium-aluminum is further scooped up from the electrolyte and solidified to a lithium-aluminum compound with 40~62 wt% lithium content.

十、申請專利範圍：

1. 一種高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，包含：
提供一電解槽，具有一陽極及一陰極，其中該陰極之材料為鋁；

提供一電解液，容置於該電解槽中，該電解液包含氯化鋰、氯化鉀及氯化鈣，並維持該電解液之溫度在約 380°C ~ 約 550°C 之間；

施加一電流於該電解液，該電流之密度為每單位陰極面積 (cm^2) $0.08 \sim 0.1$ 安培，以還原該電解液中之鋰原子，使鋰原子擴散入陰極表面形成一鋰-鋁金屬液體浮於該電解液之液面上；以及

取出該鋰-鋁金屬液體，凝固後形成鋁-鋰化合物。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，其中該電解液之組成份包含 $20 \sim 40 \text{ wt}\%$ 之氯化鋰、 $30 \sim 50 \text{ wt}\%$ 之氯化鉀及 $10 \text{ wt}\%$ 以下之氯化鈣。

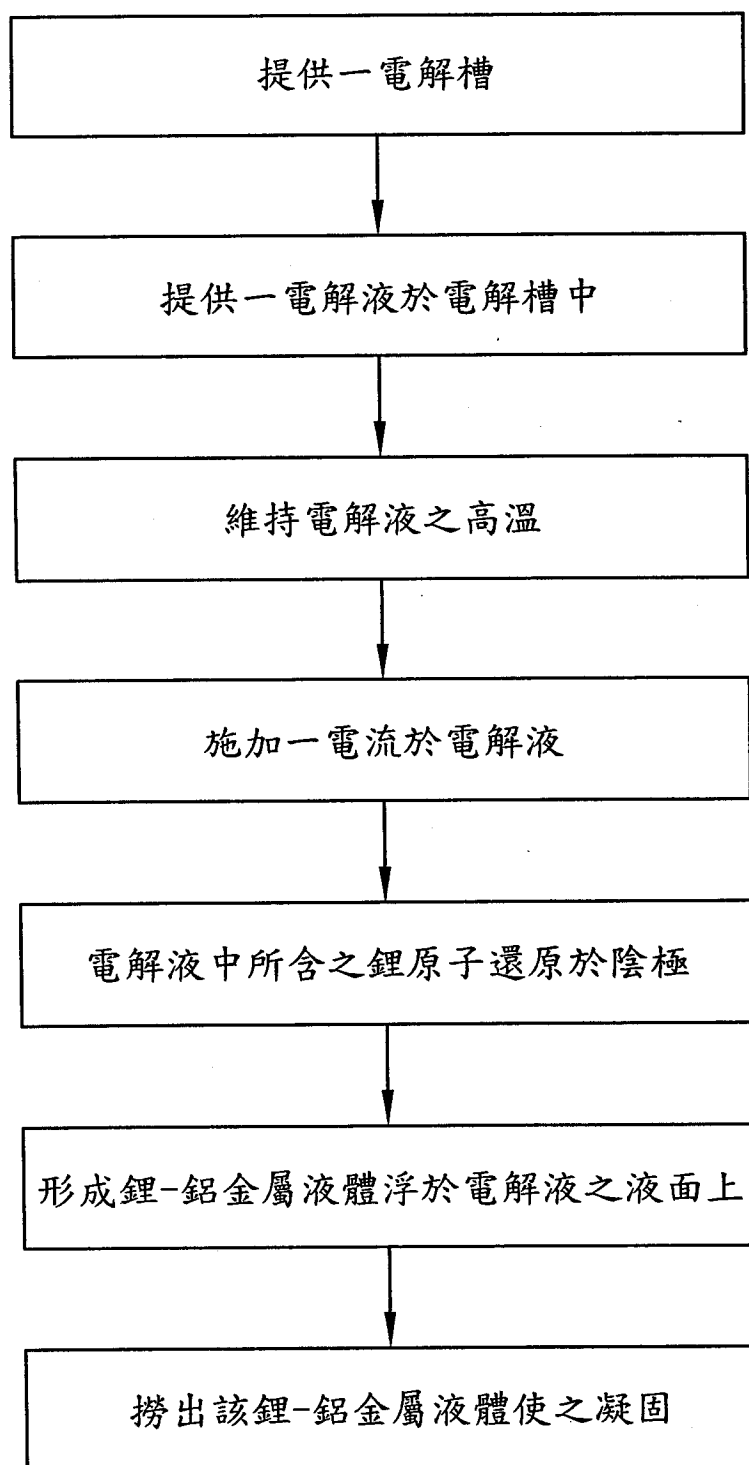
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，其中該電解液之溫度維持在約 500°C 。

