



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I542533 B

(45)公告日：中華民國 105 (2016) 年 07 月 21 日

(21)申請案號：102143231

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 11 月 27 日

(51)Int. Cl. : C01B25/45 (2006.01)

B01J19/08 (2006.01)

H01M4/58 (2010.01)

(30)優先權：2012/11/27 南韓

10-2012-0134980

(71)申請人：L G 化學股份有限公司 (南韓) LG CHEM, LTD. (KR)

南韓

(72)發明人：盧炫國 NOH, HYUN KUK (KR)；柳志勳 RYU, JIHOON (KR)；鄭王謨 JUNG, WANG MO (KR)；朴洪奎 PARK, HONG KYU (KR)；吳相丞 OH, SANG SEUNG (KR)；趙治皓 JO, CHIHO (KR)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

CN 1917936A

KR 10-2012-0015278A

審查人員：呂易理

申請專利範圍項數：13 項 圖式數：6 共 25 頁

(54)名稱

用以製造無機化合物的裝置，及使用彼以製造無機化合物之方法

APPARATUS FOR PREPARING INORGANIC COMPOUND AND METHOD OF PREPARING INORGANIC COMPOUND USING THE SAME

(57)摘要

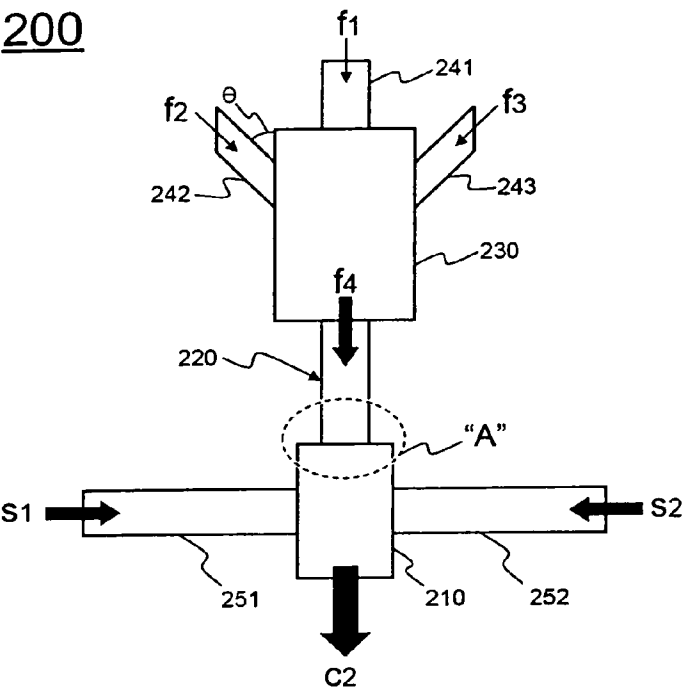
本發明提出一種使用水熱法連續製造無機漿料的水熱合成裝置。該水熱合成裝置包括混合機，其用以混合經由至少一個供料管注入之用以製造無機材料的至少一種先質溶液，以製造中間漿料；配置於混合機側面的連接管，其將所製得的中間漿料連續排放至反應器，並具有與先質溶液混合物接觸之經磨蝕拋光的內表面；和反應器，其使用熱交換機，藉由接收加熱至超臨界或次臨界條件的液流並連接至自混合機製造的中間漿料引入其中的連接管及連接至受熱的液流注入其中的至少一個注射管，進行由連接管供應的中間漿料之水熱反應。

Disclosed is a hydrothermal synthesis device for continuously preparing an inorganic slurry using a hydrothermal method. The hydrothermal synthesis device includes a mixer to mix at least one precursor solution for preparing an inorganic material, injected via at least one supply tube, to prepare an intermediate slurry, a connection tube provided at a side of the mixer, continuously discharging the prepared intermediate slurry to a reactor, and having an inner surface contacting a precursor solution mixture on which abrasive polishing has been performed, and the reactor performing hydrothermal reaction of the intermediate slurry supplied from the connection tube by receiving a liquid stream heated to supercritical or subcritical conditions using a heat exchanger and connected to the connection tube into which the intermediate slurry prepared from the mixer is introduced and to at least one injection tube into which the heated liquid stream is injected.

