

### 3-3 以三水準直交表探討化學鍍鎳修飾對金屬氫化物放電性質影響

在前面的章節裡，吾人以二成分直交表所配置的實驗條件對金屬氫化物進行化學鍍鎳修飾，再組裝成電池進行充放電測試，接著再以 SAS 統計軟體探討與分析各實驗因子和電池放電行為間的關係，在本節中吾人以 3 水準直交表設計實驗，其得知使電池放電性能最佳化之化學鍍條件間。

#### 3-3-1 以三水準直交表之化學鍍鎳條件修飾所得之金屬氫化物之鎳負載量

吾人使用 3-2-2-4(d)節裡表 3-74 的實驗配置條件對金屬氫化物進行化學鍍鎳，各組實驗組別鎳負載量如表 3-75，在三水準直交表中至被所得之鎳負載量較 3-2-1 節中以兩水準直交表所得者，發現在三水準直交表中所得之鎳負載量均較高。這是因為在此將 pH 值的範圍由 3.0~7.0 調整為 5.0~9.0，而鍍層沉積的速度和 pH 值成正比，而還原劑的用量也由原本的  $10\sim 30\text{ g L}^{-1}$  提升為  $10\sim 50\text{ g L}^{-1}$ ，因此整體提升了鎳的負載量。

圖 3-44 至圖 3-52 為經表 7-74 中化學鍍鎳條件修飾後金屬氫化物表面組態圖。鍍層的表面結構和 3-2-1 節裡圖 3-4 到圖 3-20 比較，可

表 3-75 表 3-74 中化學鍍鎳條件對金屬氫化物進行修飾後所得之鎳之

負載量

No.	Ni loading/wt. %
1	13.79
2	15.61
3	14.47
4	17.09
5	10.80
6	14.46
7	8.42
8	5.15
9	7.53
10	11.24
11	9.58
12	13.66
13	19.28
14	14.78
15	14.87
16	15.53
17	13.78
18	10.80
19	12.99
20	9.18
21	12.08
22	8.98
23	12.56
24	7.40
25	12.75
26	11.96
27	7.98

