

(21)申請案號：102129016

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 08 月 13 日

(51)Int. Cl. : C01B31/12 (2006.01)

(30)優先權：2012/08/21 美國 13/590,568

(71)申請人：康寧公司(美國) CORNING INCORPORATED (US)
美國

(72)發明人：富萊契湯尼亞哈維瓦拉 FLETCHER, TONIA HAVEWALA (US)；嘉德卡里奇索普魯夏坦 GADKAREE, KISHOR PURUSHOTTAM (US)；瑞地卡朱拉帕坦希拉米 REDDY, KAMJULA PATTABHIRAMI (US)；舒茲雷蓓卡琳恩 SCHULZ, REBECCA LYNN (US)

(74)代理人：蔡坤財；李世章

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：10 共 43 頁

(54)名稱

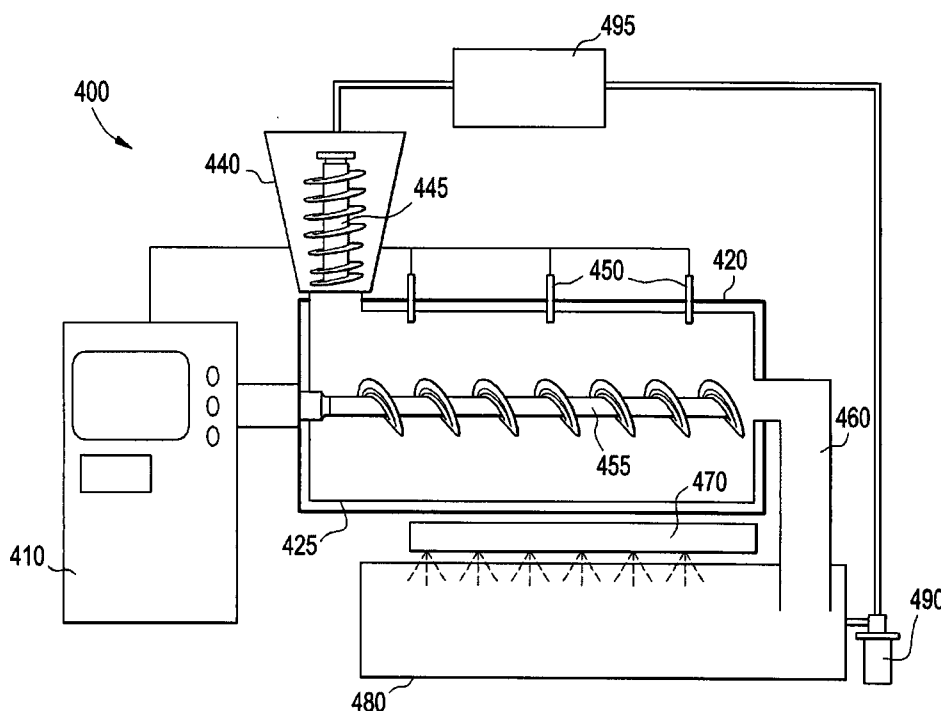
碳之微波能量輔助化學活化

MICROWAVE ENERGY-ASSISTED, CHEMICAL ACTIVATION OF CARBON

(57)摘要

一種形成活性炭的方法，包含由碳原料和化學活化劑形成原料混合物，以及在複數個接續的加熱步驟中使用微波加熱該原料混合物，以使該碳原料與該化學活化劑反應並形成活性炭。可以使用逐步加熱來有效地控制此微波活化製程。

第4圖



400：系統

410：微波源

420：微波反應腔室

425：內襯

440：料斗

445：螺旋推運機

450：感測器

455：原料輸送工具

460：管道

470：沖洗歧管

480：收集槽

490：泵

495：過濾器

(21)申請案號：102129016

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 08 月 13 日

(51)Int. Cl. : C01B31/12 (2006.01)

(30)優先權：2012/08/21 美國 13/590,568

(71)申請人：康寧公司(美國) CORNING INCORPORATED (US)
美國

(72)發明人：富萊契湯尼亞哈維瓦拉 FLETCHER, TONIA HAVEWALA (US)；嘉德卡里奇索普魯夏坦 GADKAREE, KISHOR PURUSHOTTAM (US)；瑞地卡朱拉帕坦希拉米 REDDY, KAMJULA PATTABHIRAMI (US)；舒茲雷蓓卡琳恩 SCHULZ, REBECCA LYNN (US)

(74)代理人：蔡坤財；李世章

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：10 共 43 頁

(54)名稱

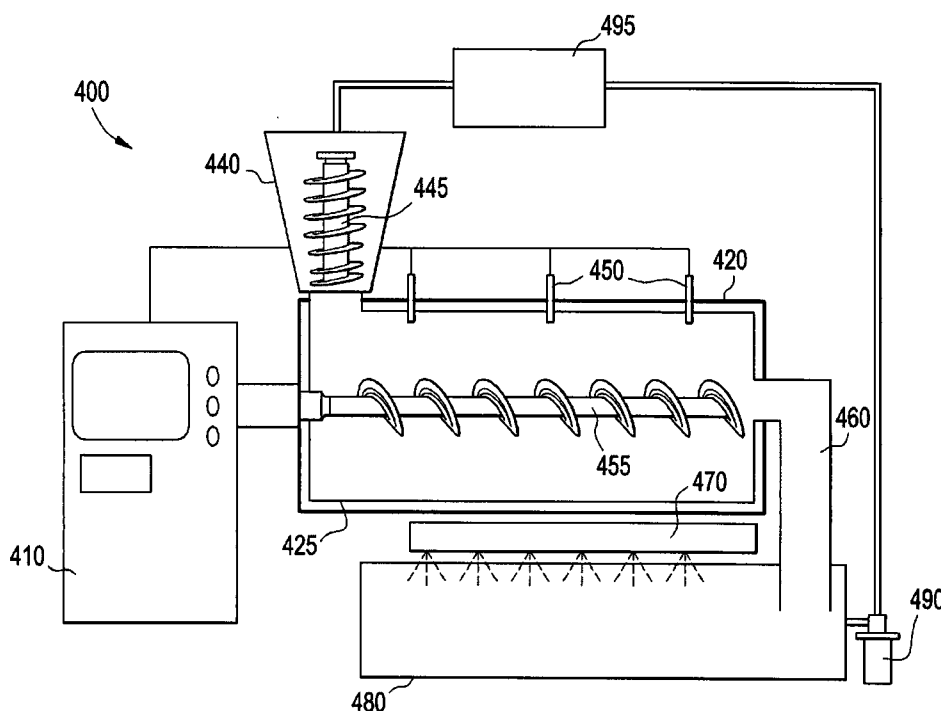
碳之微波能量輔助化學活化

MICROWAVE ENERGY-ASSISTED, CHEMICAL ACTIVATION OF CARBON

(57)摘要

一種形成活性炭的方法，包含由碳原料和化學活化劑形成原料混合物，以及在複數個接續的加熱步驟中使用微波加熱該原料混合物，以使該碳原料與該化學活化劑反應並形成活性炭。可以使用逐步加熱來有效地控制此微波活化製程。

第4圖



400：系統

410：微波源

420：微波反應腔室

425：內襯

440：料斗

445：螺旋推運機

450：感測器

455：原料輸送工具

460：管道

470：沖洗歧管

480：收集槽

490：泵

495：過濾器

發明摘要

※ 申請案號：102129016

※ 申請日：2013 年 8 月 13 日

※IPC 分類：C01B³¹/2 (2006.01)

【發明名稱】（中文/英文）

碳之微波能量輔助化學活化

MICROWAVE ENERGY-ASSISTED, CHEMICAL
ACTIVATION OF CARBON

【中文】

一種形成活化碳的方法，包含由碳原料和化學活化劑形成原料混合物，以及在複數個接續的加熱步驟中使用微波加熱該原料混合物，以使該碳原料與該化學活化劑反應並形成活化碳。可以使用逐步加熱來有效地控制此微波活化製程。

【英文】

A method for forming activated carbon comprises forming a feedstock mixture from a carbon feedstock and a chemical activating agent, and heating the feedstock mixture with microwaves in a plurality of successive heating steps to react the carbon feedstock with the chemical activating agent and form activated carbon. Step-wise heating can be used to efficiently control the microwave activation process.

【代表圖】

發明摘要

※ 申請案號：102129016

※ 申請日：2013 年 8 月 13 日

※IPC 分類：C01B³¹/2 (2006.01)

【發明名稱】（中文/英文）

碳之微波能量輔助化學活化

MICROWAVE ENERGY-ASSISTED, CHEMICAL
ACTIVATION OF CARBON

【中文】

一種形成活化碳的方法，包含由碳原料和化學活化劑形成原料混合物，以及在複數個接續的加熱步驟中使用微波加熱該原料混合物，以使該碳原料與該化學活化劑反應並形成活化碳。可以使用逐步加熱來有效地控制此微波活化製程。

【英文】

A method for forming activated carbon comprises forming a feedstock mixture from a carbon feedstock and a chemical activating agent, and heating the feedstock mixture with microwaves in a plurality of successive heating steps to react the carbon feedstock with the chemical activating agent and form activated carbon. Step-wise heating can be used to efficiently control the microwave activation process.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 4 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

400	系統	410	微波源
420	微波反應腔室	425	內襯
440	料斗	445	螺旋推運機
450	感測器	455	原料輸送工具
460	管道	470	沖洗歧管
480	收集槽	490	泵
495	過濾器		

【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)

碳之微波能量輔助化學活化

MICROWAVE ENERGY-ASSISTED, CHEMICAL
ACTIVATION OF CARBON

【相關申請案的交叉引用】

【0001】 本專利申請案根據專利法主張於 2012 年 8 月 21 日提出申請的美國專利申請案序號第 13/590,568 號的優先權權益，該申請案之全部內容以引用方式併入本文中。

【技術領域】

【0002】 本揭示案大體而言係關於形成活化碳的方法，更特定言之，本揭示案係關於碳之微波能量輔助化學活化，該化學活化使用複數個不連續的加熱步驟。

【先前技術】

【0003】 能量儲存裝置（例如超級電容器）可被使用於各種的應用，例如需要不連續功率脈衝的應用。示例的應用範圍從手機到動力混合汽車。超級電容器通常包含夾置在一對碳基電極之間的多孔隔板和有機電解質。能量儲存係藉由將電荷分離並儲存在電化學雙層來實現，該等電化學雙層被形成在電極和電解質之間的界面處。這些裝置的重要特性是彼等可以提供的能量密度和功率密度很大程度上取決於併入電極的碳之性質。

【0004】 適合併入能量儲存裝置的碳基電極是眾所周知的。形成電極基礎的活性炭可以從天然的或合成的前驅物材料製成。天然的前驅物材料包括煤、堅果殼及生物質。合成的前驅物材料通常包括酚醛樹脂。有了天然的和合成的前驅物，活性炭可以藉由碳化前驅物然後活化中間產物來形成。該活化可以包含在高溫的物理（例如水蒸汽或二氧化碳）或化學活化，以增加孔隙度並因而增加碳的表面積。