指定代表圖：

圖 2

200



符號簡單說明：

- 200 . . . 水熱合成裝置
- 210 . . . 反應器
- 220 . . . 連接管
- 230 . . . 混合機
- 241 . . . 第一供料管
- 242 . . . 第二供料管
- 243 . . . 第三供料管
- 251 . . . 注射管
- 252 . . . 注射管



發明摘要

※申請案號：102143231

Co1B 25/45 (2006.01)

※申請日：102 年 11 月 27 日

※IPC 分類：

B01J 19/08 (2006.01)

H01M 4/58 (2010.01)

【發明名稱】(中文/英文)

用以製造無機化合物的裝置，及使用彼以製造無機化合物之方法

Apparatus for preparing inorganic compound and method of preparing inorganic compound using the same

【中文】

本發明提出一種使用水熱法連續製造無機漿料的水熱合成裝置。該水熱合成裝置包括混合機，其用以混合經由至少一個供料管注入之用以製造無機材料的至少一種先質溶液，以製造中間漿料；配置於混合機側面的連接管，其將所製得的中間漿料連續排放至反應器，並具有與先質溶液混合物接觸之經磨蝕拋光的內表面；和反應器，其使用熱交換機，藉由接收加熱至超臨界或次臨界條件的液流並連接至自混合機製造的中間漿料引入其中的連接管及連接至受熱的液流注入其中的至少一個注射管，進行由連接管供應的中間漿料之水熱反應。

【 英文 】

Disclosed is a hydrothermal synthesis device for continuously preparing an inorganic slurry using a hydrothermal method. The hydrothermal synthesis device includes a mixer to mix at least one precursor solution for preparing an inorganic material, injected via at least one supply tube, to prepare an intermediate slurry, a connection tube provided at a side of the mixer, continuously discharging the prepared intermediate slurry to a reactor, and having an inner surface contacting a precursor solution mixture on which abrasive polishing has been performed, and the reactor performing hydrothermal reaction of the intermediate slurry supplied from the connection tube by receiving a liquid stream heated to supercritical or subcritical conditions using a heat exchanger and connected to the connection tube into which the intermediate slurry prepared from the mixer is introduced and to at least one injection tube into which the heated liquid stream is injected.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(2)圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

200：水熱合成裝置

210：反應器

220：連接管

230：混合機

241：第一供料管

242：第二供料管

243：第三供料管

251：注射管

252：注射管

【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)

用以製造無機化合物的裝置，及使用彼以製造無機化合物之方法

Apparatus for preparing inorganic compound and method of preparing inorganic compound using the same

【技術領域】

[0001] 本發明係關於用以製造無機化合物的裝置，及使用彼以製造無機化合物之方法。更特別地，本發明係關於一種使用水熱法連續製造無機漿料的水熱合成裝置，其包括：混合機，其用以混合經由至少一個供料管注入之用以製造無機材料的至少一種先質溶液，以製造中間漿料；配置於混合機側面的連接管，其將所製得的中間漿料連續排放至反應器，並具有與先質溶液混合物接觸之經磨蝕拋光的內表面；和反應器，其使用熱交換機，藉由接收加熱至超臨界或次臨界條件的液流並連接至自混合機製造的中間漿料引入其中的連接管及連接至受熱的液流注入其中的至少一個注射管，進行由連接管供應的中間漿料之水熱反應。

【先前技術】

[0002] 無機化合物在各種領域中作為原料或最終產

物且亦作為二次電池用之電極活性材料的原料，其最近的用量提高。

[0003] 鋰二次電池，其為二次電池的代表例，通常使用鋰鈷氧化物(LiCoO_2)作為陰極活性材料，碳材料作為陽極活性材料，而六氟磷酸鋰(LiPF_6)作為電解質。已經知道使用成層的 LiCoO_2 、鋰鎳氧化物(LiNiO_2)和尖晶石鋰錳氧化物(LiMn_2O_4)等作為陰極活性材料，但 LiCoO_2 最常用於商業應用。

[0004] 但是，供應作為主要組份的鈷不安定且鈷昂貴並因此，商業上開始使用其中的一些鈷原子經另一過渡金屬(如 Ni 、 Mn 之類)取代者或鈷含量極少的尖晶石 LiMn_2O_4 等。此外，已開發甚至於高電壓具有更安定結構之新穎的化合物或藉由與其他金屬氧化物摻混或以其塗覆現有的陰極活性材料並因此而具有增進的安定性而製得之材料。