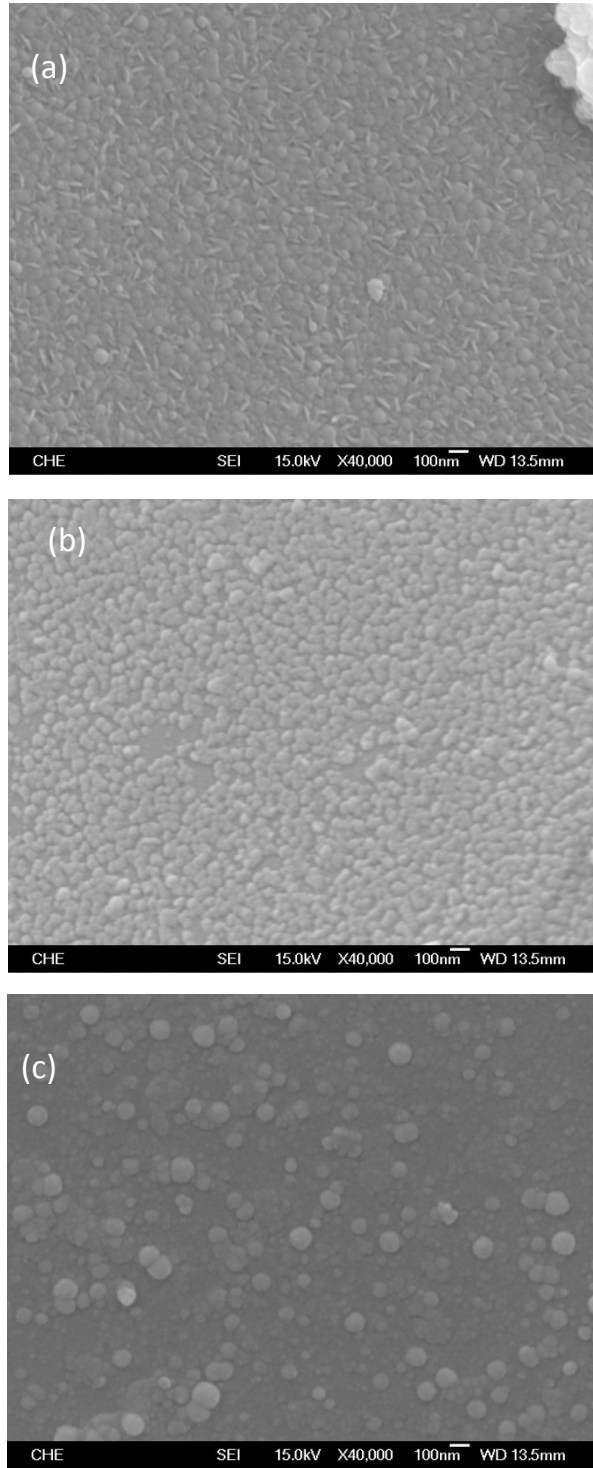


圖 3-44 以表 3-74 中 No.1、No.2 與 No.3 條件修飾所得之金

屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.1, x40000, (b)No.2, x40000, (c)No.3, x40000

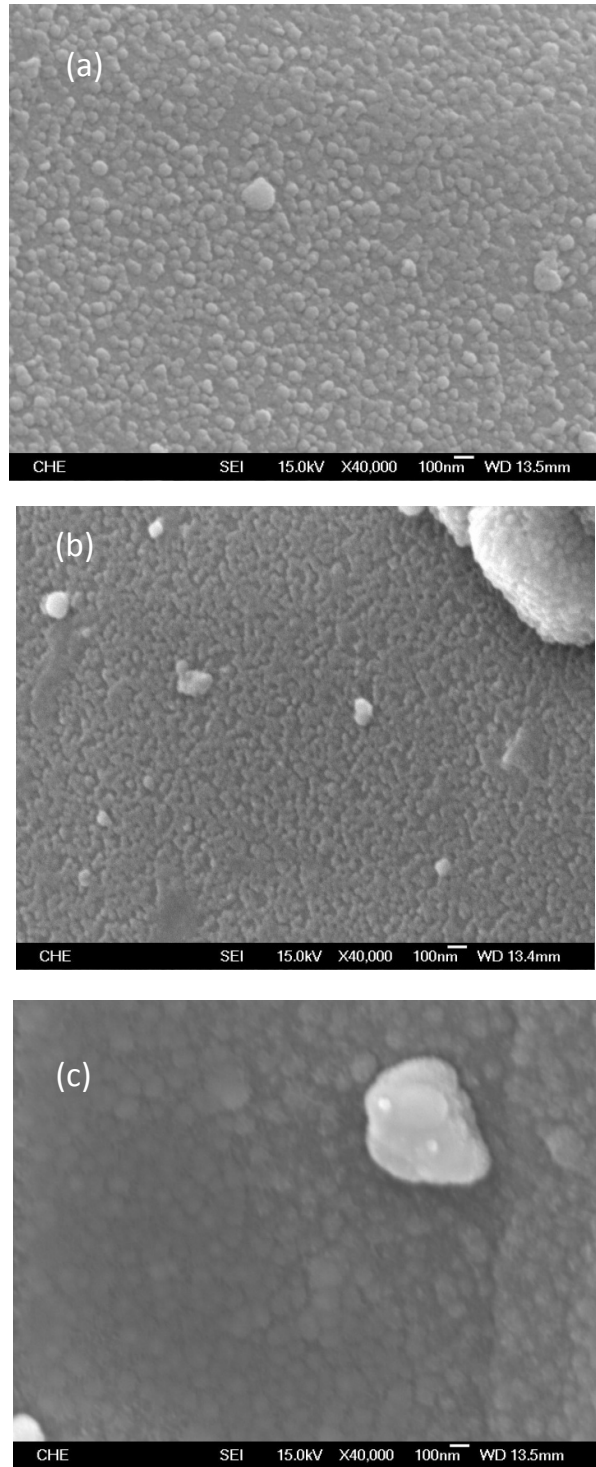


圖 3-45 以表 3-74 中 No.4、No.5 與 No.6 條件修飾所得之之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.4, x40000, (b)No.5, x40000, (c)No.6, x40000