【0005】 物理和化學活化製程通常涉及大量的熱預算來加熱並使碳化材料與活化劑反應。在化學活化的情況下，當碳化材料被加熱並與化學活化劑（例如氫氧化鉀（KOH））反應時會形成腐蝕性的副產物。這會增加整個製程的複雜性和成本，特別是在高溫下進行長時間的反應。

【0006】 因此，使用更經濟的化學活化路徑來提供活性炭材料和形成活性炭材料的方法將是有益的。得到的活性炭材料可以具有高的表面積與體積比，而且可以被用來形成致能高效率、長壽命及高能量密度的裝置之碳基電極。

【發明內容】

【0007】 一種形成活性炭的方法，包含以下步驟：提供碳原料；將該碳原料與化學活化劑混合，以形成原料混合物；將該原料混合物導入微波反應腔室中；使用複數個加熱步驟在個別的處理溫度下使用微波能量來加熱該原料混合物；以及使該碳原料與該化學活化劑反應而形成活性炭。在該等加熱步驟之後，該活性炭可以被水淬冷，以冷卻並洗滌該活性炭。

【0008】 每個加熱步驟包含將該原料保持在處理溫度下持續

一段決定的時間。藉由將複數個加熱步驟整合於製程中，該碳原料與該化學活化劑之間的反應可以受到控制。在實施例中，該複數個加熱步驟係接續進行直到該製程完成，並且到達室溫時該碳原料不會減少。

【0009】 將在以下的實施方式中提出本發明的其他特徵和優點，並且從該描述或藉由實施本文描述的發明（包括以下的實施方式、申請專利範圍以及附圖），本技術領域中具有通常知識者將可輕易理解到，部分的特徵和優點是顯而易見的。

【0010】 可以瞭解的是，前面的一般性描述和以下的實施方式皆呈現本發明之實施例，並且意圖提供用於瞭解本發明之性質和特徵（如申請專利範圍中所主張的）的概述或框架。附圖被涵括，以提供對本發明更進一步的瞭解，並且附圖被併入本說明書以及構成本說明書的一部分。圖式說明了本發明的各種實施例，並與說明一起用於解釋本發明之原理和操作。

【圖式簡單說明】

【0011】 當結合以下圖式一起閱讀時可以最好地瞭解以下的實施方式，其中使用相同的元件符號來指示類似的結構，並且其中：

【0012】 第 1 圖為損耗因子對比示例性原料混合物之溫度的圖；

【0013】 第 2A 圖和第 2B 圖為(A)多模微波腔器和(B)變頻微波腔器內的能量和溫度分佈之圖形說明；

【0014】 第 3 圖為在微波反應器內形成活化的示例性坩堝

設計；

【0015】 第 4 圖為依據本揭示案之一個實施例用於製備活性炭的微波反應器之示意圖；

【0016】 第 5A 圖和第 5B 圖圖示依據本揭示案之進一步實施例用於製備活性炭的微波反應器之示意圖；

【0017】 第 6 圖為依據本揭示案之又進一步實施例用於製備活性炭的微波反應器之示意圖；

【0018】 第 7 圖為溫度和微波功率對比時間的圖，該圖圖示依據一個實施例的複數個加熱步驟；

【0019】 第 8 圖為比較製程之爐溫度和爐設定點對比時間的圖；

【0020】 第 9 圖為溫度和微波功率對比時間的圖，該圖圖示依據進一步實施例的複數個加熱步驟；以及

【0021】 第 10 圖為示例的超級電容器之示意圖。

【實施方式】

【0022】 一種從碳原料製作活性炭的方法，包含以下步驟：提供碳原料；將該碳原料與化學活化劑混合，以形成原料混合物；將該原料混合物導入微波反應腔室中；藉由將微波引入該反應腔室而使用微波能量加熱該原料混合物；使該碳原料與該化學活化劑反應而形成活性炭；以及冷卻該活性炭。加熱的動作包含在接續的處理溫度下持續個別的保持時間的複數個加熱步驟。

【0023】 依據實施例，碳原料可以包含碳化材料，例如煤或衍生自碳前驅物的碳化材料。示例的碳前驅物包括天然材料

和合成材料，該等天然材料例如堅果殼、木材、生物質等，該等合成材料例如酚醛樹脂，包括聚(乙烯醇)和(聚)丙烯腈等。舉例來說，該碳前驅物可以包含食用穀物，例如小麥粉、核桃粉、玉米粉、玉米澱粉、玉米膳食、米粉以及馬鈴薯粉。其他的碳前驅物包括椰子殼、甜菜、穀粒、大豆、大麥以及棉花。該碳前驅物可以衍生自可能是或可能不是基因改造的作物或植物。

【0024】 進一步的示例性碳前驅物材料和形成碳原料的相關方法係揭示於共同擁有的美國專利申請案第 12/335,044、12/335,078、12/788,478 以及 12/970,073 號中，將該申請案之全部內容以引用方式併入本文中。

【0025】 可以藉由在惰性或還原氛圍中加熱以碳化碳前驅物材料，而形成碳原料。示例的惰性或還原氣體和氣體混合物包括氫氣、氮氣、氨氣、氫氣及氫氣中之一或多者。在示例的製程中，可以在從約 500 °C 至 950 °C (例如 500 °C、550 °C、600 °C、650 °C、700 °C、750 °C、800 °C、850 °C、900 °C 或 950 °C) 的溫度下加熱碳前驅物一段預定的時間(例如 0.5、1、2、4、8 小時或更長的時間)，然後選擇性地冷卻該碳前驅物。在碳化過程中，該碳前驅物可能會被還原並分解而形成碳原料。在實施例中，碳化可以使用傳統的加熱爐進行或藉由在微波反應腔室內使用微波能量加熱來進行。舉例來說，可以使碳前驅物曝露於微波能量，使得該碳前驅物被加熱並還原而在微波反應器內碳化形成碳原料，然後使該碳原料與化學活化劑結合而形成原料混合物，然後使該原料

混合物曝露於微波能量，以加熱該原料混合物並形成活化碳。

【0026】 可以預想到的是，可以使用單一的碳前驅物材料或指定的前驅物材料組合來最適化活化碳產物的性質，而且可以使用與形成活化碳所描述者類似的製程以無論是批次或連續的方式利用微波能量將前驅物材料本身轉換成碳原料。

【0027】 適用於活化的碳原料顆粒可以藉由碾碎或研磨碳原料來製備。例如，在與化學活化劑結合並被引入微波反應腔室之前，可以將碳原料碾碎到平均粒徑小於 100 微米，例如小於 100、50、20 或 10 微米。在實施例中，碳原料可以具有約 5、10、20、50 或 100 微米的平均粒徑。在進一步的實施例中，碳原料之粒徑範圍可以從 5 到 10 微米、5 到 20 微米、10 到 20 微米、5 到 50 微米、10 到 50 微米或 20 到 50 微米。

【0028】 在活化之前，將碳原料（例如碳原料顆粒）與化學活化劑結合。該化學活化劑可以包括無機材料，例如磷酸（ H_3PO_4 ）、氫氧化鈉（ NaOH ）、碳酸鈉（ Na_2CO_3 ）、氯化鈉（ NaCl ）、氯化鎂（ MgCl_2 ）、氫氧化鉀（ KOH ）、三氯化鋁（ AlCl_3 ）、五氧化二磷（ P_2O_5 ）、碳酸鉀（ K_2CO_3 ）、氯化鉀（ KCl ）及/或氯化鋅（ ZnCl_2 ）。

【0029】 在實施例中，可以將碳原料與化學活化劑的溶液結合。假使使用溶液，則較佳為水溶液，而且化學活化劑在溶液中的濃度範圍可以從約 10 重量%-90 重量%。包含碳原料的原料混合物和化學活化劑的溶液可以在活化之前促進原料和化學活化劑之分子等級混合。此分子等級的混合可以促進均勻的活化碳形成，該均勻的活化碳包含均勻分佈的物理特

性，該等物理特性包括孔徑、孔徑分佈、孔結構等。在進一步的實施例中，可以將碳原料與化學活化劑結合，以形成乾燥的原料混合物，亦即不需使用任何液體或溶劑。

【0030】 可以以任何適當的比例結合碳原料和化學活化劑，以形成原料混合物。具體的適當比值可以取決於例如碳前驅物和化學活化劑之物理形式及濃度（假使碳前驅物和化學活化劑中之一或兩者係處於混合物或溶液的形式）。以乾燥材料的重量為基礎，碳前驅物與化學活化劑的比例範圍可以從約 1:10 至 10:1。例如，該比例可以為約 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:10、10:1、5:1、4:1、3:1 或 2:1。

【0031】 為了形成活性炭，將原料混合物引入微波反應腔室中，在微波反應腔室中使用微波能量加熱該原料混合物，以使碳原料與化學活化劑反應。在活化過程中，微波能量直接耦合碳原料、化學活化劑（例如氫氧化鉀）及水（若存在的話）。這些材料立即吸收微波能量，如第 1 圖所圖示，第 1 圖為損耗因子（ $\tan \delta$ ）對比原料混合物（碳和氫氧化鉀）之溫度的圖。三條曲線代表對同一樣品進行三次重複的量測。

【0032】 化學活化劑例如 KOH 可以與碳相互作用並反應，使得鉀離子被插入碳結構中並形成碳酸鉀。據信微波能量可以提高這兩個製程的反應動力學，而導致更高的活化速率。加熱的均勻性和伴隨的與活化劑的反應產生了所需的孔結構和孔徑分佈，該孔結構和該孔徑分佈與所需的能量密度和功率密度相關。如本文中使用的，活化係指碳的表面積藉以增加的製程，例如經由在碳內形成孔隙。

【0033】 微波產生器可以產生波長從 1 毫米到 1 米（頻率範圍從 300 MHz 至 300 GHz）的微波，雖然用以形成活化碳的特定示例性微波頻率包括 915 MHz、2.45 GHz 以及在 C 波段（4-8 GHz）內的微波頻率。在微波反應腔室內，可以使用微波能量經由預定的熱分佈來將原料混合物加熱到預定的溫度。

【0034】 微波反應器可以具有單模、多模或變頻的形式。變頻的微波反應器例如可以使用 C 波段的微波和行波管，以在少至 100 毫秒中不斷地掃過複數個頻率（例如 4096 個頻率）。產生的微波能量可以經由波導管射入反應腔室中。藉由掃過一個範圍的頻率，均勻的場可以產生，從而導致原料混合物各處具有均勻的溫度分佈。使用變頻微波反應器可實現的場均勻性可以優於例如使用傳統的多模裝置所實現的均勻性。

【0035】 在多模反應器中，離散的能量囊可以形成，並且在實施例中可以使用旋轉裝置移動碳原料混合物通過該場。或者，當來自多模反應器的能量進入反應腔室時，可以使用例如方向攪拌器故意擾動該能量，該方向攪拌器例如將能量分佈於整個反應腔室的旋轉風扇。

【0036】 將多模微波反應器和變頻微波反應器之能量分佈和溫度曲線的圖形說明各別圖示於第 2 圖中。爲了說明的目的，描述一種使用變頻微波（variable frequency microwave, VFM）的方法，該變頻微波在大面積上提供加熱均勻性。藉由使用寬帶微波放大器，可以在毫秒的時段中連續掃過超過 4000 的頻率，而確保可靠的模密度和能量均勻性。