[0005] 在製造陰極活性材料的慣用方法中，最廣為人知的方法係乾煅燒和濕沉澱。根據乾煅燒，藉由使過渡金屬(如鈷(Co)之類)的氧化物或氫氧化物與作為鋰來源的碳酸鋰或氫氧化鋰以經乾燥的狀態混合及之後於 700°C 至 1000°C 的高溫 5 至 48 小時煅燒所得混合物而製得陰極活性材料。

[0006] 有利地，乾煅燒係用以製造金屬氧化物之廣泛使用的技術並因此而容易處理，但缺點在於因為原料難均勻混合而難得到單相產物及，在由二或更多種過渡金屬

所組成之多組份陰極活性材料的情況中，難均勻地將至少兩種元素排列至原子程度。此外，當使用與特別的金屬組份摻混或以其取代以改良電化學性能之方法時，難均勻地混合少量添加之特別的金屬組份且在進行粉碎和分類程序以得到所欲粒子尺寸的過程中，無可避免地發生金屬組份耗損的情況。

[0007] 製造陰極活性材料的另一慣用方法係濕沉澱。濕沉澱中，藉由將含有過渡金屬(如 Co 之類)的鹽溶於水中，將鹼加至溶液中以使過渡金屬以過渡金屬氫氧化物的形式沉澱，過濾和乾燥沉澱物，令所得沉澱物與作為鋰來源之處於經乾燥狀態的碳酸鋰或氫氧化鋰混合，並於 700°C 至 1000°C 的高溫 1 至 48 小時煅燒此混合物而製得陰極活性材料。

[0008] 已經知道濕沉澱法易藉共沉澱，特別是二或多種過渡金屬元素，得到均勻混合物，但沉澱反應須要長時間，複雜，且產生廢酸為副產物。此外，各種方法，如溶膠法、水熱法、噴霧熱解、離子交換法等曾被用以製造鋰二次電池用之陰極活性材料。

[0009] 除了前述方法以外，使用藉水熱合成使用高溫和高壓水製造用於陰極活性材料的無機化合物之方法。

[0010] 關於此，參照圖 1，在慣用的水熱合成裝置 10 中，先質溶液 f1、f2 和 f3 分別經由供料管 22、22a 和 22b 自混合機 20 的上和側部分供應，所供應的先質溶液混合以製造中間漿料 f4 且之後中間漿料 f4 立刻經由連接

至反應器 11 的連接管 30 供應至反應器 11，而，在含有高溫和高壓水的超臨界液流自反應器 11 的反側注入的同時，在反應器 11 中短時間發生介於中間漿料 f1 和超臨界液流之間的反應。

[0011] 此處，供應至反應器 11 的中間漿料 f4 因為中間漿料 f4 的黏度和在連接管 30 的內表面上之摩擦而長期具有提高的切變應力並因此而無法平順地移動，此造成中間漿料 f4 累積在其內表面上。此外，發生累積在反應器 11 的入口部分處之中間漿料 f4 之反應，因此造成其入口部分之阻塞。

[0012] 因此，水熱合成裝置的連續操作時間顯著降低，且阻塞的反應器之拆解和內部清潔須要更多的人力和時間，此造成製造產能顯著降低，及投資成本提高。

[0013] 因此，亟須開發基本上針對這些問題的技術。

【發明內容】

所欲解決技術問題

[0014] 因此，進行本發明以解決以上問題和尙待解決的其他技術問題。

[0015] 作為積極研究和各種實驗之結果，本發明之發明者證實，在使用水熱法連續製造無機漿料的裝置中，當先質溶液混合物通過彼而排放至反應器之連接管的內表面經磨蝕拋光時，先質溶液混合物經由其引入的入口之阻

塞可被最小化或完全避免。

[0016] 因此，本發明的目的係提出一種用以製造無機化合物的水熱合成裝置，藉由延長使用該水熱合成裝置製造無機化合物之方法中的連續驅動時間，其具有顯著提高的產能和降低的投資成本。

解決問題之技術手段

[0017] 根據本發明的一方面，提出一種使用水熱法連續製造無機漿料的水熱合成裝置，該水熱合成裝置包含：

混合機，其用以混合經由至少一個供料管注入之用以製造無機材料的至少一種先質溶液，以製造中間漿料；

配置於混合機側面的連接管，其將所製得的中間漿料連續排放至反應器，並具有與先質溶液混合物接觸之經磨蝕拋光的內表面；和

反應器，其使用熱交換機，藉由接收加熱至超臨界或次臨界條件的液流並連接至自混合機製造的中間漿料引入其中的連接管及連接至受熱的液流注入其中的至少一個注射管，進行由連接管供應的中間漿料之水熱反應。

