

公告本

申請日期：82.5.16

案號：88119926

類別：C01B 3/04

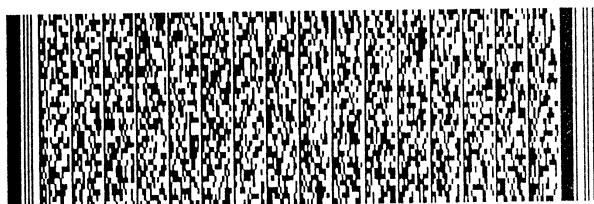
(申8720760582請)

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

520344

一、發明名稱	中文	可膨脹石墨粉之製作方法
	英文	Process for producing expandable graphite
二、發明人	姓名 (中文)	1. 周憲聰 2. 翁炳志 3. 王坤龍 4. 陳崇一
	姓名 (英文)	1. Chou, Shain--Tsung 2. Weng, Biing-Jyh 3. Wang, Keun-Long 4. Chen, Chung-I
	國籍	1. 中華民國 2. 中華民國 3. 中華民國 4. 中華民國
	住、居所	1. 台北市中華路二段598之1號5F之2 2. 台北縣林口鄉麗園一街7號15樓之2 3. 桃園縣龍潭鄉三林村民族路433巷4弄12號 4. 桃園市溫州街15巷7號
三、申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 國防部中山科學研究院
	姓名 (名稱) (英文)	1. Defence Department Chung Shan Institute of Science and Technology
	國籍	1. 中華民國
	住、居所 (事務所)	1. 桃園縣龍潭鄉佳安村6鄰中正路佳安段481號
	代表人 姓名 (中文)	1. 陳友武
	代表人 姓名 (英文)	1. Chen, Yeou-Wuu



申請日期：	案號：
類別：	

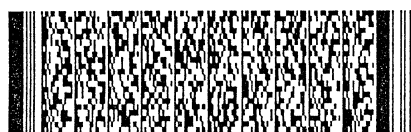
(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

520344

一、 發明名稱	中 文	
	英 文	
二、 發明人	姓 名 (中文)	5. 葉增爐
	姓 名 (英文)	5. Yeh, Tzeng-Lu
	國 籍	5. 中華民國
	住、居所	5. 新竹縣新埔鎮寶石里3鄰石頭坑32-5號
三、 申請人	姓 名 (名稱) (中文)	
	姓 名 (名稱) (英文)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代表人 姓 名 (中文)	
	代表人 姓 名 (英文)	

工
商
局



010

本案已向

國(地區)申請專利	申請日期	案號	主張優先權
-----------	------	----	-------

無

有關微生物已寄存於	寄存日期	寄存號碼
-----------	------	------

無

工
商
局
印

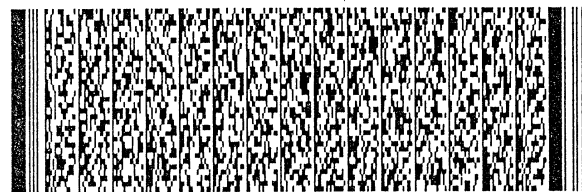
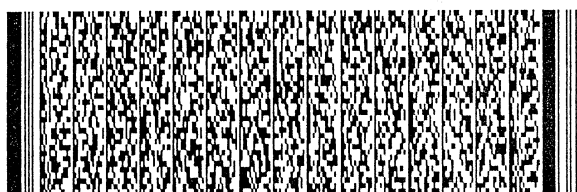
五、發明說明 (1)

(一) 先前技術

傳統可膨脹石墨粉之製作首見於1968美國UCAR公司專利(US patent 3,404,061)，利用此種粉末經800℃~1000℃之高溫熱處理，可製得蠕虫狀(vermiform)石墨；將此蠕虫狀石墨經適當軋壓處理，可製得柔性石墨片(板)。上述粉末典型之製作方法為(US patent 3,494,382)：取98%濃硫酸體積份量為9，65%硝酸體積份量為1，將鱗片狀石墨粉(重量約為濃硫酸1/4~1/400)先置入硫酸中浸泡並攪拌均勻，接著倒入硝酸並持續攪拌15分鐘至數小時，溫度控制在室溫至105℃間(隨石墨粉粒徑不同而變動)，最後，取出天然石墨粉並予以水洗、烘乾，在800℃~1000℃高溫環境下15秒~30秒製得80cc/g~300cc/g蠕虫狀石墨。傳統製程具有如下三項缺點：