【0037】 可以使用各種的活化方法，包括批次和連續進料的製程。批次製程可以包括將原料混合物載入坩堝中，坩堝係被導入微波反應腔室中。適當的坩堝係與微波處理相容並可耐鹼金屬腐蝕的。示例的坩堝可以包括金屬（例如鎳）坩堝、碳化矽坩堝或塗佈碳化矽的坩堝，例如塗佈碳化矽的莫來石。連續進料的製程例如可以包括螺桿饋進或旋轉饋進的操作。處於原料混合物形式的碳材也可以在半連續製程中被活化，其中裝載原料混合物的坩堝在加熱和反應的動作過程中被輸送通過微波反應器。

【0038】 用於容納及/或輸送原料混合物的適當坩堝可以具有嘴部比基部更寬的圓錐形剖面形狀。這種含有原料混合物的坩堝可以至少部分地被另外的隔熱材料包圍，該絕緣材料例如耐火材料，以在處理過程中保留碳原料內的熱。將被部分封閉在耐火毯內的坩堝之示例性架構圖示於第 3 圖中。坩堝 300 包括圓錐形氧化鋁坩堝 320，氧化鋁坩堝 320 用於容納原料混合物 310。氧化鋁坩堝 320 被容納在澆鑄矽石坩堝 340 內，並且澆鑄矽石坩堝 340 接著被耐火隔熱層 350 覆蓋。可以提供另外的耐火隔熱材料作為澆鑄矽石坩堝 340 內的耐火基座 355，耐火基座 355 為氧化鋁坩堝 320 提供基座。在微波反應腔室內的活化過程中，坩堝 300 可以靜置於耐火板 360 上。

【0039】 可以將原料乾式饋入或濕式饋入微波反應腔室中。濕的原料混合物例如可以包含漿料，該漿料可以被霧化或噴入微波反應器中。同樣地，乾的原料混合物可以被霧化或噴

入微波反應器中。藉由使用微波能量，擁有連續的製程而不需要坩堝輸送機是可能的，雖然也可以使用坩堝輸送機。舉例來說，乾的和濕的原料混合物皆可以被載入坩堝中，可以將該坩堝保持靜止或移動通過微波反應腔室的反應區。

【0040】 將連續的乾式或濕式螺桿饋送製程之示意圖圖示於第 4 圖中。系統 400 包括微波源 410，微波源 410 例如設以產生微波並供應微波能量到微波反應腔室 420 的 0.915 或 2.45 GHz 產生器。該反應腔室可以包括波導管。該反應腔室可以包括由耐腐蝕材料構成的內襯 425。耐腐蝕材料可以包括如碳化矽、氮化矽、石墨等耐火材料。可以使用料斗 440 將原料混合物饋入反應腔室 420，料斗 440 可以選擇性地配備有原料混合物輸送工具，例如螺旋推運機 445。反應腔室 420 可以包括原料輸送工具 455，例如螺旋推運機，在活化製程過程中，原料輸送工具 455 可以有助於原料混合物連續或半連續地移動通過該反應腔室。

【0041】 當活性炭經由管道 460 離開該反應腔室時，活性炭可以被容置在收集槽 480 中，在收集槽 480 中活性炭被沖洗歧管 470 提供的水淬冷。可以使用泵 490 和過濾器 495 選擇性地過濾和回收沖洗水。在加熱/活化過程中產生的氣體可以被導引到甌式爐或經由熱交換器回收。可以在系統 400 安裝感測器 450，以提供製程反饋和控制。將理解的是，雖然圖示的是水平配置的反應腔室，但系統 400 也可以是以垂直方向配置的。

【0042】 依據進一步的實施例，圖示於第 5 圖的是連續的單

S

模垂直液體懸浮或微粒微波活化系統 500。可以使用霧化器或噴灑噴嘴 505 將原料混合物的乾燥顆粒或液體懸浮液霧化或噴入微波反應腔室 520 中。系統 500 包括微波源 510，微波源 510 設以產生微波並供應微波能量到反應腔室 520。

【0043】 可以經由複數個如第 5B 圖圖示的氣體入口 530 將製程氣體（可以包括惰性氣體，例如氮氣或氬氣）引入反應腔室 520，以在腔室內維持原料混合物所需的滯留時間。除了流體化（即懸浮）反應腔室內的原料混合物之外，製程氣體可以選擇性地包括夾帶的蒸汽或水蒸汽，蒸汽或水蒸汽可以在加熱和活化步驟的過程最少化鹼金屬的形成。

【0044】 將理解的是，例如鈉金屬或鉀金屬在曝露於空氣後將會自燃。藉由以水蒸氣清除鹼金屬原子（此舉會進行反應而形成鹼金屬氧化物或氫氧化物），可以防止在活化製程的過程中形成鹼金屬。因此，在實施例中，在加熱步驟的過程中，被夾帶在惰性氣體中的蒸汽或水蒸汽可以被引入反應腔室中。活化之後，活化的碳可以被用水淬冷。

【0045】 在製程完成時，活化的碳可以經由管道 560 進入收集槽 580，在收集槽 580 中活化的碳被用水淬冷。可以使用泵 590 和過濾器 595 過濾並回收沖洗的水。

【0046】 依據又另一個實施例，多模的連續批次系統係圖示於第 6 圖中。在批次系統 600 中，原料混合物可以被載入金屬的耐火容器或塗佈耐火物質的容器 601（即碳化矽（SiC）或塗佈 SiC 的莫來石坩鍋）中，然後可以使用輸送系統 606 將容器 601 饋送通過一系列的微波反應腔室 620。可以使用料

斗 640 將原料混合物載入個別的容器中，料斗 640 選擇性地設置有螺旋推運機 645，用於輸送原料混合物。可以使用包覆和接地的熱電偶量測樣品的溫度。系統 600 包括微波源 560，微波源 560 設以產生微波並經由導管 611 供應微波能量到反應腔室 620。

【0047】 據信，微波輔助的碳活化發生時原料並沒有發生任何的交聯（即固化）。隨著加熱的進行，水（若存在的話）被從原料混合物去除，並且化學活化劑熔化而與碳原料反應。加熱可以形成碳和熔化的化學活化劑之黏稠漿料，加熱與水從該混合物的釋放結合可以在水被釋放時產生發泡。

【0048】 爲了盡量減少發泡的不利影響，可以使用多步驟的升溫來避免壓力的顯著積聚，並取而代之允許水分逐步釋放。在實施例中，加熱包含複數個階梯式的微波功率提高，該微波功率係被引入微波反應腔室。此舉產生複數個在個別溫度下持續個別保持時間的加熱步驟。在每個溫度步驟中的保持時間之範圍可以從約 10 至 30 分鐘（例如 10 分鐘、15 分鐘、20 分鐘、25 分鐘或 30 分鐘）。在進一步的實施例中，在接續的持溫之間的過渡時間可以小於 30 分鐘，例如小於或等於 30 分鐘、20 分鐘、10 分鐘、5 分鐘或 2 分鐘。

【0049】 在示例的二加熱步驟方法中，該加熱包含加熱到並保持在第一溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第一溫度的第二溫度下持續至少 10 分鐘。在這樣的二步驟方法中，該第一溫度可以在 300 °C 至 600 °C 的範圍中，而該第二溫度可以在 650 °C 至 850 °C 的範圍中。在示例的四加

熱步驟方法中，該加熱包含加熱到並保持在第一溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第一溫度的第二溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第二溫度的第三溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第三溫度的第四溫度下持續至少 10 分鐘。在這樣的四步驟方法中，該第一溫度可以在 300 °C 至 400 °C 的範圍中，該第二溫度可以在 400 °C 至 500 °C 的範圍中，該第三溫度可以在 500 °C 至 600 °C 的範圍中，以及該第四溫度可以在 650 °C 至 850 °C 的範圍中。

【0050】 如本文中使用的，複數個加熱步驟包括至少兩個持續個別的加熱（即保持）時間的不同加熱溫度，並且該第一加熱溫度和該第二加熱溫度之間有不連續的過渡。

【0051】 將微波功率（和由此產生的溫度）對比在 C 波段微波反應器中的耐火坩堝內形成活化的時間之圖圖示於第 7 圖中。該圖顯示，在依次升高的微波功率和原料溫度下熱循環包括複數個不連續的加熱步驟。圖示於第 7 圖的活化製程包括四個不連續的加熱步驟，依序包括在 350 °C 下加熱約 10 分鐘，然後在 425 °C 下加熱約 10 分鐘，然後在 500°C 下加熱約 10 分鐘，以及然後在 700 °C 下加熱約 15 分鐘，之後為水淬冷。這樣的多步驟加熱循環產生的原料混合物體積膨脹為約 50 %。將目標為相同的約 700 °C 最高活化溫度的傳統爐之溫度對比時間的圖圖示在第 8 圖中進行比較。使用傳統加熱循環的原料混合物體積膨脹導致樣品不受控制地發泡。參照以下揭示的鈕扣電池測試方法，使用第 7 圖揭示的加熱步驟

所製作的活性炭之體積比電容為約 95 F/cm^3 ，而使用第 8 圖圖示的比較溫度曲線所製作的活性炭之體積比電容為約 93 F/cm^3 。在第 8 圖中爐設定點溫度（F）和樣品溫度（S）皆被圖示出。將可被理解的是，可以使用微波能量來大量縮短形成活性炭的處理時間。

【0052】 將微波功率（和由此產生的溫度）對比在 C 波段微波反應器中的耐火坩堝內形成活性炭的時間之進一步圖圖示於第 9 圖中。圖示於第 9 圖的活化製程包括四個不連續的加熱步驟，依序包括在 375°C 加熱約 30 分鐘、在 450°C 加熱約 15 分鐘、在 550°C 加熱約 15 分鐘以及在 700°C 加熱約 15 分鐘，之後為水淬冷。

【0053】 藉由控制活化過程中提供到原料混合物的能量，減少揮發性副產物的膨脹是可能的，同時還可提供比傳統爐方法更短的總處理時間。

【0054】 在實施例中，可以訂製原料混合物的幾何形狀，以最佳化活化製程。例如，在非流體化的實施例中，可以將原料混合物成型為具有特定尺寸的糕狀物，以改善與微波能量的耦合。舉例來說，模製的糕狀原料混合物可以具有至少一個對應於微波波長的整數倍的尺寸（長度、寬度或厚度）。

【0055】 將理解的是，各種揭示的實施例可能涉及關於特定實施例所描述的特定特徵、元件或步驟。還將理解的是，雖然特定特徵、元件或步驟係關於一個特定的實施例所描述的，但可以將該特定特徵、元件或步驟與替代實施例互換或以各種未圖示出的組合或排列結合。

【0056】 在活化和淬冷之後，可以選擇性地將活性炭研磨至所需的粒徑，然後洗滌，以去除殘留量的碳，保留化學活化劑以及任何衍生自涉及化學活化劑的反應之化學副產物。如上所注意的，可以在研磨及/或洗滌之前藉由用水沖洗來將活性炭淬冷。在實施例中，淬冷和洗滌的動作可以結合。可以將用於淬冷及/或洗滌的廢水過濾然後回收。