[0018] 因此，在水熱合成裝置中，藉由混合至少一種先質溶液而製得的中間漿料通過其中而排放至反應器之連接管的內表面經磨蝕拋光並因此，發生於中間漿料引入通過的入口處之阻塞可被最小化以延長連續驅動時間，此使得製造產能顯著提高。

[0019] 一個特定的具體實施例中，該供料管包含第一供料管，其位於該混合機的上表面之中心部分，第二供料管位於該混合機的側面部分，以與該第一供料管形成 10° 至 90° 的內角，和第三供料管，其位於該混合機的另一側以面對第二供料管。

[0020] 特別地，各供料管供應具有不同組份的無機先質溶液，藉由在第二和第三供料管之間形成內角而加速先質溶液的供料速率，且藉流體流，可藉由調整經由第二和第三供料管供應之先質溶液與經由第一供料管供應的先質溶液之混合比，可以平順地供應至少兩種先質溶液混合的中間漿料。

[0021] 此外，考慮先質溶液供應至混合機中的量及水熱合成裝置的尺寸，此混合物可藉能夠均勻混合先質溶液而提高混合效率的靜態或攪拌型元件進一步供應至其內部。

[0022] 同時，連接管可製自，例如，以沃斯田鐵為基礎的不銹鋼材料。更特別地，該以沃斯田鐵為基礎的不銹鋼材料選自由 STAINLESS STEEL 304、STAINLESS STEEL 316、STAINLESS STEEL 304L、和 STAINLESS STEEL 316L 所組成之群組。

[0023] 通常，不銹鋼係藉由將大量的鉻(Cr)添加至鐵(Fe)中以其不易生銹的合金鋼和，如所欲者，含有少量複合組份(如碳(C)、鎳(Ni)、矽(Si)、錳(Mn)、鉬(Mo)等)的合金鋼。

[0024] 這些不銹鋼材料含有 Fe 作為主要組份並具有數個一般的鋼未具有的性質，即，耐蝕性、耐熱性等。特別地，STAINLESS STEEL 304、STAINLESS STEEL 316、STAINLESS STEEL 304L、和 STAINLESS STEEL 316L，彼等為以沃斯田鐵為基礎的不銹鋼材料，因為極佳的焊接性和高溫強度且無磁性，亦具有高耐蝕性和耐熱性，所以可作為構成根據本發明之水熱合成裝置的連接管的材料。

[0025] 同時，在與中間漿料接觸且中間漿料經由彼排放至反應器的連接管的內表面上進行之磨蝕拋光，可以藉，例如，選自機械拋光、化學拋光、化學機械拋光、和電拋光之群組之至少一者進行。更特別地，磨蝕拋光係藉電拋光進行。

[0026] 通常，電拋光是一種方法，其中，藉由在可溶於電拋光溶液的金屬產物形成的陽極和不溶於電拋光溶液的金屬產物形成的陰極之間施以電壓，在金屬產物表面發生電解反應及，結果，金屬產物表面經拋光。

[0027] 欲藉電拋光拋光金屬產物，電解浴充滿電拋光溶液，裝配待拋光的金屬產物作為陽極，裝配不溶於電拋光溶液的陰極，在陽極和陰極之間施以直流電。電拋光中，施用電流時，即使在金屬產物不易溶於電拋光溶液的條件下，金屬產物被迫逐漸溶解。進行電拋光時，含大量金屬離子的高黏度液體層(黏稠層)自陽極溶解而環繞陽極。

[0028] 在被金屬離子所飽和的黏著層中，金屬不再溶解並形成高陽極電位，並因此，黏稠層與氧劇烈結合，藉此形成氧化物膜。關於此，溶解的金屬離子主要累積在金屬表面的下凹部分，金屬離子在下凹部分中之移動和擴散極小並因此而使得下凹部分沒有電流流動並，據此，金屬未溶於其中。另一方面，在金屬表面的下凹部分中，形成薄金屬離子層並因此而集中電流並，據此，金屬表面輕易溶解，此得到金屬產物的整個平坦表面。

