

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7160271号
(P7160271)

(45)発行日 令和4年10月25日(2022.10.25)

(24)登録日 令和4年10月17日(2022.10.17)

(51)国際特許分類

C 0 1 B 32/215 (2017.01) F I
H 0 1 M 4/587 (2010.01) C 0 1 B 32/215
H 0 1 M 4/587

請求項の数 3 (全9頁)

(21)出願番号 特願2018-189154(P2018-189154)
 (22)出願日 平成30年10月4日(2018.10.4)
 (65)公開番号 特開2020-55723(P2020-55723A)
 (43)公開日 令和2年4月9日(2020.4.9)
 審査請求日 令和3年9月27日(2021.9.27)

(73)特許権者 509154420
 株式会社N S C
 大阪府豊中市利倉1丁目1番1号
 (72)発明者 板倉 寛
 大阪府豊中市利倉1丁目1番1号 株式
 会社N S C内
 (72)発明者 水谷 竜也
 大阪府豊中市利倉1丁目1番1号 株式
 会社N S C内
 審査官 磯部 香

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 黒鉛精製装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

粒状黒鉛から不純物を除去することによって高純度化された粒状黒鉛を回収するように構成された黒鉛精製装置であって、

粒状黒鉛および電解液を収容する筒状の収容部であって、粒状黒鉛の投入口と排出口とを有する収容部と、

前記収容部内において前記粒状黒鉛を前記投入口から前記排出口へ搬送するように構成された搬送スクリュと、

前記搬送スクリュに回転力を付与する駆動部と、

前記搬送スクリュおよび前記収容部に対して電流を通電するように構成された電源部と、を少なくとも有し、

前記搬送スクリュは、前記電源部に接続された導電性のシャフトと、

前記シャフトの周面を被覆するように構成された非導電性のスクリュ部と、を備えており、

前記スクリュ部の一部に前記シャフトを露出させるための開口部が設けられており、かつ、

前記スクリュ部は、前記シャフトの軸方向に沿って複数取り付けられており、

前記スクリュ部のそれぞれが、前記シャフトの周面に着脱自在に取り付けられる筒状部材であり、

前記スクリュ部のそれぞれの長さが、前記スクリュ部の外周面に形成された螺旋状スクリ

10

20

ユ羽根が周面を1周する長さであることを特徴とする黒鉛精製装置。

【請求項2】

前記収容部は、内壁面に導電性の第1のハウジングと、
前記第1のハウジングの外側に設けられた非導電性の第2のハウジングと、
を有することを特徴とする請求項1に記載の黒鉛精製装置。

【請求項3】

前記搬送スクリュは、前記収容部内に2本設けられており、
2本の前記搬送スクリュは、それぞれ別方向に回転することを特徴とする請求項1または
2に記載の黒鉛精製装置。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、粉末状の黒鉛（グラファイト）から不純物を除去することによって高純度化された粒状黒鉛を回収するように構成された黒鉛精製装置に関する。

【背景技術】

【0002】

リチウムイオン二次電池の負極材料として、黒鉛が広く用いられてきた。リチウムイオン二次電池を高容量化するためには、使用する黒鉛を高純度化する必要がある。このため、従来、黒鉛の融点の高さを利用して、黒鉛を加熱することによって、不純物を昇華させて黒鉛の高純度化を実現する技術が開発してきた。

20

【0003】

ところが、熱処理によって黒鉛を高純度化する場合、黒鉛を2000以上の温度になるように加熱する必要があるため、膨大なエネルギーが必要であった。また、そのような高温にも耐えうる設備が必要になるため、設備コストがかさむというデメリットがあった。

【0004】

そこで、従来技術の中には、電磁波を用いて粒状黒鉛を加熱することによって粒状黒鉛の高純度化を図るものがあった（例えば、特許文献1参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

30

【文献】米国公開2017/0312730号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上述の従来技術においては、電磁波を発生する設備および電磁波によって加熱された黒鉛を収容するのに十分な耐熱性を備えた反応炉が必要になる。このため、黒鉛を加熱するために必要な時間の短縮を図ることはできても、依然として高価で複雑な設備が必要になる。