【0057】 冷卻可以包含用去離子水沖洗活性炭。洗滌可以包含用去離子水初步沖洗活性炭，然後用酸性溶液沖洗，最後再次用去離子水沖洗。與傳統的提取製程所得到的大於約 3 重量%的值相比，這樣的洗滌製程可以將碳中的殘餘鹼金屬含量減少到小於約 200 ppm (0.02 重量%)。與傳統的洗滌步驟相比，所揭示的洗滌製程可以減少約 65 %的總廢物量，並且可以在室溫和環境壓力下進行。

【0058】 可以將活性炭併入超級電容器的碳基電極中。超級電容器（也習知為雙電層電容器）極化電解溶液而靜電式地儲存能量。雖然超級電容器是一種電化學裝置，但在能量儲存機制中並無涉及化學反應。該機制是可逆的，故允許超級電容器充電和放電許多次。

【0059】 超級電容器通常包含兩個被多孔介電隔板隔離而彼此沒有電性接觸的多孔電極。該隔板和該等電極沉浸在電解溶液，該電解溶液允許離子電流在電極之間流動，同時防止電子流從電池放電。每個電極通常會與集電器電接觸。可以包含導電材料（例如鋁）片或板的集電器可以減少歐姆損耗，同時為多孔電極材料提供物理支撐。

【0060】 在個別的超級電容器電池內，而且在施加的電位影響下，由於電解質中的陰離子被吸引到正極和陽離子被吸引到負極，故有離子電流的流動。離子電荷會累積在每個電極表面而在固-液界面產生電荷層。所累積的電荷被固體電極中的相反電荷保持在個別的界面，以產生電極電位。

【0061】 在電池的放電過程中，當陰離子被從正極的表面釋放並且陽離子被從負極的表面釋放時，電極之間的電位引起離子電流流動。同時，電子流可以流經位於集電器之間的外部電路。可以使用外部電路來對電子裝置供電。

【0062】 第 10 圖為示例的超級電容器之示意圖。超級電容器 10 包括封閉的主體 12、一對集電器 22、24、個別形成在其中一個集電器上的正極 14 和負極 16 以及多孔隔板層 18。可以將電引線 26、28 連接到個別的集電器 22、24，以提供到外部裝置的電接觸。電極 14、16 包含形成於集電器上的多孔活性炭層。液體電解質 20 被容納在封閉的主體內，而且被吸收到多孔分隔層和每個多孔電極各處的孔隙中。在實施例中，可以堆疊（例如串聯）各個超級電容器電池，以提高整體的工作電壓。超級電容器可以具有膠卷的設計、棱柱的設計、蜂巢狀的設計或其他適當的配置。

【0063】 封閉的主體 12 可以是任何常用於超級電容器的習知封閉工具。集電器 22、24 通常包含諸如金屬的導電材料，而且由於鋁的導電性和相對成本，集電器 22、24 通常是由鋁所製成的。例如，集電器 22、24 可以是鋁箔的薄片。

【0064】 多孔隔板 18 將碳基電極 14、16 彼此電絕緣，同時

允許離子擴散。該多孔隔板可以由介電材料和無機或有機聚合物製成，該介電材料例如纖維素材料、玻璃，該無機或有機聚合物例如聚丙烯、聚酯或聚烯烴。在實施例中，該隔板層的厚度範圍可以從約 10 微米至 250 微米。

【0065】 電解質 20 作為離子傳導性的啟動子、作為離子源以及可以作為碳的黏合劑。電解質通常包含溶在適當溶劑中的鹽。適當的電解質鹽包括季銨鹽，例如共同擁有的美國專利申請案第 13/011,066 號中所揭示者，該揭示案以引用方式併入本文中。示例的季銨鹽為四乙銨四氟硼酸鹽 ($(\text{Et})_4\text{NBF}_4$)。

【0066】 用於電解質的示例性溶劑包括但不限於腈類，例如乙腈、丙烯腈和丙腈；亞砒，例如二甲基、二乙基、乙基甲基以及苄基甲基亞砒；醯胺，例如二甲基甲醯胺以及吡咯啉酮，例如 N-甲基吡咯啉酮。在實施例中，該電解質包括非質子性極性有機溶劑，例如環狀酯、鏈狀碳酸酯、環狀碳酸酯、鏈狀醚及/或環狀醚溶劑。示例的環狀酯和鏈狀碳酸酯具有從 3 至 8 個碳原子，而且在環狀酯的情況下包括 β -丁內酯、 γ -丁內酯、 γ -戊內酯以及 δ -戊內酯。示例的鏈狀碳酸酯包括碳酸二甲酯、碳酸二乙酯、碳酸二丙酯、碳酸乙烯酯、碳酸甲乙酯、碳酸甲丙酯以及碳酸乙丙酯。環狀碳酸酯可以具有 5 至 8 個碳原子，而且實例包括碳酸 1,2-丁烯酯、碳酸 2,3-丁烯酯、碳酸 1,2-戊烯酯、碳酸 2,3-戊烯酯以及碳酸丙烯酯。鏈狀醚可以具有 4 至 8 個碳原子。示例的鏈狀醚包括二甲氧基乙烷、二乙氧基乙烷、甲氧基乙氧基乙烷、二丁氧基乙烷、二甲氧基丙烷、二乙氧基丙烷以及甲氧基乙氧基丙烷。環狀醚

可以具有從 3 至 8 個碳原子。示例的環狀醚包括四氫呋喃、2-甲基-四氫呋喃、1,3-二氧戊環烷、1,2-二氧戊環烷、2-甲基二氧戊環烷以及 4-甲基-二氧戊環烷。也可以使用兩種或多種溶劑的組合。

【0067】 選擇性地，結合上述用於製造碳基電極的方法，可以將活性炭與碳黑及/或聚合黏合劑混合並壓實，以形成碳基電極，該聚合黏合劑例如聚四氟乙烯（PTFE）或其他適當的黏合劑。

【0068】 可以藉由將活性炭併入碳基電極中然後再將該碳基電極併入超級電容器中來獲得碳的電性質。為了形成該碳基電極，首先將活性炭與導電碳（例如 Black Pearls®，為美國麻薩諸塞州波士頓市的 Cabot 公司（Cabot Corporation, Boston, MA）所銷售）和 Teflon®（PTFE）結合。碳黑作為導電添加劑，而 PTFE 作為黏合劑。

【0069】 藉由舉例的方式，可以藉由滾動和按壓粉末混合物來製備厚度在約 100-300 微米範圍中的碳紙，該粉末混合物包含 60-90 重量%的活性炭、5-20 重量%的碳黑以及 5-20 重量%的 PTFE。可以使用纖維素隔板將該碳基電極捲成膠卷，然後放入鋁罐中。

【0070】 超級電容器可以具有膠卷的設計、棱柱的設計、蜂巢狀的設計或其他適當的配置。依據本揭示案所製作的碳基電極可以被併入碳-碳超級電容器或混合超級電容器中。在碳-碳超級電容器中，兩個電極皆為碳基電極。另一方面，在混合超級電容器中，其中一個電極為碳基的，而另一個電極可

以是偽電容性材料，例如氧化鉛、氧化釔、氫氧化鋁，或另一種材料例如導電聚合物（例如對氟苯基噻吩）。

【0071】 包含碳基電極的電化學雙層電容器（electro-chemical double layer capacitors, EDLCs）之性能會與碳的性質密切相關。可以使用本文所揭示的活性炭材料來形成碳基電極，以用於經濟上可行的、高功率的、高能量密度的裝置。接著可以藉由評估材料的表面積、孔隙度及孔徑分佈以及藉由評估得到的超級電容器之電性質來衡量活性炭的性質。相關的電性質包括面積比電阻以及比電容。

【0072】 在實施例中，可以藉由高表面積來特徵化活性炭。電化學雙層電容器的碳基電極可以包括比表面積大於約 300 平方公尺/克 (m^2/g) 的碳，亦即該比表面積大於 300 m^2/g 、350 m^2/g 、400 m^2/g 、500 m^2/g 或 1000 m^2/g 。此外，該活性炭的比表面積可以少於 2500 m^2/g ，亦即該活性炭的比表面積可以少於 2500 m^2/g 、2000 m^2/g 、1500 m^2/g 、1200 m^2/g 或 1000 m^2/g 。

【0073】 活性炭可以包括微、中及/或大尺度的孔隙度。如本文所定義的，微尺度的孔具有 2 nm 或更小的孔徑，而超微尺度的孔具有 1 nm 或更小的孔徑。中尺度的孔具有範圍從 2 到 50 nm 的孔徑。大尺度的孔具有大於 50 nm 的孔徑。在一實施例中，該活性炭大部分包含微尺度的孔。如本文所使用的，術語「微孔碳」及其變體意指具有多數（即至少 50%）的微尺度孔之活性炭。微孔的活性炭材料可以包含大於 50 % 的微孔隙度（例如大於 50 %、55 %、60 %、65 %、70 %、75 %、

80 %、85 %、90 %或 95 %的微孔隙度)。

【0074】 依據實施例，用於電化學雙層電容器的碳基電極包含總孔隙度大於約 0.2 立方公分/克 (cm^3/g) (例如大於 0.2 cm^3/g 、0.25 cm^3/g 、0.3 cm^3/g 、0.35 cm^3/g 、0.4 cm^3/g 、0.45 cm^3/g 、0.5 cm^3/g 、0.55 cm^3/g 、0.6 cm^3/g 、0.65 或 0.7 cm^3/g) 的活性炭。從微孔 ($d \leq 2 \text{ nm}$) 得到的總孔體積部分可以為約 90 %或更高 (例如至少為 90 %、94 %、94 %、96 %、98 %或 99 %)，而且從微孔 ($d \leq 1 \text{ nm}$) 得到的總孔體積部分可以為約 50 %或更高 (例如至少為 50 %、55 %、60 %、65 %、70 %、75 %、80 %、85 %、90 %或 95 %)。

【0075】 活性炭的孔徑分佈可以包括超微孔、微孔、中孔及大孔，而且可以被特徵化為具有單峰、雙峰或多峰的孔徑分佈。超微孔可以包含 0.2 cm^3/g 或更大 (例如 0.2 cm^3/g 、0.25 cm^3/g 、0.3 cm^3/g 、0.35 cm^3/g 或 0.4 cm^3/g 或以上) 的總孔隙體積。孔徑 (d) 在 $1 < d \leq 2 \text{ nm}$ 範圍中的孔可以包含 0.05 cm^3/g 或更大 (例如至少 0.1 cm^3/g 、0.15 cm^3/g 、0.2 cm^3/g 或 0.25 cm^3/g) 的總孔隙體積。若存在的話，任何孔徑大於 2 nm 的孔 (其中可能包括中孔及/或大孔) 可以包含 0.15 cm^3/g 或更小 (例如小於 0.1 cm^3/g 或 0.05 cm^3/g) 的總孔隙體積。

【0076】 在實例中，使用異丙醇將重量比為 85:5:10 的活性炭、碳黑及 PTFE 摻合在一起，並軋成薄片，將該薄片層壓到鋁集電器上，然後在約 120 °C 乾燥過夜。該等薄片具有約 130 微米的厚度。