[0029] 一個特定具體實施例中，電拋光係藉包含以下者之方法進行：包含連接管的內表面之酸處理和水潔淨之前處理；連接管的內表面之電拋光；和包含電拋光溶液之中和反應和水潔淨之後處理。更特別地，考慮連接管以不銹鋼材料製得，電拋光所用的電拋光溶液可含有硫酸和磷酸。

[0030] 除了電拋光以外，此技術已經知道其他磨蝕拋光法(如機械拋光、化學拋光、和化學機械拋光)，因此文中將省略彼等之詳細描述。

[0031] 在根據本發明之水熱合成裝置中，磨蝕拋光可以選擇性地在鄰近反應器入口處之連接管的一部分的內表面上進行，但本發明之具體實施例不限於此。即，連接管的內表面可經完全磨蝕拋光。

[0032] 慣用的水熱合成裝置中，如前述者，須將相對大量的液流在無機漿料流中加熱至超臨界或次臨界條件以抑制連接管之阻塞。

[0033] 另一方面，根據本發明，有一些關於磨蝕拋光的問題，因此，無機漿料中的無機材料量為 0.05 重量% 至 5 重量%。

[0034] 除了連接管的內表面之前述磨蝕拋光以外，水熱合成裝置所具有的構造中，疏水塗層形成於水熱合成裝置之混合機、反應器、和注射管中之至少一者的內表面上，以便在水熱法於高溫和高壓操作的特性下，保護裝置的元件，及補足構成該元件之材料的性質。

[0035] 一些具體實施例中，可以在連接管的外部進一步配備冷卻元件以散發自受熱液流轉移的熱。

[0036] 用以使得本發明之水熱合成裝置的水熱合成最適化的條件(如流率等)可以根據各種製造條件(如先質、無機材料、產製率等)而改變。

[0037] 一個特定的具體實施例中，液流可為，例如，在溫度為 350°C 至 800°C 和壓力為 180 巴至 550 巴的條件下受熱的超臨界水，且被注入之受熱的液流通過的注射管可包括兩個注射管位於該反應器的外側。但是，可以各自獨立地自由選擇注射管的入口位置角度等且，特別地，注射管可為位於該反應器外表面的兩個注射管。更特別地，根據於所欲的反應環境，使得注射管的位置與製得的無機漿料的排放方向形成 30° 至 150°，特別是 45° 至 135° 的角度。

[0038] 本發明亦提出一種藉由使用水熱合成裝置製造無機漿料之方法，此方法包括：

用以製造無機材料的第一先質溶液經由第一供料管和用以製造無機材料的第二先質溶液經由第二和第三供料管各者注入混合機中；

經由注入的第一和第二先質溶液之混合而製得的中間漿料經由連接管引至反應器中；

含有高溫和高壓水的超臨界水經由注射管注入反應器中；和

在反應器中藉水熱反應製造無機漿料並自反應器連續排放製得的無機漿料。

[0039] 未特別限制自使用上述方法製得的無機漿料所得之無機材料的類型。例如，作為陰極活性材料的該無機材料可為選自由 Co_2O_3 、 Fe_2O_3 、 LiMn_2O_4 、 MO_x （其中 M 是 Fe、Ni、Co、Mn、Al 之類而 x 是提供電中性的數字）、 MOOH （其中 M 是 Fe、Ni、Co、Mn、和 Al 之類）、和 $\text{A}_a\text{M}_m\text{X}_x\text{O}_o\text{S}_s\text{N}_n\text{F}_f$ （其中 A 是選自由 Li、Na、K、Rb、Cs、Be、Mg、Ca、Sr、和 Ba 所組成之群組中之至少一者；M 包含至少一種過渡金屬且任意地包含選自由 B、Al、Ga、和 In 所組成之群組中之至少一者；X 是選自由 P、As、Si、Ge、Se、Te、和 C 所組成之群組中之至少一者；O 是氧；S 是硫；N 是氮；F 是氟；而 a、m、x、o、s、n、和 f 各自獨立地為 0 或更大的數字，其提供電中性）所組成之群組中之至少一者。

[0040] 特定的具體實施例中，作為陰極活性材料的該無機材料可為 $\text{Li}_a\text{M}_n\text{M}'_c\text{PO}_4$ ，其中 M 是選自由 Fe、

Ni、Co、和 Mn 所組成之群組中之至少一者；M'是選自由 Ca、Ti、S、C、和 Mg 所組成之群組中之至少一者；而 a、b、和 c 各自獨立地為 0 或更多的數字，其提供電中性，特別是橄欖石結構 LiFePO_4 。