1. 製得蠕虫狀膨脹石墨之膨脹倍率不高，對於應用此粉末製作柔性石墨板時，機械性質無法提昇。若應用作為除油材時，其吸除油污之效率較差。
2. 隨粉末粒徑變化需改變操作時間，最高達數小時之久，耗時甚久。
3. 酸液混合物無法重複使用。

另於1989年中國大陸專利(CN1032325A)“高倍率膨脹的鱗片石墨的製造方法”，利用氯化鐵作插入劑，過錳酸鉀作為氧化劑，在濃硫酸、硝酸混合液中，對浸泡石墨粉進行氧化及插入化學作用，結果製得可膨脹至



五、發明說明 (2)

400cc/g~600cc/g之可膨脹石墨粉。此篇專利製程具有如下四項缺點：

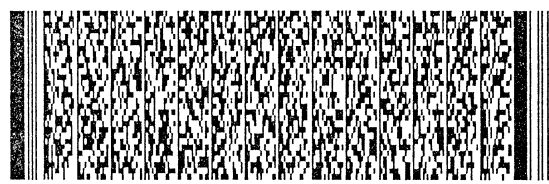
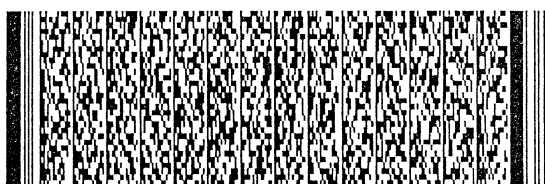
1. 操作步驟太繁複且耗時甚久(約12小時)。
2. 使用到高價之氯化鐵及過錳酸鉀，不利經濟成本且增加製程之複雜性。
3. 氯化鐵及過錳酸鉀與酸液相混，若未能操作得當，會引起爆炸，具工安潛在問題。
4. 酸液混合物無法重複使用。

(二) 發明目的

本發明之目的為：建立一種由鱗片狀天然石墨粉製作可膨脹性石墨粉之製程，其步驟簡易省時且酸液混合物可重複使用。同時又可製出400cc/g~500cc/g之蠕虫狀石墨。

(三) 技術內容

本發明為一種可膨脹性石墨粉製作方法。以粒徑為20目~80目鱗片狀天然石墨粉為原料，取濃硫酸(95%~98%)、硝酸(69%~71%)及水等，將其均勻混合並控制混合酸溶液溫度在15℃~30℃，量取適量之20目~80目鱗片狀天然石墨粉，將此石墨粉置入混合酸液中，並以20~50rpm轉速攪拌10分鐘~60分鐘，隨後取出浸酸之天然石墨粉，並以<35℃之冷水予以水洗清除表面餘酸後，再予脫水、烘乾處



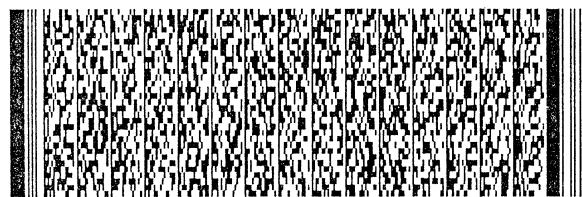
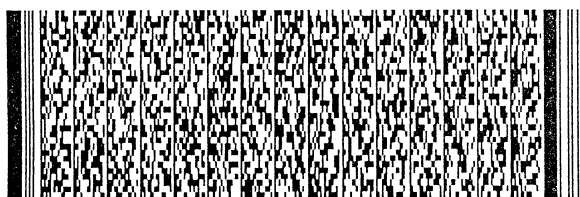
五、發明說明 (3)