4. 如申請專利範圍第 3 項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，其中該電流之密度為每單位陰極面積 (cm^2) 0.08 安培。

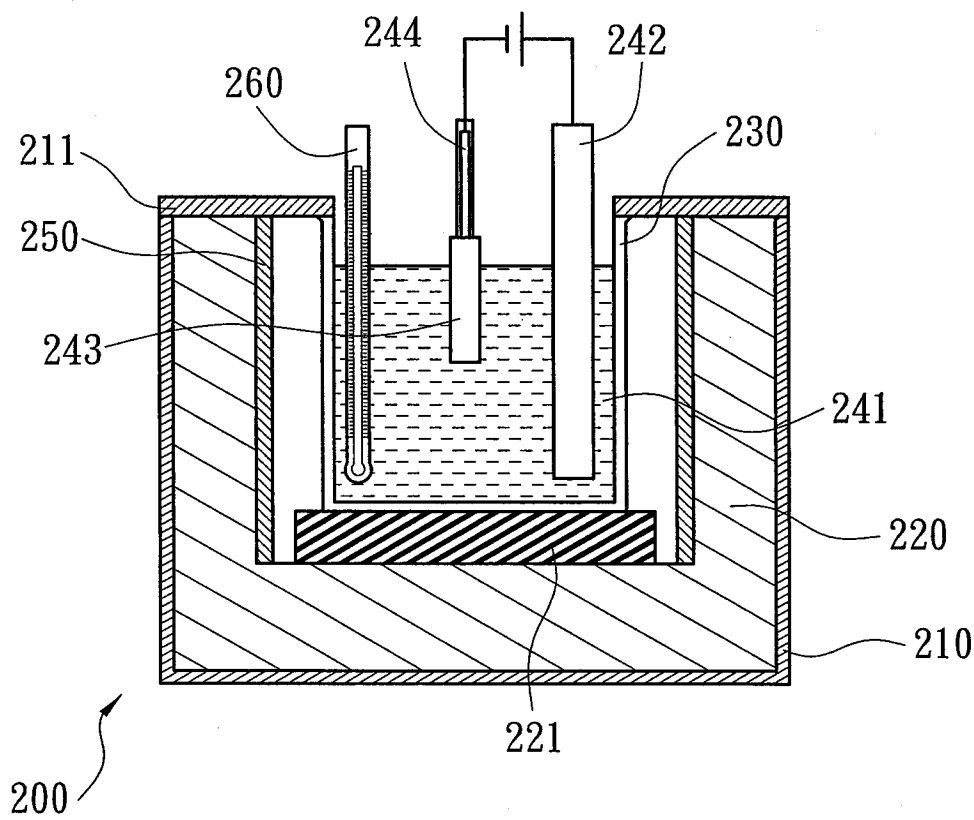
5.如申請專利範圍第1項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，其中該電解擴散反應之陽極材料係使用石墨。

6.如申請專利範圍第1項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，其中該鋁-鋰化合物之成分可介於Al-40wt.% Li 至 Al-62wt.% Li 之間。