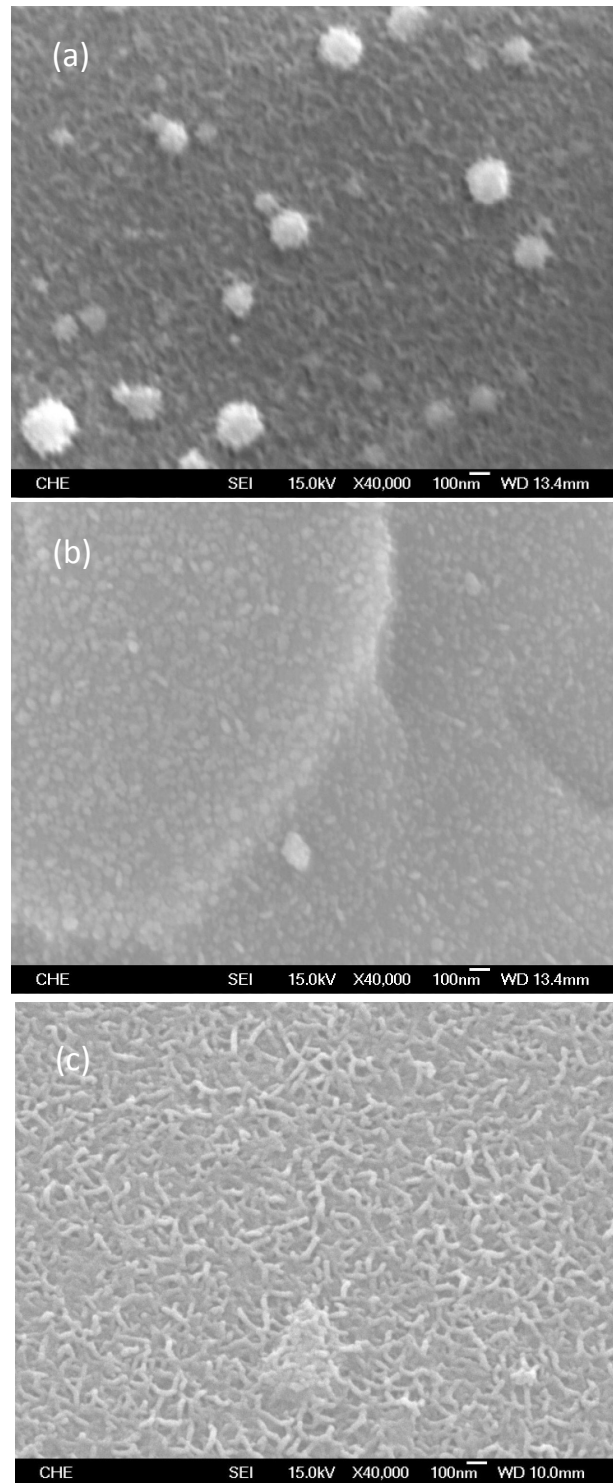


圖 3-46 以表 3-74 中 No.7、No.8 與 No.9 條件修飾所得之之金

屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.7, x40000, (b)No.8, x40000, (c)No.9, x40000