理。即可獲得高膨脹倍率之可膨脹石墨粉。製程如圖1所示。

本發明使用水作為硫、硝酸之解離介質，使得混酸液中之 NO_3^- 、 HSO_4^- 、 SO_4^{2-} 等離子可大量解離，並氧化、插入天然石墨之層間結構，待受熱時可大力撐裂層間結構逸散，造成膨脹倍率大之蠕虫狀石墨。先前有關可膨脹石墨粉發明技術，未曾使用水作為解離介質；本發明採濃硫酸、硝酸及水等先均勻混合後再加入石墨粉浸泡，先前技術則將鱗片狀石墨粉先浸泡硫酸中並攪拌均勻，接著倒入硝酸並持續攪拌；本發明浸泡時間為10分鐘~60分鐘，無論粒徑大小(20目~80目)皆可行，先前技術或是浸酸時間與粒徑有關，抑或是浸酸時間甚長(達12小時以上)；本發明之酸液混合物可重複使用，先前技術則無法重複使用。

例1：取360cc濃硫酸(98%)、20cc硝酸(70%)及20cc水等溶液，將其均勻混合並控制混合酸溶液溫度在20℃，量取13克32目~40目之鱗片狀天然石墨粉，將此石墨粉置入混合酸液中，並以20~50rpm轉速攪拌20分鐘且溫度維持25℃左右，隨後取出浸酸之天然石墨粉，並以<35℃之冷水予以水洗清除表面餘酸後，再予脫水、烘乾處理。取製得之可膨脹性石墨粉，置入950℃，空氣氣氛之爐中15秒，測得其膨脹後體積為450cc/g。

例2：取360cc濃硫酸(98%)、20cc硝酸(70%)與20cc水等溶



五、發明說明 (4)

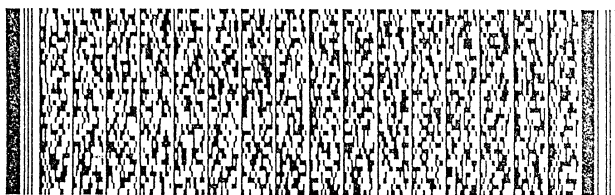
液，將其均勻混合並控制混合酸溶液溫度在 20°C ，稱取40克鱗片狀天然石墨粉(20目~80目)，將此石墨粉置入混合酸液中，並以20~50rpm轉速攪拌30分鐘且溫度維持 25°C 左右，隨後取出浸酸之天然石墨粉，並以 $<35^{\circ}\text{C}$ 之冷水予以水洗清除表面餘酸後，再予脫水、烘乾處理。取製得之可膨脹性石墨粉，置入 950°C ，空氣氣氛之爐中15秒，測得其膨脹後體積為 410cc/g 。

例3：除了硝酸(70%)取22cc，餘者條件如同例2，測得其膨脹後體積為 415cc/g 。

例4：除了水取18cc，餘者條件如同例2，測得其膨脹後體積為 400cc/g ，以上舉例之膨脹倍率如表1所示。

表1. 可膨脹性石墨粉之不同條件之膨脹後體積

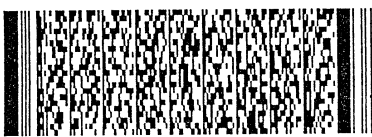
	例1	例2	例3	例4
濃硫酸(98%) cc	360	360	360	360
硝酸(70%) cc	20	20	22	20
水 cc	20	20	20	18
天然石墨粉(目)	13g(32~40)	40g(20~80)	40g(20~80)	40g(20~80)
膨脹後體積(cc/g)	450	410	415	400



五、發明說明 (5)

圖式簡單說明

圖1. 可膨脹性石墨粉之製作流程

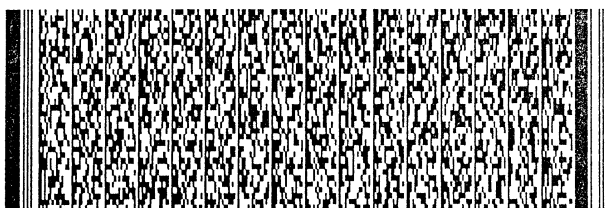
正
印
00
00

四、中文發明摘要 (發明之名稱：可膨脹石墨粉之製作方法)