【0007】

本発明の目的は、設備の低コスト化および簡素化を実現することが可能な黒鉛精製装置を提供することである。

40

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明に係る黒鉛精製装置は、収容部、搬送スクリュ、駆動部および電源部を備えている。収容部は、粒状黒鉛および電解液を収容するように筒状を呈しており、粒状黒鉛を投入するための投入口および粒状黒鉛を排出するための排出口を有している。搬送スクリュは、粒状黒鉛を投入口から排出口を搬送するように構成される。駆動部は、搬送スクリュに回転力を付与する。電源部は、搬送スクリュおよび収容部に対して電流を通電するように構成される。搬送スクリュは、電源部に接続された導電性のシャフトおよびシャフトの周面を被覆するように構成された非導電性のスクリュ部を備えており、スクリュ部の一部

50

にシャフトを露出させるための開口部が設けられている。

【0009】

黒鉛精製装置は、収容部内で電解液に粒状黒鉛を浸漬させた状態で搬送スクリュおよび収容部に電流を通電させることにより、電解研磨と同様の反応が発生し、不純物が金属イオンとして電解液中に溶出する。また、搬送スクリュによって粒状黒鉛を搬送することにより、不純物の除去反応を促進され、高純度の粒状黒鉛が得られる。

【0010】

また、収容部は、内壁面に導電性を有する第1のハウジングおよび第1のハウジングの外側に設けられた非導電性の第2のハウジングを有することが好ましい。第1のハウジングは、導電性部材で構成されており、電解液を通じて粒状黒鉛に電流を通電させることができる。第2のハウジングは、第1のハウジングを外側から支持することで、収容部の強度を保つ。

10

【0011】

また、搬送スクリュは、収容部内に2本設けられており、2本の搬送スクリュは、それぞれ別方向に回転することが好ましい。搬送スクリュが2本設けられることにより、電解液をより攪拌させることができが可能になり、不純物の除去効率が向上する。

20

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、低コストかつ簡易に黒鉛の高純度化を図ることが可能な黒鉛精製装置を提供することが可能になる。

20

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】本発明の一実施形態に係る黒鉛精製装置の概略図である。

【図2】黒鉛精製装置の収容部の構成を示す概略側面図である。

【図3】搬送スクリュの構成を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

ここから、図面を用いて本発明に係る黒鉛精製装置について説明する。図1は、本発明の実施形態に係る黒鉛精製装置10の概略を示した図である。黒鉛精製装置10は、収容部12、第1の搬送スクリュ20、第2の搬送スクリュ22、駆動部24、電源部26、黒鉛回収部30を備えている。黒鉛精製装置10は、不純物が付着した状態の粒状黒鉛を収容部12内で電解研磨処理することにより、粒状黒鉛から不純物を除去し、高純度化を図るように構成される。

30

【0015】

収容部12は、筒状を呈しており、粒状黒鉛および電解液を内部に収容するように構成される。また、収容部12は、粒状黒鉛を収容部12に投入するための投入口14および粒状黒鉛を収容部12から排出するための排出口16を有している。投入口14は、収容部12の長手方向の一方の端部側上面に配置されている。また、投入口14からは粒状黒鉛だけでなく電解液も投入される。この実施形態では、投入口14を介して収容部12に粒状黒鉛や電解液が手動で投入される例を説明しているが、粒状黒鉛収容部および電解液収容部から適量の粒状黒鉛および電解液をそれぞれ自動的に収容部12の投入口14近傍に供給する構成を採用することも可能である。

40

【0016】

排出口16は、投入口14が設けられた側と反対側の端部側下面に配置されており、収容部12内で処理された粒状黒鉛および電解液を収容部12から排出するように構成される。

【0017】

排出口16の下部には、黒鉛回収部30が配置されている。黒鉛回収部30は、回収フィルタ32および回収槽34を有している。回収フィルタ32は、粒状黒鉛の粒径に応じた空隙を有するフィルタである。粒状黒鉛の粒径は、100～200μm程度であるため

50

、回収フィルタ32のメッシュ径は、50～100μmであれば、粒状黒鉛を回収するこ
とが可能である。

【0018】

回収槽34は、上方に開口部を有し、収容部12から排出された電解液を収容するよう
に構成される。回収フィルタ32は、回収槽34の開口部に配置されており、収容部12
から排出される粒状黒鉛を回収する。また、回収槽34にて回収された電解液は、投入口
14に送液され、粒状黒鉛の高純度化処理に再利用される。