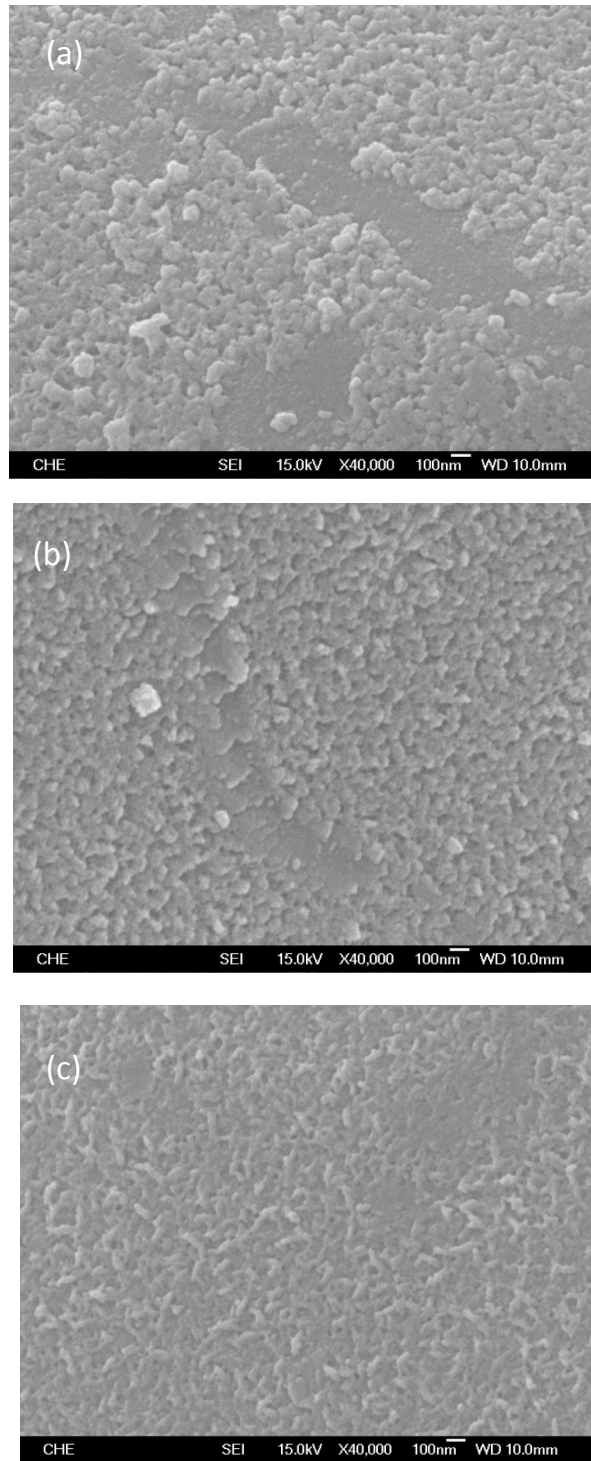


圖 3-47 以表 3-74 中 No.10、No.11 與 No.12 條件修飾所得  
之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.10, x40000, (b)No.11, x40000, (c) No.12 ,x40000

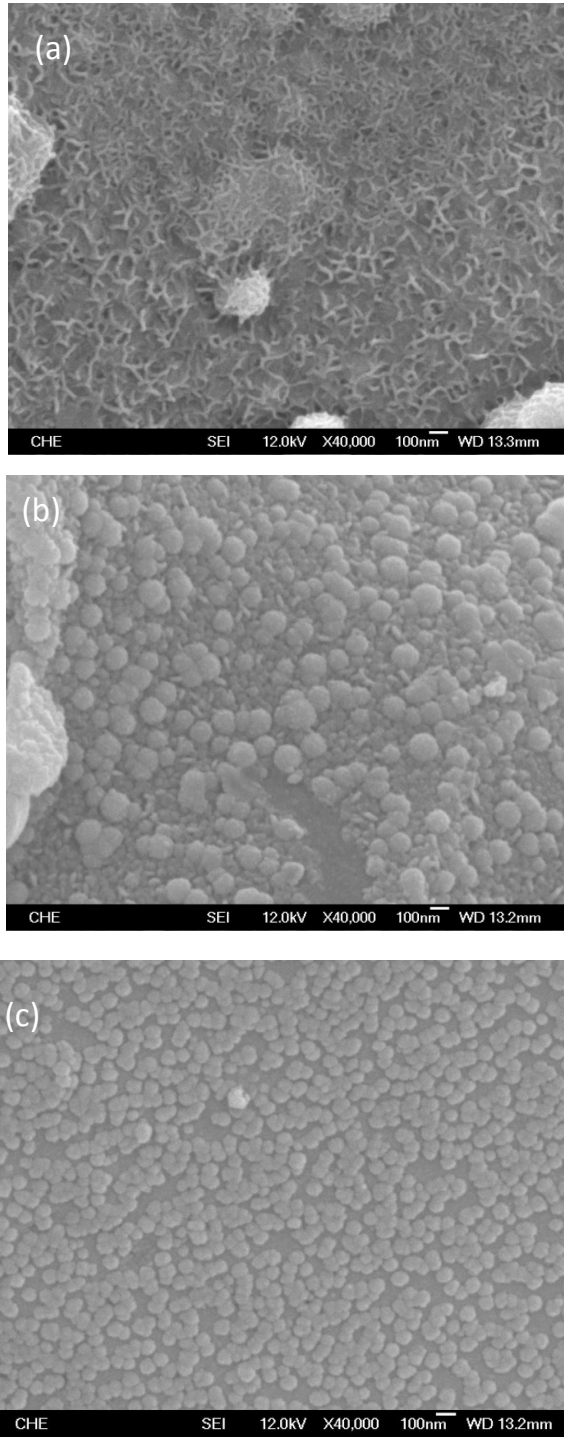


圖 3-48 以表 3-74 中 No.13、No.14 與 No.15 條件修飾所得之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.13, x40000, (b)No.14, x40000, (c) No.15, x40000