[0041] 此技術已經知道使用無機材料作為陰極活性材料的二次電池並因此文中將省略其詳述。

【圖式簡單說明】

[0042] 由以下關於附圖之詳述，將更清楚地瞭解本發明的上述和其他標的、特徵和其他優點，附圖中：

[0043] 圖 1 係慣用的水熱合成裝置的示意圖；

[0044] 圖 2 係根據本發明之具體實施例之水熱合成裝置的示意圖；

[0045] 圖 3 係圖 2 的“A”部分的放大圖；

[0046] 圖 4 和 5 係用以說明圖 2 的連接管的內部外觀的圖；和

[0047] 圖 6 係根據本發明之另一具體實施例之水熱合成裝置的圖，該裝置包括配備冷卻元件的連接管。

【實施方式】

[0048] 現將以對照以下實例的方式，更詳細地描述本發明。這些實例僅用以說明本發明且不應對本發明之範圍和精神構成限制。

[0049] 圖 2 係根據本發明之具體實施例之水熱合成

裝置 200 的示意圖。

[0050] 參照圖 2，用於製造無機材料的先質溶液 f1、f2 和 f3 分別經由第一、第二和第三供料管 241、242 和 243 注入混合機 230 中。在混合機 230 中，第一供料管 241 位於混合機 230 的上表面的中心部分，第二供料管 242 位於混合機 230 的側面部分，以與第一供料管 241 形成預定的內角，而第三供料管 243 位於該混合機 230 的另一側以面對第二供料管 242。根據所欲的反應環境，與第一供料管 241 形成的此內角可以合宜地調整在 10° 至 90° 內。

[0051] 此外，藉由流體流，供應的先質溶液 f1、f2 和 f3 在混合機 230 內部自然混合，以製造中間漿料 f4。因此，此構造適合用於供應和混合不同的先質溶液(如先質溶液 f1、f2 和 f3)，而第二和第三供料管 242 和 243 與第一供料管 241 形成傾斜表面，並因此而可以根據移動速率而調整先質溶液 f1、f2 和 f3 的混合量。

[0052] 在混合機 230 中製造的中間漿料 f4 經由連接管 220 引至反應器 210 中並與加熱至超臨界或次臨界條件的液流 s1 和 s2 接觸，藉此於其間發生反應，自此排放無機漿料 c2 形式的反應產物。液流 s1 和 s2 經由位於反應器 210 外側的兩個注射管 251 和 252 引至反應器 210 中。一些具體實施例中，連接管 220 的外部可配備冷卻元件(未示)以散發自受熱的液流 s1 和 s2 轉移的熱。

[0053] 中間漿料 f4 經由其進入反應器 210 中的連接

管 220 的內表面可具有磨蝕拋光部分，以防止連接管 220 接近反應器 210 入口的部分(如圖 2 的 A 部分)發生阻塞的情況。

[0054] 圖 3 係圖 2 之接近反應器 210 的入口的 A 部分的放大圖。

[0055] 參照圖 3，連接管 220 之接觸中間漿料 f4 的內表面具有磨蝕拋光部分 330 使得，當藉由混合先質溶液而在混合機 230 製得的中間漿料 f4 經由連接管 220 引至反應器 210 中時，防止因為迅速的合成反應而在連接管 220 之接近反應器 210 的入口的 A 部分發生阻塞的情況。

[0056] 圖 4 和 5 係用以說明圖 2 的連接管 220 的內部外觀的圖。

[0057] 參照圖 4 和 5，連接管 220 內表面的磨蝕拋光部分 300 可以選擇性地形成於反應器 210 之常發生阻塞情況的入口附近，或者，連接管 220 的整個內表面具有磨蝕拋光部分 300。

[0058] 圖 6 係根據本發明之另一具體實施例之水熱合成裝置 400 的圖，其包括配備冷卻元件 460 的連接管 220。

[0059] 參照圖 6，位於連接管 220 外部之以金屬管或散熱體製造的冷卻元件 460 與溫度約 10°C 的冷凍劑接觸。冷卻元件 460 藉由迅速散發自超臨界液流轉移的熱而抑制沉積和早期反應並，據此，磨蝕拋光效果可被最大化。

[0060] 雖已提出本發明的較佳具體實施例以用於說明之目的，嫻於此技術者將瞭解在不背離藉所附申請專利範圍所提出之本發明之精神和範圍的情況下，作出各種修飾、增添和替代為可行者。