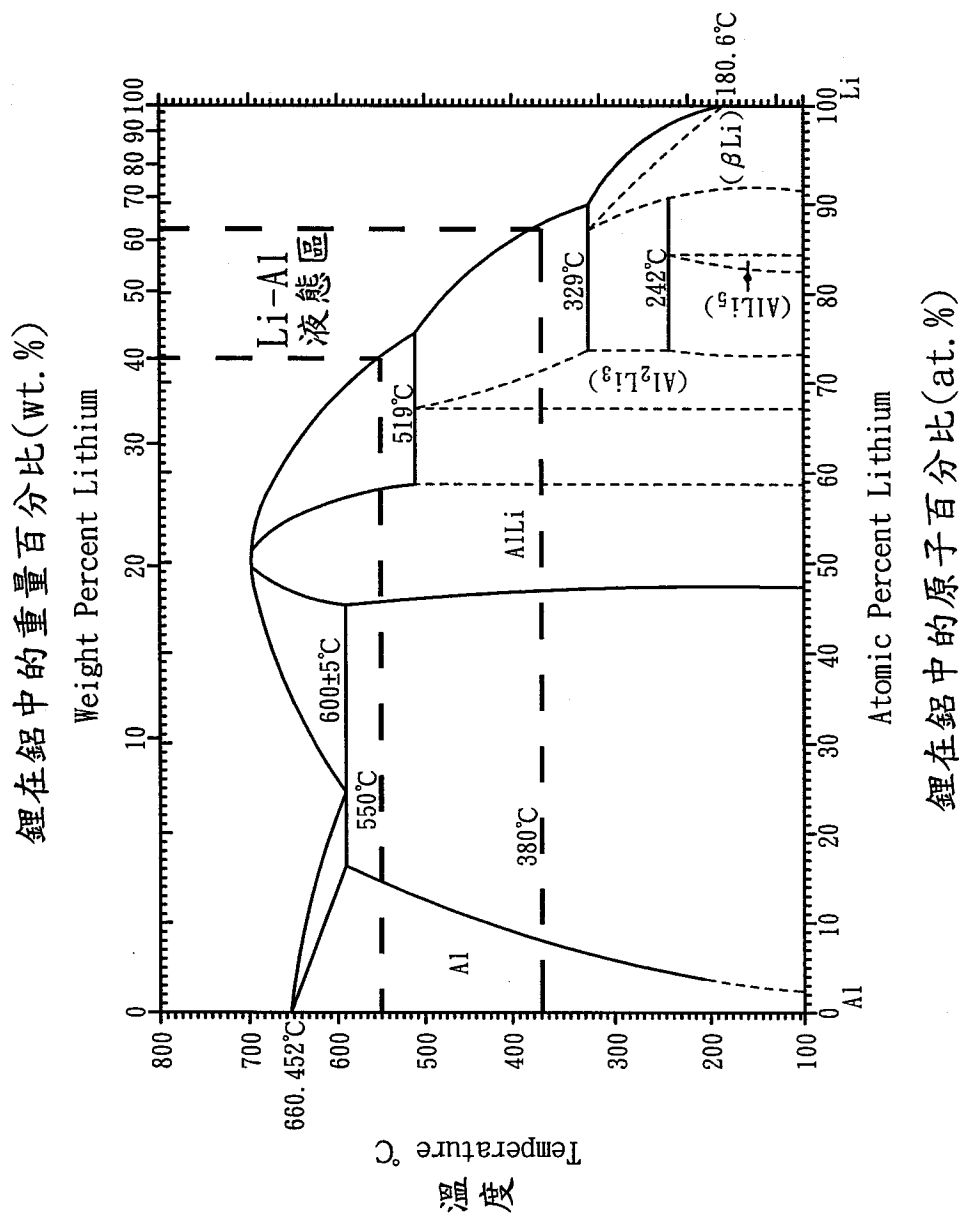
7.如申請專利範圍第1項所述之高鋰含量之鋁-鋰化合物的製備方法，更包含以一模具將鋁-鋰化合物液態金屬凝固成型。



第 1 圖



第 2 圖



第 3 圖

七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：第(1)圖

(二)、本案代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：