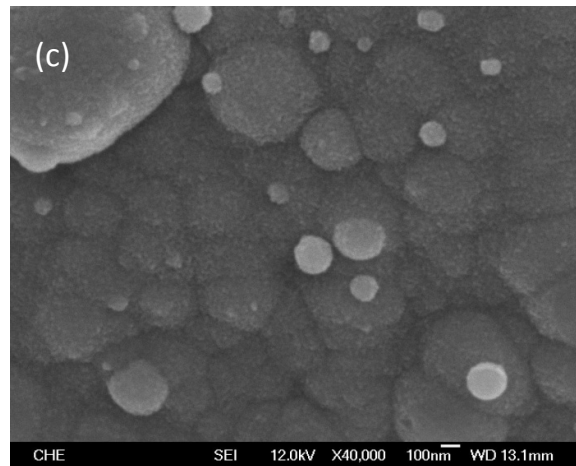
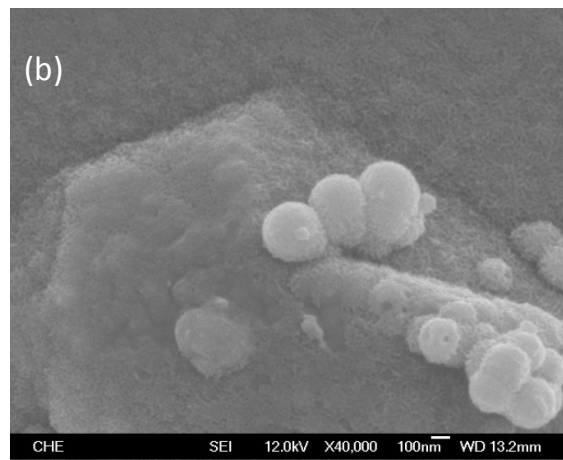
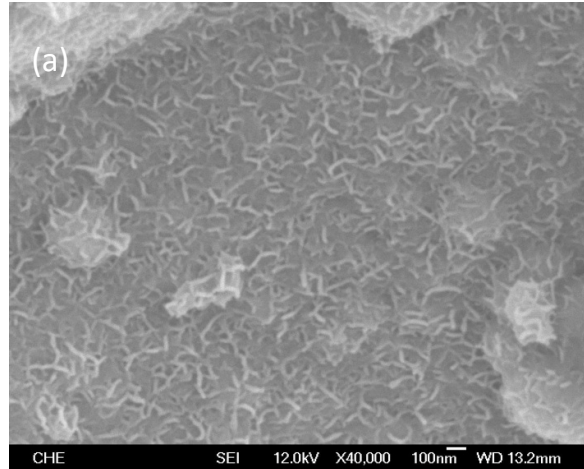


圖 3-49 以表 3-74 中 No.16、No.17 與 No.18 條件修飾所得  
之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.16, x40000, (b)No.17, x40000, (c) No.18, x40000



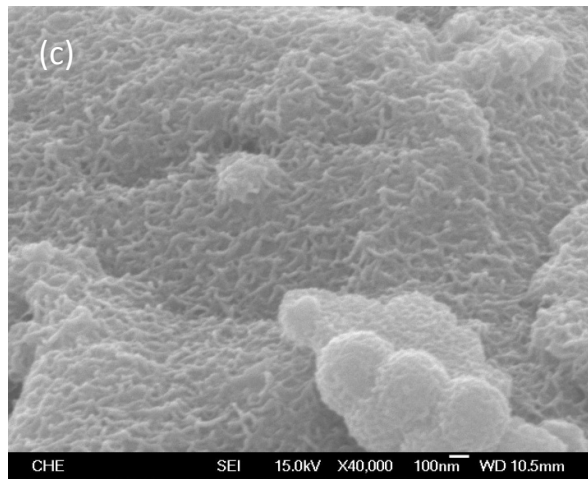
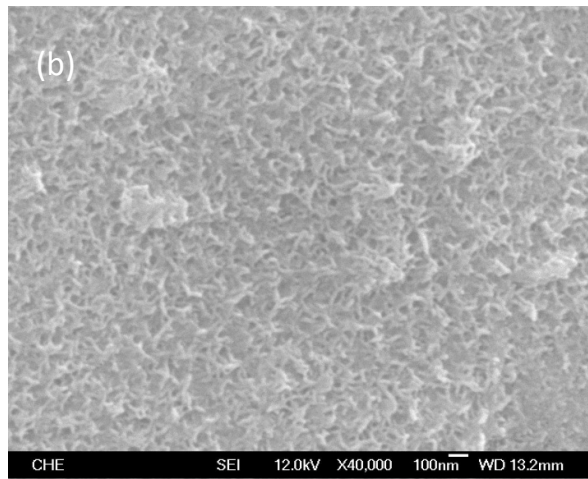
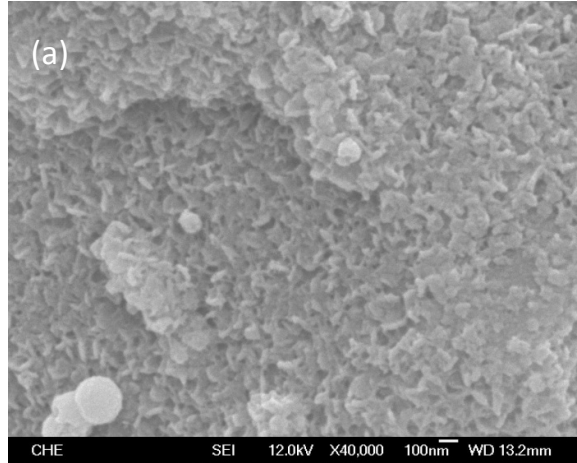