本發明為一種可膨脹石墨粉之製作方法，其製程為將濃硫酸、硝酸與水預先混合均勻，然後取適量之20目~80目鱗片狀天然石墨粉置入混合酸液中浸泡攪拌10分鐘~60分鐘後，取出浸酸之石墨粉並予以適當水洗、烘乾，所獲得之天然石墨粉置入950℃空氣氣氛之高溫環境中約15秒~30秒，得到400cc/g~500cc/g之蠕虫狀石墨；進一步可製得機械性質較佳的柔性石墨製品及可應用在海上或河川或工業上油污染水處理之吸油材料；本發明之特點為預先將濃硫酸、硝酸與水混合均勻後降溫至30℃以下，再將石墨粉加入，其步驟簡易省時，並且酸液混合物可重複使用，以達降低成本及符合工安環保要求。

英文發明摘要 (發明之名稱：Process for producing expandable graphite)

100



圖式

公告本

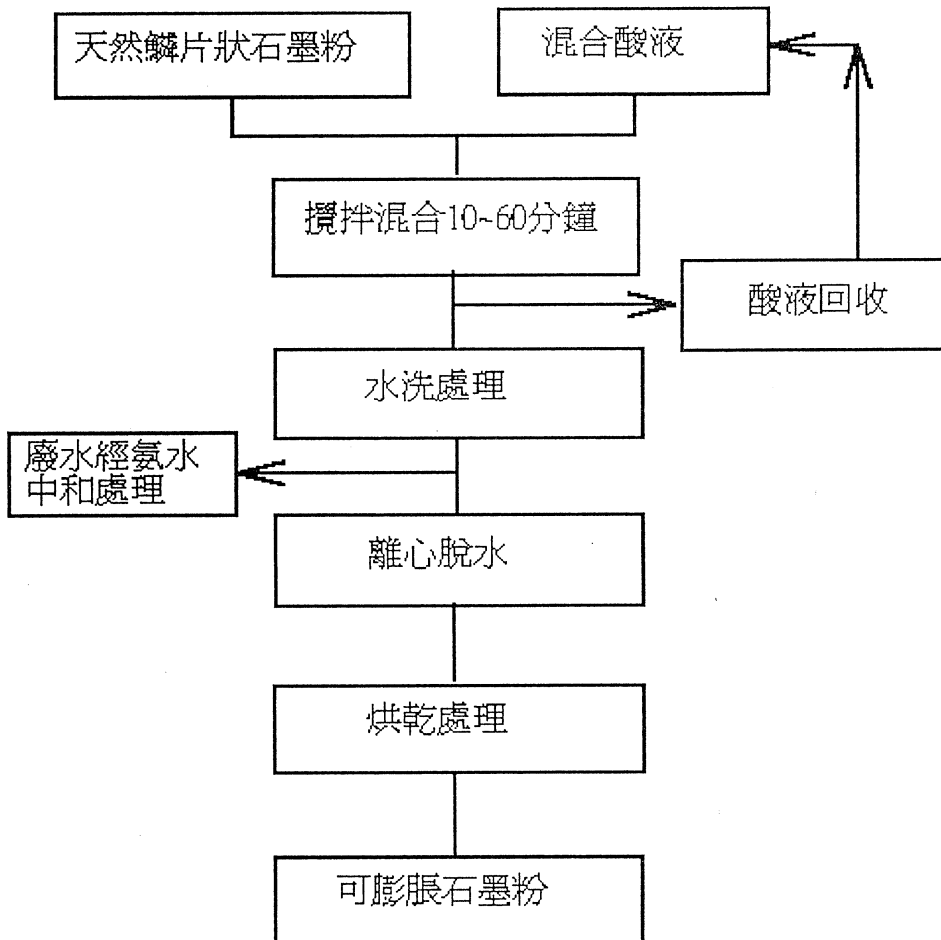


圖 1.

正
印
00
00

六、申請專利範圍

1. 一種膨脹性石墨粉之製作方法，其特點為預先將濃硫酸、硝酸與水混合均勻後降溫，再將 20 目~80 目鱗片狀天然石墨粉加入攪拌且維持適當溫度，並且酸液混合物可重複使用。
2. 如申請範圍第 1 項之膨脹性石墨粉之製作方法，其中混酸溫度控制在 15°C ~ 30°C 為最佳。
3. 如申請範圍第 1 項之膨脹性石墨粉之製作方法，其中天然石墨粉泡混合酸液時間為 10~60 分鐘。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線