【0077】 製造用於評估活性炭之電性質的鈕扣電池，該等鈕

扣電池具有自由站立的碳電極。可以藉由從電極材料片沖壓出直徑為 0.625 英吋的碳電極來形成鈕扣電池。將隔板放在相同的碳電極之間，接著該等碳電極被夾置在兩個塗佈導電碳的鋁集電器之間。將熱固性聚合物環形成在該等碳電極的周圍，以密封電池，該電池充滿有機電解質，例如 1.5M 在乙腈中的四乙基銨-四氟硼酸鹽（TEA-TFB）。

【0078】 從恆電流放電量測電池的電容（ C_{cell} ）。該電池首先在恆定電流（ i_{charge} ）被充電到所需的電位（例如 2.7 V），之後進行恆定電流放電（ $i_{discharge}$ ）。依據歐姆定律，電容器電流（ i ）係依據下式而與電容器電壓的時間導數成比例：

$$i = C \frac{dV}{dt} \quad (1)$$

其中 C 為電容， V 為電池電壓（單位為伏特），而且 t 為時間（單位為秒）。

【0079】 藉由從恆電流放電曲線（電池電壓對比時間）量測斜率，然後可以將電池電容（單位為法拉）計算為：

$$C_{cell} = \frac{i_{discharge}}{dV/dt} \quad (2)$$

【0080】 電池電容為兩個獨立的電容之諧波總和，該等獨立電容係由每個碳電極的電化學雙層電容表示（串聯的電容器）。這種關係可以表示為：

$$\frac{1}{C_{cell}} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} \quad (3)$$

其中 C_1 和 C_2 為電池中的個別碳電極之雙層電容。

【0081】 可以將這些電容的大小關聯到碳電極的體積比電容為：

$$C_1 = C_{sp,1} \times V_1 \quad (4)$$

$$C_2 = C_{sp,2} \times V_2 \quad (5)$$

其中 $C_{sp,1}$ 和 $C_{sp,2}$ 為個別碳電極之比電容（單位為 F/cm^3 ），而且 V_1 和 V_2 為相應的電極體積。因為測試電池使用具有相同大小和組成的電極，故 $C_1 = C_2$ 、 $C_{sp,1} = C_{sp,2} (= C_{sp})$ 以及 $V_1 = V_2 (= V_{total}/2$ ，其中 V_{total} 為電池中碳電極的總體積（ cm^3 ））。可以將方程式(3)、(4)及(5)結合而得出體積比電容 C_{sp} 為：

$$\frac{1}{C_{cell}} = \frac{2}{C_{sp} \times V_{total}} + \frac{2}{C_{sp} \times V_{total}} \quad (6)$$

或

$$C_{sp} = \frac{4 \times C_{cell}}{V_{total}} \quad (7)$$

實例

【0082】 將藉由以下實例來進一步闡明本發明。

實例 1

【0083】 使用單模反應器來製備活性炭，在該單模反應器中使碳原料顆粒和氫氧化鉀的乾燥混合物通過約 6 英尺的波導管，該波導管連接到 1.8 kW 2.45 GHz 發電機。在處理過程中將以去離子水濕潤的氮氣導入波導管中，以減少鹼金屬形成。使用石英內襯該波導管，以限制由於與鹼金屬物種接觸所造成的腐蝕。

實例 2

【0084】 使用單模反應器來製備活性炭，在該單模反應器中將碳原料顆粒和氫氧化鉀的乾燥混合物載入石英坩堝中，使用直流馬達以控制的速率將該石英坩堝移入和移出 C 波段（5.85-6.65 GHz）的微波反應器。藉由控制原料/氫氧化鉀混

合物在該反應器內的滯留時間來控制活化反應的程度。

【0085】 使用微波輔助的多加熱步驟化學活化方法來製備活性炭。配合控制的升溫，使用寬面的、開放的坩堝來減少或消除反應過程中碳和鹼金屬氫氧化物活化劑之間的發泡。雖然在乾燥氛圍中處理時出現鹼金屬形成，但可以在活化製程過程中藉由使惰性製程氣體冒泡通過去離子水並進入該微波反應腔室來避免鹼金屬形成。

【0086】 如本文中使用的，單數形「一」和「該」包括複數的指示對象，除非上下文另有清楚指明。因此，例如提及「活化劑」包括具有兩種或更多種這樣的「活化劑」之實例，除非上下文另有清楚指明。

【0087】 本文中可以將範圍表示為從「約」一個特定值，及/或至「約」另一個特定值。當表達這樣的範圍時，實例包括從該一個特定值及/或至其他的特定值。同樣地，當值被表達為近似值時，藉由使用先行詞「約」將瞭解的是，該特定值形成了另一個態樣。將進一步瞭解的是，每個範圍的端點無論是與另一個端點相關或是獨立於另一個端點皆是有意義的。

【0088】 除非另有清楚陳述，否則絕無意圖將本文中提出的任何方法解讀為需要以特定的順序執行其步驟。因此，當方法權利要求沒有實際陳述其步驟應遵循的順序或是權利要求或描述中沒有另外具體陳述步驟被限制於特定的順序時，絕無意圖推斷出任何特定的順序。

【0089】 還注意到的是，本文中的陳述提及本發明的元件「設

S

以」或「適以」以特定的方式發揮功能。在這方面，這樣的元件係「設以」或「適以」體現特定的性質，或以特定的方式發揮功能，其中這樣的陳述相對於擬定用途的陳述為結構性的陳述。更具體來說，將本文中所提及元件「設以」或「適以」表示該元件之現存物理狀態的方式視為對該元件的結構特性之明確陳述。

【0090】 應瞭解的是，在使用連接詞「包含」來揭示特定實施例的各種特徵、元件或步驟時亦隱含替代的實施例，包括使用連接詞「由.....組成」或「基本上由.....組成」描述的實施例。因此，舉例來說，對於包含碳化材料的碳原料而言，所隱含的替代實施例包括碳原料由碳化材料組成的實施例以及碳原料基本上由碳化材料組成的實施例。

【0091】 對於本技術領域中具有通常知識者而言，顯而易見的是可以在不偏離本發明之精神和範疇下對本發明進行各種修改和變化。由於結合本發明之精神和本質的揭示實施例之修改組合、次組合以及變化為本技術領域中具有通常知識者可思及的，故應將本發明解讀為包括在所附申請專利範圍及其等同物之範疇內的一切。

【符號說明】

10	超級電容器	12	主體
14	正極	16	負極
18	多孔隔板層	20	電解質
22	集電器	24	集電器
26	電引線	28	電引線

300	坩堝	310	原料混合物
320	氧化鋁坩堝	340	澆鑄矽石坩堝
350	耐火隔熱層	355	耐火基座
360	耐火板	400	系統
410	微波源	420	微波反應腔室
425	內襯	440	料斗
445	螺旋推運機	450	感測器
455	原料輸送工具	460	管道
470	沖洗歧管	480	收集槽
490	泵	495	過濾器
500	系統	505	噴嘴
510	微波源	520	反應腔室
530	氣體入口	560	管道
580	收集槽	590	泵
595	過濾器	600	批次系統
601	容器	606	輸送系統
611	導管	620	反應腔室
640	料斗	645	螺旋推運機
F	爐設定點溫度	S	樣品溫度

【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】(請換頁單獨記載)

無

.

.

.

.

.

申請專利範圍

1. 一種形成活化碳的方法，包含以下步驟：

提供一碳原料；

將該碳原料與一化學活化劑混合，以形成一原料混合物；

將該原料混合物導入一微波反應腔室中；

藉由將微波引入該反應腔室而使用微波能量加熱該原料混合物；

使該碳原料與該化學活化劑反應而形成活化碳；以及
冷卻該活化碳；

其中該加熱之步驟包含複數個在個別處理溫度的加熱步驟。

2. 如請求項 1 所述之方法，其中提供該碳原料之步驟包含以下步驟：在一惰性氛圍中、在一從約 500 °C 至 950 °C 的溫度範圍中碳化一碳質材料。

3. 如請求項 2 所述之方法，其中該碳化之步驟包含以下步驟：將該碳質材料導入一微波腔室中並藉由將微波引入該反應腔室而使用微波能量加熱該碳質材料。

4. 如請求項 1 所述之方法，其中該碳原料包含具有一平均粒徑小於 100 微米的碳原料顆粒。

5. 如請求項 1 所述之方法，其中該化學活化劑係選自於由 5

磷酸（ H_3PO_4 ）、氫氧化鈉（ NaOH ）、碳酸鈉（ Na_2CO_3 ）、氯化鈉（ NaCl ）、氯化鎂（ MgCl_2 ）、氫氧化鉀（ KOH ）、三氯化鋁（ AlCl_3 ）、五氧化二磷（ P_2O_5 ）、碳酸鉀（ K_2CO_3 ）、氯化鉀（ KCl ）以及氯化鋅（ ZnCl_2 ）所組成之群組。

6. 如請求項 1 所述之方法，其中該碳原料與該化學活化劑之一質量比範圍係從約 1:10 至 10:1。

7. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物為該等碳原料顆粒與該化學活化劑之一乾燥混合物。

8. 如請求項 1 所述之方法，進一步包含以下步驟：將該原料混合物成型為一糕狀物，並將一糕狀原料混合物導入該微波反應腔室中。

9. 如請求項 8 所述之方法，其中該糕狀物具有一長度尺寸，該長度尺寸等於該等微波之波長的一整數倍。

10. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物被載入一坩堝，該坩堝被導入該微波反應腔室中。

11. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物被載入一包含碳化矽的坩堝，該坩堝被導入該微波反應腔室中。

12. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物在加熱和反應動作的過程中被噴入該微波反應腔室中。

13. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物的顆粒在加熱和反應動作的過程中被懸浮在該微波反應腔室內。

14. 如請求項 1 所述之方法，其中該原料混合物在加熱和反應動作的過程中被連續輸送通過該反應腔室。

15. 如請求項 1 所述之方法，其中該微波能量包含變頻的微波能量。

16. 如請求項 1 所述之方法，其中該微波反應腔室包含一波導管。

17. 如請求項 1 所述之方法，其中該微波反應腔室包含一波導管，該波導管內襯有一耐火材料。

18. 如請求項 1 所述之方法，其中該加熱之步驟包含複數次逐步增加被引入該微波反應腔室的微波功率。

19. 如請求項 1 所述之方法，其中在接續加熱步驟之間的一過渡時間為小於 30 分鐘。

20. 如請求項 1 所述之方法，其中該加熱之步驟包含以下步驟：加熱到並保持在一第一溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第一溫度的一第二溫度下持續至少 10 分鐘。

21. 如請求項 1 所述之方法，其中該加熱之步驟包含以下步驟：加熱到並保持在一第一溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第一溫度的一第二溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第二溫度的一第三溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第三溫度的一第四溫度下持續至少 10 分鐘。

22. 如請求項 21 所述之方法，其中該第一溫度係在一 300 °C 至 400 °C 的範圍中，該第二溫度係在一 400 °C 至 500 °C 的範圍中，該第三溫度係在一 500 °C 至 600 °C 的範圍中，以及該第四溫度係在一 650 °C 至 850 °C 的範圍中。