圖 3-50 以表 3-74 中 No.19、No.20 與 No.21 條件修飾所得之  
之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.19, x40000, (b)No.20, x40000, (c) No.21, x40000

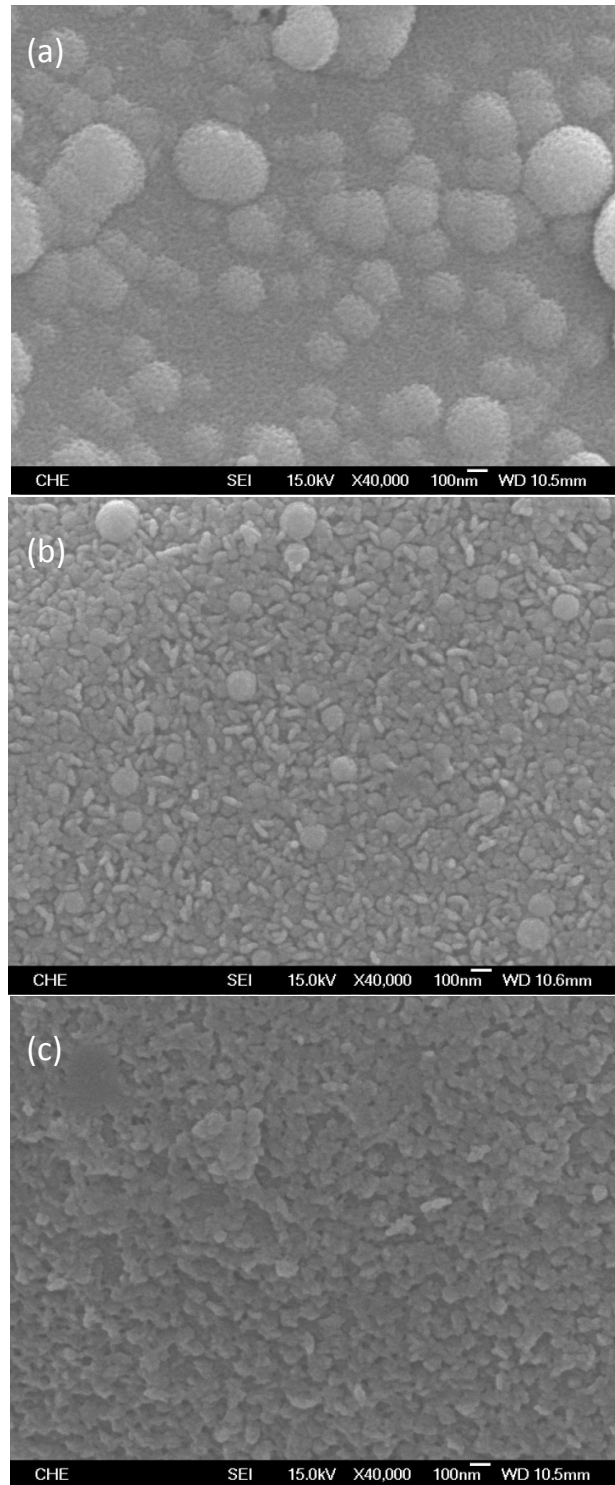


圖 3-51 以表 3-74 中 No.22、No.23 與 No.24 條件修飾所得  
之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.22, x40000 , (b)No.23, x40000 , (c) No.24, x40000