發明對照先前技術之功效

[0061] 如前述者，在根據本發明之水熱合成裝置中，藉由混合至少一種先質溶液而製得的中間漿料經由其引至反應器中之連接管的內表面經磨蝕拋光處理並因此而可使得先質溶液混合物經由其引入之入口之阻塞最小化或完全避免。此外，在使用該水熱合成裝置製造無機化合物之方法中，可延長連續操作時間並因此而可顯著提高產能及降低投資成本。

【符號說明】

[0062]

10：水熱合成裝置

20：混合機

f1：先質溶液

f2：先質溶液

f3：先質溶液

f4：中間漿料

22：供料管

22a：供料管

22b : 供料管

30 : 連接管

11 : 反應器

200 : 水熱合成裝置

210 : 反應器

220 : 連接管

230 : 混合機

241 : 第一供料管

242 : 第二供料管

243 : 第三供料管

251 : 注射管

252 : 注射管

S1 : 超臨界液流

S2 : 超臨界液流

C2 : 無機漿料

300 : 磨蝕拋光部分

400 : 水熱合成反應器

460 : 冷卻元件

申請專利範圍

1. 一種使用水熱法連續製造無機漿料的水熱合成裝置，該水熱合成裝置包含：

混合機，其用以混合經由一或多個供料管注入之用以製造無機材料的一或多種先質溶液，以製造中間漿料；

配置於混合機側面的連接管，其將所製得的中間漿料連續排放至反應器，並具有與先質溶液混合物接觸之經磨蝕拋光的內表面；和

反應器，其使用熱交換機，藉由接收加熱至超臨界或次臨界條件的液流並連接至自混合機製造的中間漿料引入其中的連接管及連接至受熱的液流注入其中的位於該反應器的外側之兩個注射管，進行由連接管供應的中間漿料之水熱反應，

其中於該混合機、該反應器、和該注射管中之一或多者的內表面上形成疏水塗層。

2. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該供料管包含第一供料管，其位於該混合機的上表面之中心部分，第二供料管位於該混合機的側面部分，以與該第一供料管形成 10° 至 90° 的內角，和第三供料管，其位於該混合機的另一側以面對第二供料管。

3. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該連接管包含以沃斯田鐵為基礎的不銹鋼材料。

4. 如申請專利範圍第 3 項之水熱合成裝置，其中該以沃斯田鐵為基礎的不銹鋼材料選自由 STAINLESS

STEEL 304、STAINLESS STEEL 316、STAINLESS STEEL 304L、和 STAINLESS STEEL 316L 所組成之群組。

5. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該磨蝕拋光係藉選自機械拋光、化學拋光、化學機械拋光、和電拋光所組成之群組之一或多種方法進行。

6. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該磨蝕拋光係藉電拋光進行。

7. 如申請專利範圍第 6 項之水熱合成裝置，其中該電拋光係藉包含以下者之方法進行：

包含連接管的內表面之酸處理和水潔淨的前處理；

連接管的內表面之電拋光；和

包含電拋光溶液之中和反應和水潔淨的後處理。

8. 如申請專利範圍第 7 項之水熱合成裝置，其中該電拋光溶液包含硫酸和磷酸。

9. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該連接管的整個內表面經磨蝕拋光。

10. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該無機漿料中的無機材料量為 0.05 重量%至 5 重量%。

11. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該連接管位於其外部係配備冷卻元件以散發自受熱液流轉移的熱。

12. 如申請專利範圍第 1 項之水熱合成裝置，其中該液流係在溫度為 350℃至 800℃和壓力為 180 巴至 550 巴的條件下受熱的超臨界水。

13. 一種藉由使用如申請專利範圍第 1 至 12 項中任一項之水熱合成裝置製造無機漿料之方法，此方法包含：

用以製造無機材料的第一先質溶液經由第一供料管和用以製造無機材料的第二先質溶液經由第二和第三供料管各者注入混合機中；

經由注入的第一和第二先質溶液之混合而製得的中間漿料經由連接管引至反應器中；

含有高溫和高壓水的超臨界水經由注射管注入反應器中；和

在反應器中藉水熱反應製造無機漿料並自反應器連續排放製得的無機漿料，

其中該液流係在溫度為 350℃ 至 800℃ 和壓力為 180 巴至 550 巴的條件下受熱的超臨界水。