23. 如請求項 1 所述之方法，進一步包含以下步驟：在加熱和反應動作的過程中將水蒸汽導入該反應腔室中。

24. 如請求項 1 所述之方法，進一步包含以下步驟：在加熱和反應動作的過程中將濕潤的氮氣導入該反應腔室中。

25. 如請求項 1 所述之方法，其中冷卻該活化碳之步驟包含

201412640

以下步驟：用水沖洗該活性炭。

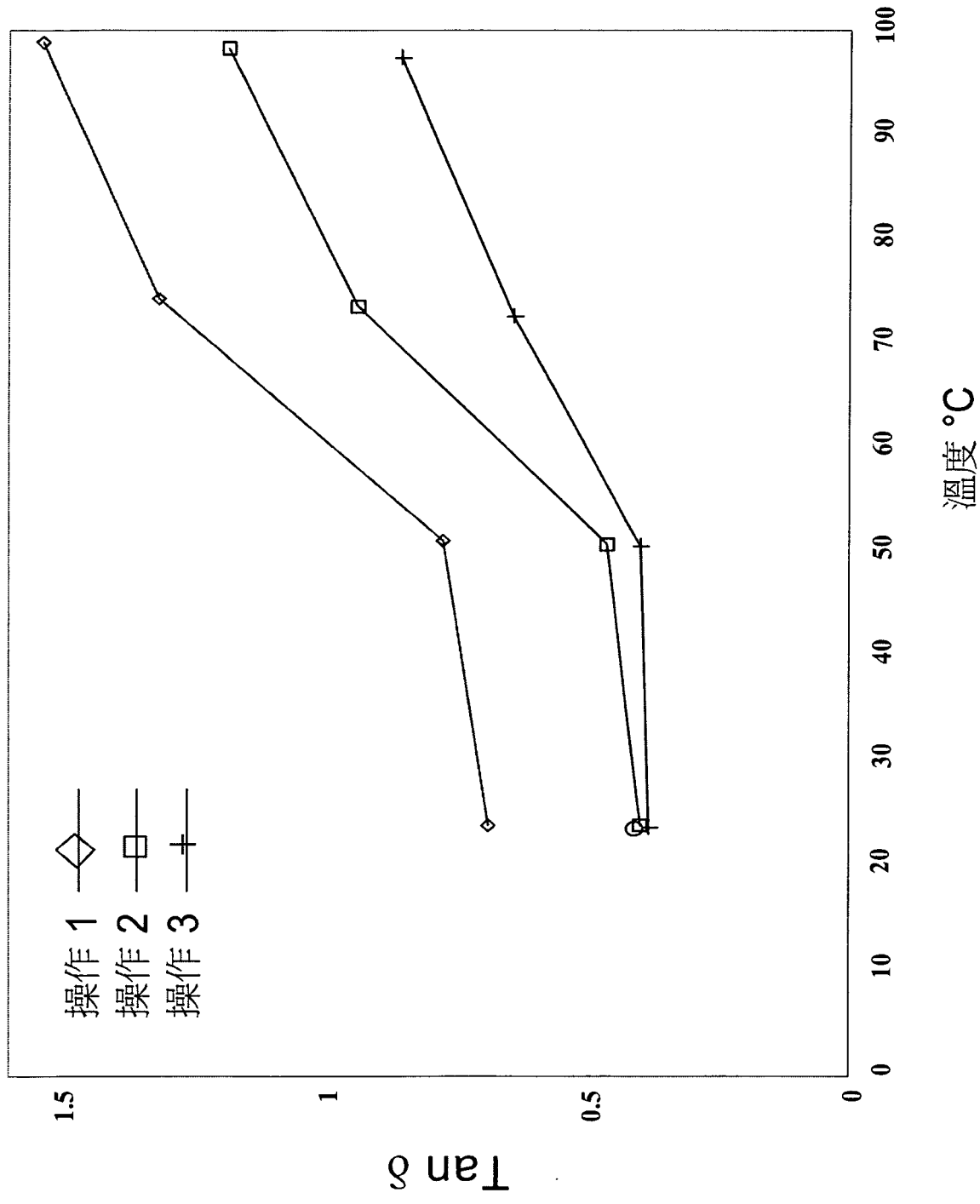
.

.

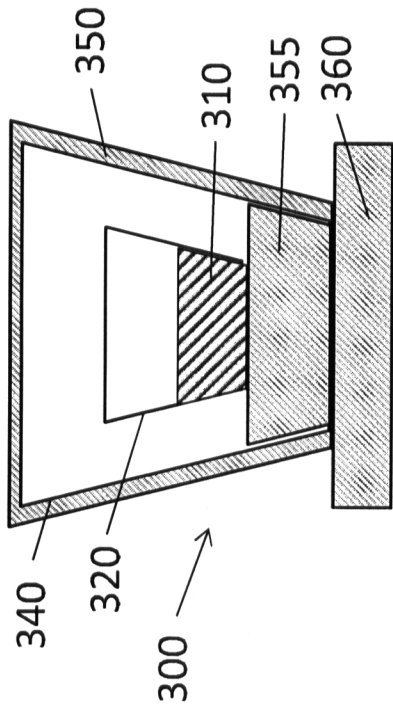
.

.

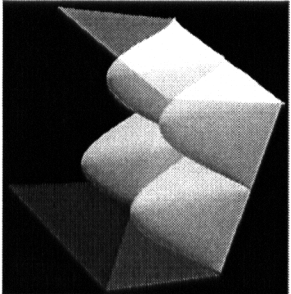
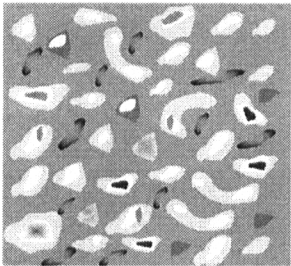
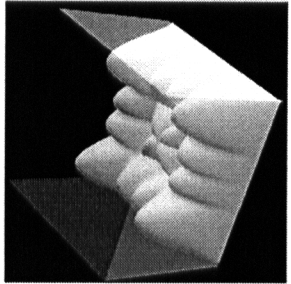
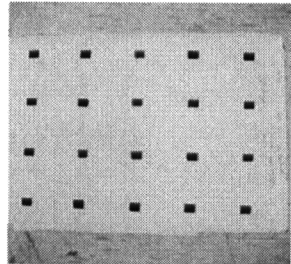
圖式