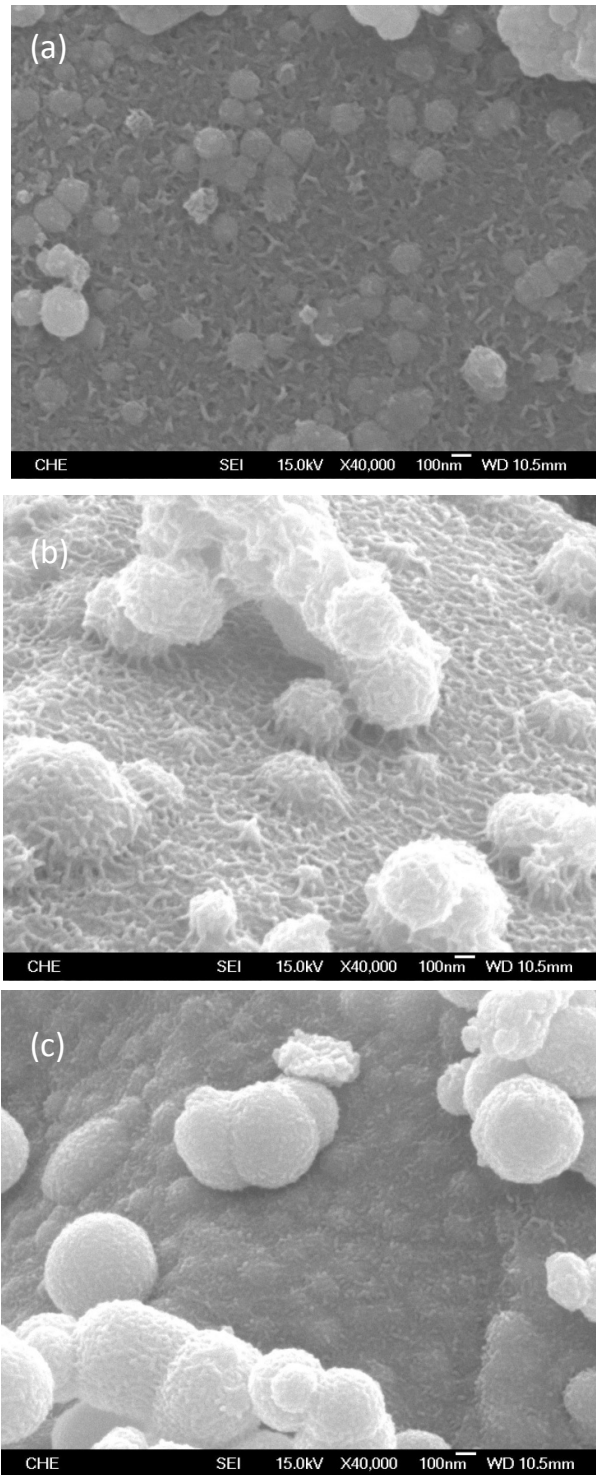


圖 3-52 以表 3-74 中 No.25、No.26 與 No.27 條件修飾所得之金屬氫化物表面 SEM 圖

(a)No.25, x40000, (b)No.26, x40000, (c) No.27, x40000

發現鎳層表面的細胞狀(球狀)結構變小，鎳層整體變得較均勻和緻密，其原因有可能是在三水準直交表化學鍍條件下，因鎳鍍層會較厚，使金屬氫化物表面上鎳各結晶核種已成長且形成連續膜，因此而得到較均勻緻密鎳鍍層。

### 3-3-1-1 以SAS分析三水準直交表中化學鍍鎳條件和鎳負載量關係

在本節中吾人使用SAS軟體對鎳負載量和化學鍍鎳條件的關係做更詳細的探討。由表3-76中得知除了因子D外，其餘的因子皆有顯著性，由表3-77到表3-85中，得知因子A(反應時間)操作在A<sub>2</sub>(中水準)、因子B(反應溫度)操作在B<sub>2</sub>(中水準)、因子C(金屬氫化物用量)操作在C<sub>1</sub>(低水準)、因子D(pH值)操作在D<sub>3</sub>(高水準)、因子E(還原劑用量)操作在E<sub>2</sub>(中水準)而因子F(錯合劑用量)操作在F<sub>2</sub>(中水準)會有較高回應值，而在兩交互作用因子方面，則是A<sub>2</sub>與B<sub>2</sub>、A<sub>2</sub>與C<sub>1</sub>和B<sub>2</sub>與C<sub>1</sub>會有較高回應值，兩交互作用因子分析結果和單一因子所得結果一致。

由上述結果可知，隨著反應時間增加，鎳負載量會有一最佳值；即一開始反應時間增加，鎳沉積量將增加，但太長的反應時間，鎳負載量反而會下降，此結果和3-2-1-1節中表3-18之實驗結果一致，表3-18中鎳負載量在10 min時會有最大值。而在反應溫度方面也是在80°C時鎳負載量有一最佳值，這可能是溫度在90°C時會加速還原劑的

表 3-76 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之

$L_{27}(3^{13})$ 直交表之變方分析表

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
A	2	85.725	42.862	37.90	<.0001
B	2	81.518	40.759	36.04	<.0001
C	2	41.543	20.771	18.37	<.0001
E	2	25.205	12.603	11.14	0.0003
F	2	32.266	16.133	14.26	<.0001
D	2	0.578	0.289	0.26	0.7763
AB	4	215.221	53.805	47.57	<.0001
AC	4	23.749	5.937	5.25	0.0026
BC	4	34.721	8.680	7.67	0.0002

$R^2=0.9428$

A:反應時間 B:反應溫度 C:金屬氫化物含量

D:pH 值 E:還原劑濃度 F:錯合劑濃度

表 3-77 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 A 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor A
A*	13.7244	2
B*	11.9244	1
C*	10.6533	3

表 3-78 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 B 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor B
A*	13.3578	2
B*	12.5111	1
C*	10.4333	3

表 3-79 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 C 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor C
A*	13.3411	1
B*	11.4889	2
B*	11.4722	3

表 3-80 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 D 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor D
A*	12.2467	3
A*		
A*	12.0367	2
A*		
A*	12.0189	1

表 3-81 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 E 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor E
A*	13.0567	2
B*	11.7444	3
B*		
B*	11.5011	1

表 3-82 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 F 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor F
A*	12.9500	2
A*		
A*	12.2722	1
B*	11.0800	3

表 3-83 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 AB 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor A/B
	16.310	2 /2
B*	14.623	1 /1
B*		
B*	14.117	1/2
B*		
B*	13.370	2 /3
D*	11.493	2 /1
D*		
D*	11.417	3 /1
D*		
D*	10.897	3 /3
D*		
D*	9.647	3 /2
E*	7.033	1 /3



表 3-84 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 AC 均值之比較

Duncan Grouping	Mean	Factor A/C
	15.350	2 /1
B*	13.110	2 /3
B*		
B*	13.100	1 /1
B*		
B*	12.713	2 /2
B*		
B*	12.153	1 /3
B*		
B*	11.573	3 /1
B*		
B*	11.233	3 /2
B*		
B*	10.520	1 /2
B*		
B*	9.153	3 /3

表 3-85 以三水準直交表修飾金屬氫化物鎳負載量為回應值之  $L_{27}(3^{13})$

直交表實驗中因子 BC 均值之比較

Duncan Grouping			Mean	Factor B/C
	A*		15.117	2 /1
	A*			
B*	A*		13.403	1 /3
B*	A*			
B*	A*	C*	12.713	2 /2
B*	A*	C*		
B*	A*	C*	12.673	1 /1
B*	A*	C*		
B*	A*	C*	12.243	2 /3
B*	A*	C*		
B*	A*	C*	12.233	3 /1
B*	A*	C*		
B*	A*	C*	11.457	1 /2
B*		C*		
B*		C*	10.297	3 /2
		C*		
		C*	8.770	3 /3

分解，使其對鎳離子的還原速率下降。而另一因子為金屬氫化物用量，結果發現用量較少的情況下鎳負載量較高，此結果和3-2-1-1小節中的分析結果相反，因此推論金屬氫化物用量較易受到其他操作變因影響，當其他變因操作範圍改變時，金屬氫化物用量和鎳負載量之間的趨關係改變。在pH值方面，較高之pH值導致鎳沉積速度較快，因此其負載量會較高；而還原劑用量在中水準時，分析所得之鎳負載量最高，增加還原劑的用量時，鎳負載呈現降低趨勢，在以使用 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 為還原劑的文獻中[63,71]也發現一樣的現象。而錯合劑用量較多會降低鎳沉積速度，但在由表3-82之分析中得知，鎳負載量和錯合劑用量間為存在一極大值的拋物線的關係，吾人推測這是在表3-12中所使用錯合劑用量介於 $10\sim 30\text{ g L}^{-1}$ ，在此範圍下即使在最大值之 $30\text{ g L}^{-1}$ ，其用量不足以抑制化學鍍鎳之反應，但在三水準設計中，將其範圍改為 $10\sim 50\text{ g L}^{-1}$ ，在較高濃度時，可抑制化學鍍反應，故呈現出具有最大值之關係。