第1圖



第3圖

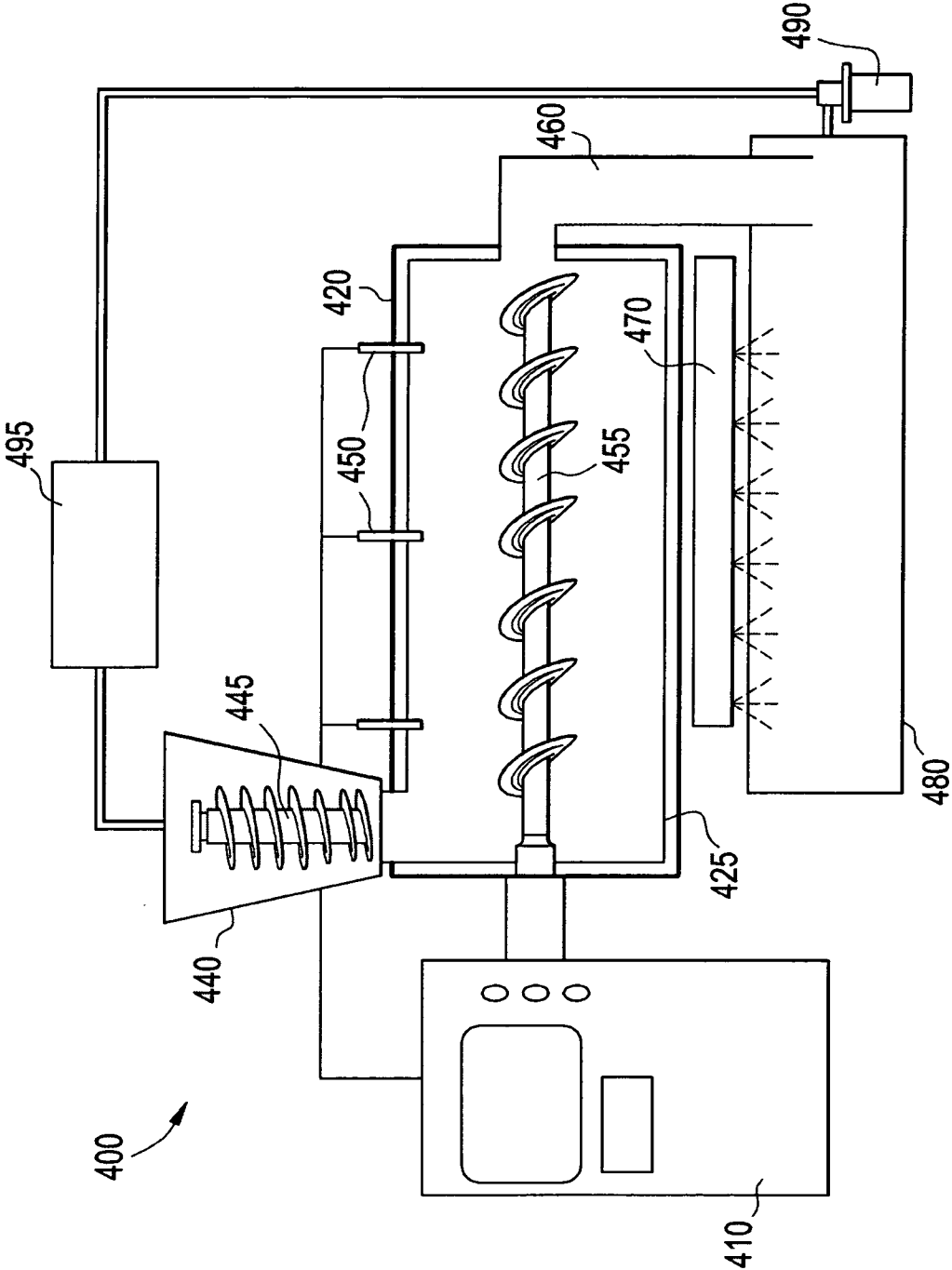


B

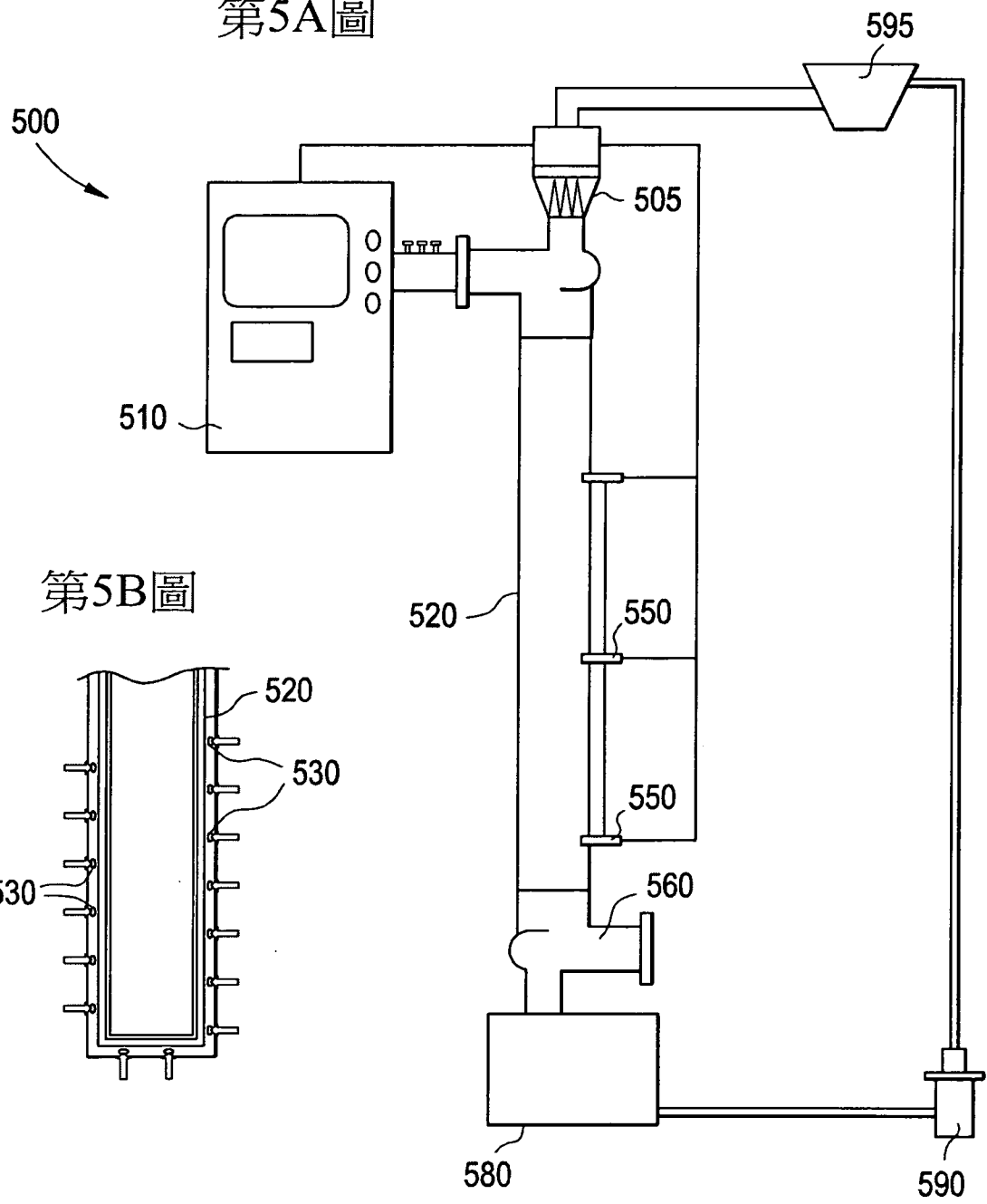
第2圖

A

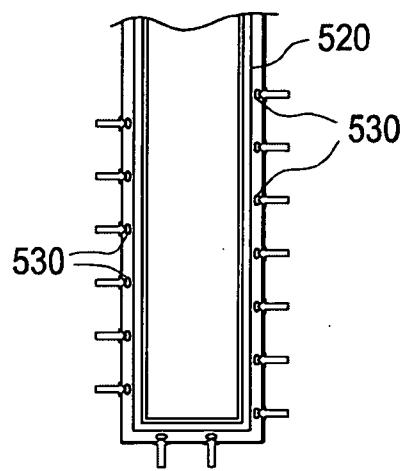
第4圖



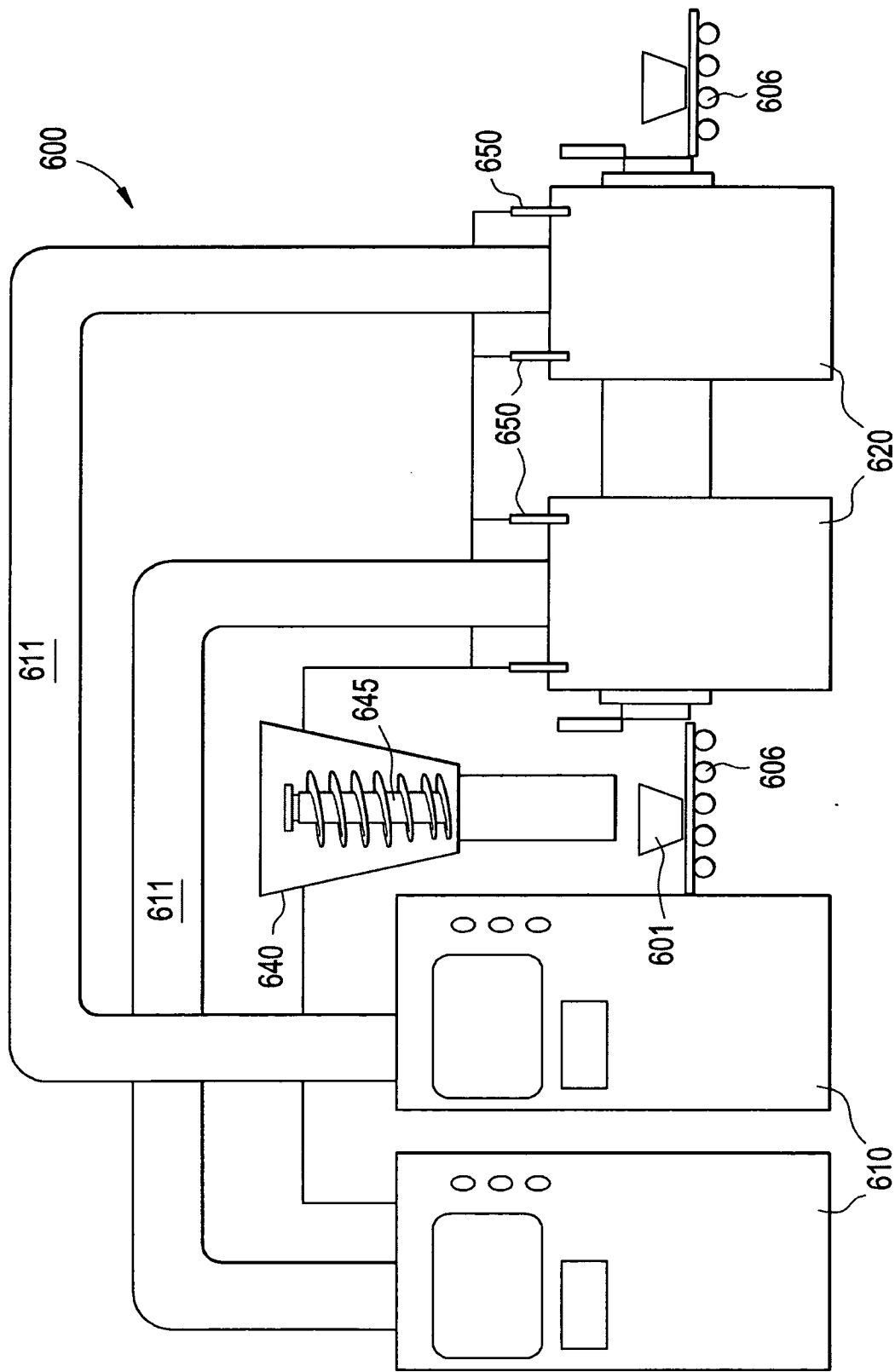
第5A圖



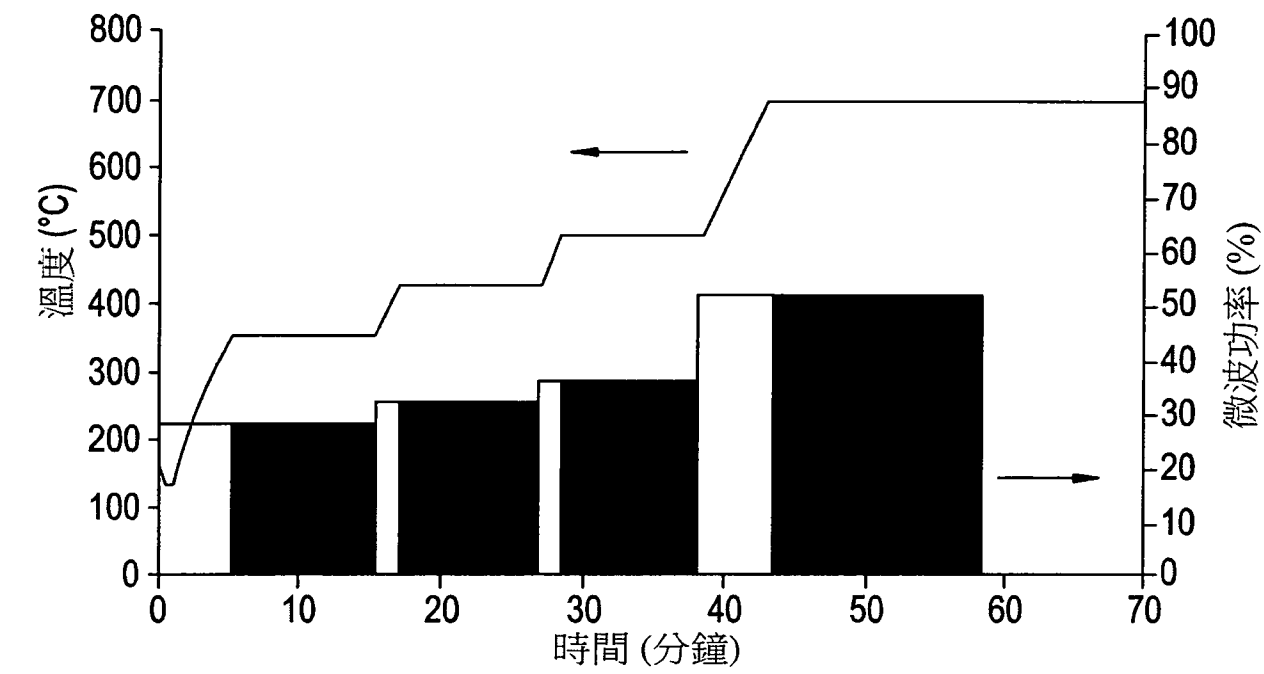
第5B圖



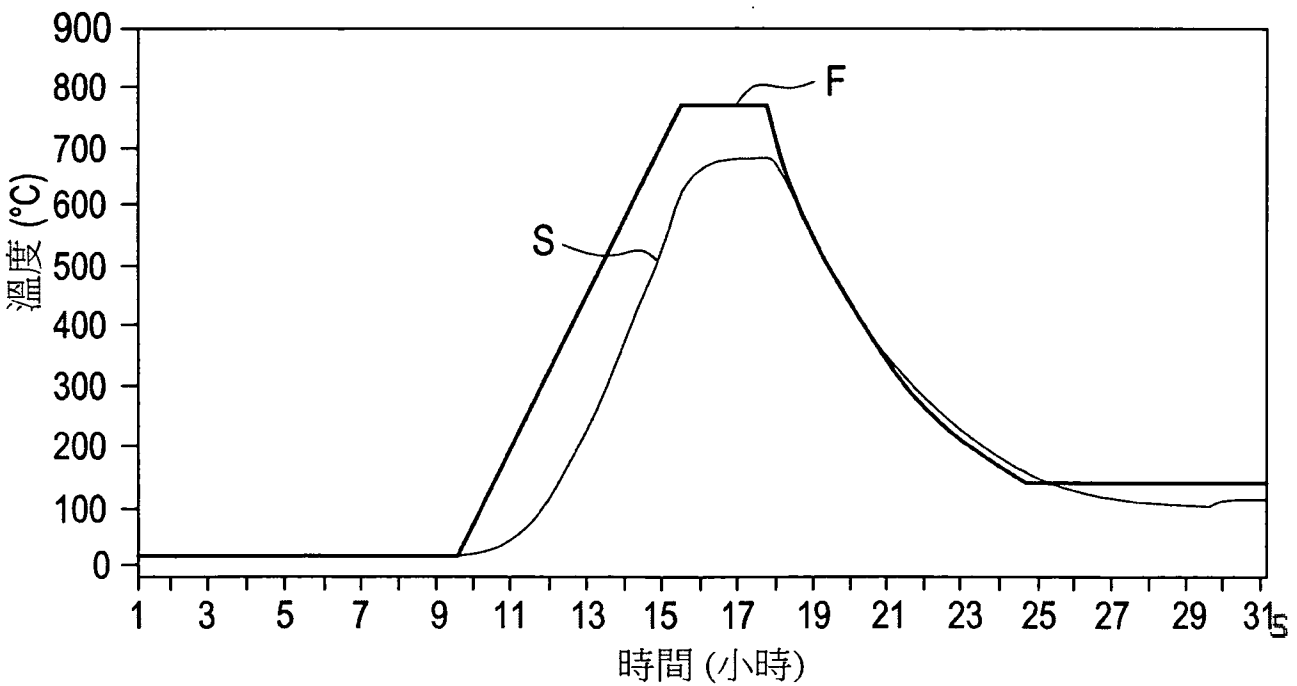
第6圖



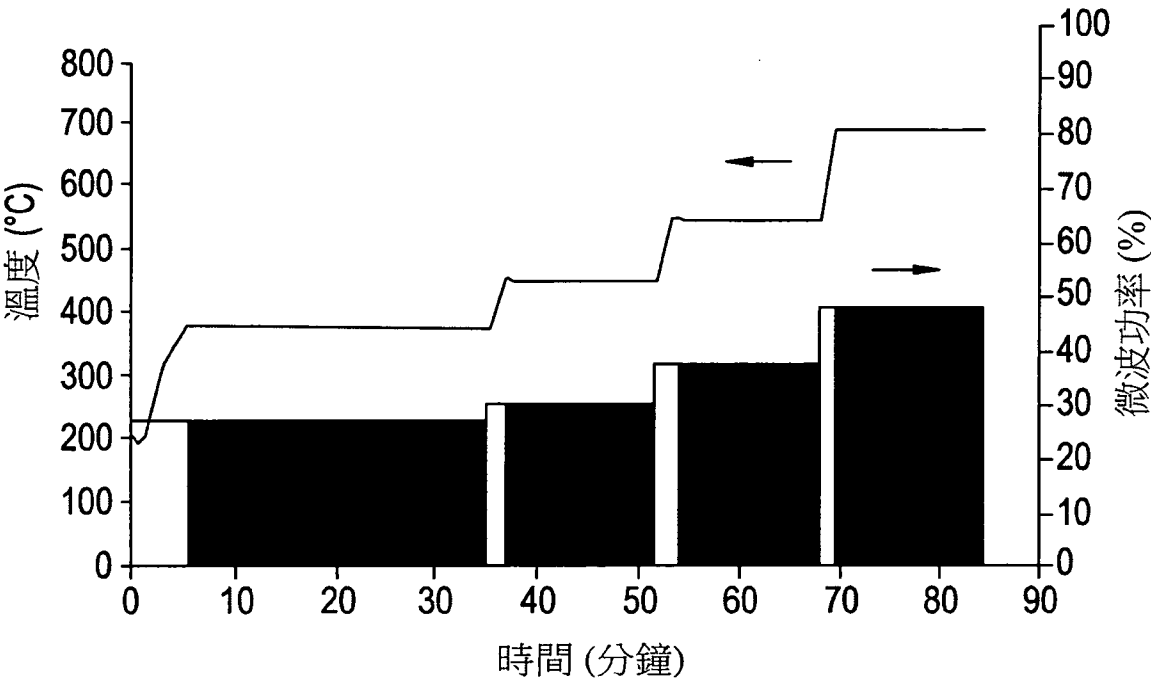
第7圖

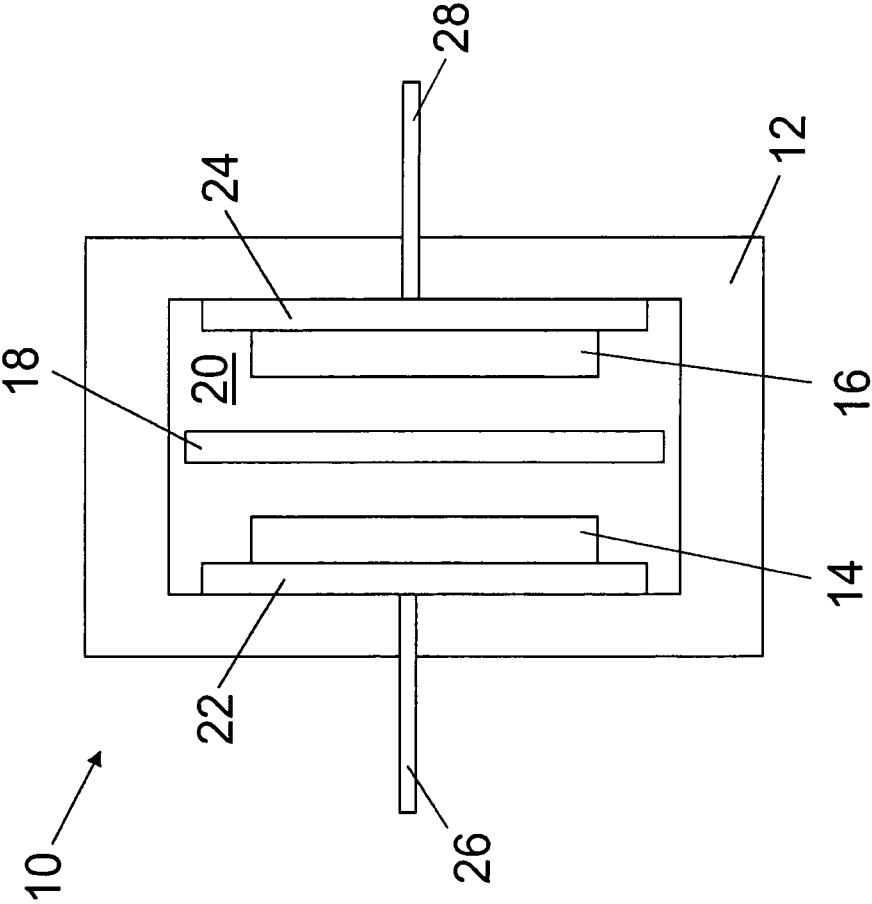


第8圖



第9圖





第10圖

斗 640 將原料混合物載入個別的容器中，料斗 640 選擇性地設置有螺旋推運機 645，用於輸送原料混合物。可以使用包覆和接地的熱電偶量測樣品的溫度。系統 600 包括微波源 610，微波源 610 設以產生微波並經由導管 611 供應微波能量到反應腔室 620。

【0047】 據信，微波輔助的碳活化發生時原料並沒有發生任何的交聯（即固化）。隨著加熱的進行，水（若存在的話）被從原料混合物去除，並且化學活化劑熔化而與碳原料反應。加熱可以形成碳和熔化的化學活化劑之黏稠漿料，加熱與水從該混合物的釋放結合可以在水被釋放時產生發泡。

【0048】 爲了盡量減少發泡的不利影響，可以使用多步驟的升溫來避免壓力的顯著積聚，並取而代之允許水分逐步釋放。在實施例中，加熱包含複數個階梯式的微波功率提高，該微波功率係被引入微波反應腔室。此舉產生複數個在個別溫度下持續個別保持時間的加熱步驟。在每個溫度步驟中的保持時間之範圍可以從約 10 至 30 分鐘（例如 10 分鐘、15 分鐘、20 分鐘、25 分鐘或 30 分鐘）。在進一步的實施例中，在接續的持溫之間的過渡時間可以小於 30 分鐘，例如小於或等於 30 分鐘、20 分鐘、10 分鐘、5 分鐘或 2 分鐘。

【0049】 在示例的二加熱步驟方法中，該加熱包含加熱到並保持在第一溫度下持續至少 10 分鐘，之後加熱到並保持在大於該第一溫度的第二溫度下持續至少 10 分鐘。在這樣的二步驟方法中，該第一溫度可以在 300 °C 至 600 °C 的範圍中，而該第二溫度可以在 650 °C 至 850 °C 的範圍中。在示例的四加

80 %、85 %、90 %或 95 %的微孔隙度)。

【0074】 依據實施例，用於電化學雙層電容器的碳基電極包含總孔隙度大於約 0.2 立方公分/克 (cm^3/g) (例如大於 0.2 cm^3/g 、0.25 cm^3/g 、0.3 cm^3/g 、0.35 cm^3/g 、0.4 cm^3/g 、0.45 cm^3/g 、0.5 cm^3/g 、0.55 cm^3/g 、0.6 cm^3/g 、0.65 或 0.7 cm^3/g) 的活性炭。從微孔 ($d \leq 2 \text{ nm}$) 得到的總孔體積部分可以為約 90 %或更高 (例如至少為 90 %、92 %、94 %、96 %、98 %或 99 %)，而且從微孔 ($d \leq 1 \text{ nm}$) 得到的總孔體積部分可以為約 50 %或更高 (例如至少為 50 %、55 %、60 %、65 %、70 %、75 %、80 %、85 %、90 %或 95 %)。

【0075】 活性炭的孔徑分佈可以包括超微孔、微孔、中孔及大孔，而且可以被特徵化為具有單峰、雙峰或多峰的孔徑分佈。超微孔可以包含 0.2 cm^3/g 或更大 (例如 0.2 cm^3/g 、0.25 cm^3/g 、0.3 cm^3/g 、0.35 cm^3/g 或 0.4 cm^3/g 或以上) 的總孔隙體積。孔徑 (d) 在 $1 < d \leq 2 \text{ nm}$ 範圍中的孔可以包含 0.05 cm^3/g 或更大 (例如至少 0.1 cm^3/g 、0.15 cm^3/g 、0.2 cm^3/g 或 0.25 cm^3/g) 的總孔隙體積。若存在的話，任何孔徑大於 2 nm 的孔 (其中可能包括中孔及/或大孔) 可以包含 0.15 cm^3/g 或更小 (例如小於 0.1 cm^3/g 或 0.05 cm^3/g) 的總孔隙體積。

【0076】 在實例中，使用異丙醇將重量比為 85:5:10 的活性炭、碳黑及 PTFE 摻合在一起，並軋成薄片，將該薄片層壓到鋁集電器上，然後在約 120 °C 乾燥過夜。該等薄片具有約 130 微米的厚度。

【0077】 製造用於評估活性炭之電性質的鈕扣電池，該等鈕