【0019】

ここから、収容部12の構成について、図2(A)および図2(B)を用いて説明する
。なお、図2(A)は、収容部12の概略側面図であり、図2(B)は、収容部12の概
略平面図である。収容部12は、導電性の第1の筐体181と非導電性の第2の筐体18
2を有している。また、収容部12の上部は、蓋体19によって覆われている。蓋体19
は、透明樹脂によって形成されており、電解液に耐性を有する素材であれば、特に制限は
ない。

10

【0020】

第1の筐体181は、収容部12の側面部および底面部の内壁面に当たり、電解液と接
するように構成される。第1の筐体181は、電解液に耐性を有する導電性部材であれば
特に制限はない。本実施形態では、カーボン部材を使用しているが、ステンレス材や銅材
等を使用することも可能である。

20

【0021】

第2の筐体182は、第1の筐体181の外部に配置されている。第2の筐体182は
、電解研磨処理を行う際の電解液の温度に耐えうるものであれば、特に制限はなく、例え
ば、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂等の樹脂素材を使用することができる。第1
の筐体181は、第2の筐体182の内部に接合剤等により固定されることが好ましい。
第1の筐体181と第2の筐体182を有することにより、収容部12の側面および底面
は、二重構造となり、強度が向上する。

【0022】

収容部12は、長さ方向に沿って第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ2
2が回転自在に挿通されている(図2(A)および図2(B)参照)。第1の搬送スクリ
ュ20および第2の搬送スクリュ22は、実質的に同一の構成であるため、ここからは第
1の搬送スクリュ20について説明し、第2の搬送スクリュ22については、第1の搬送
スクリュ20と相違する部分のみについて説明する。

30

【0023】

第1の搬送スクリュ20は、図3(A)および図3(B)に示すように、導電シャフト
38およびスクリュ部40を備えている。導電シャフト38は、導電性部材で構成され
ており、本実施形態では、カーボンシャフトが使用されている。導電シャフト38は、収容
部12内に挿通されており、一端が収容部12の壁面において回転可能に支持されており
、他端が黒鉛精製装置10の筐体から突出している。

【0024】

第1の搬送スクリュ20は、収容部12内において、スクリュ部40を備えている。ス
クリュ部40は、導電シャフト38の周面に取り付けられる筒状部材であり、スクリュ羽
根42を有している。スクリュ部40は、スクリュ羽根42が周面を1周する程度の長さ
であり、シャフトの軸方向に沿って複数取り付けられている。

40

【0025】

スクリュ部40は、非導電性の樹脂部材で形成されている。樹脂部材は、電解液に耐性
を有するものであれば特に制限はなく、例えば、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系
樹脂を使用することが可能である。スクリュ部40は、導電シャフト38の周面に対して
着脱自在の部材であり、導電シャフト38の周面に対して固定ネジ等で固定するこ
とが可能である。本実施形態では、電解液に耐性を有する固定ネジ44によって固定さ
れる。

【0026】

50

スクリュ羽根42は、スクリュ部40の外周面に形成された螺旋状の羽根部材である。スクリュ羽根42は、第1の搬送スクリュ20が回転することで、電解液に対して投入口14側から排出口16側へ液流を発生させ、収容部12内で粒状黒鉛を搬送するように構成される。スクリュ羽根42の形状に特に制限はないが、第1の筐体181とスクリュ羽根42の端部の隙間は、1~5mm程度設けられることが好ましい。スクリュ羽根42の収容部12の壁面部に間隔が空きすぎると、電解液が壁面付近で滞留してしまい、粒状黒鉛の搬送不良や不純物の反応が阻害されるおそれがある。

【0027】

また、スクリュ部40は、外周面に開口部46が形成されている。開口部46は、導電シャフト38の外周面が露出するように形成された孔部である。開口部46は、略楕円形状を呈しており、第1の搬送スクリュ20の長さ方向に沿って一定間隔に形成されている。なお、開口部の形状は、楕円形状以外にも矩形状であったり線状であったりしても良い。

【0028】

第1の搬送スクリュ20は、収容部12の側壁面に形成された開口部を貫通して収容部12に導入されている。第1の搬送スクリュ20は収容部12の開口部において、転がり軸受により支持されており、開口部の周囲にはシール材54が配置されている。シール材54は、電解液に耐性を有する樹脂材を使用することが可能である。シール材54を配置することにより、収容部12の密閉性が向上する。なお、シール材54は、第1の搬送スクリュ20の他端側を支持する壁面部においても配置されている。

【0029】

第1の搬送スクリュ20は、収容部12の外部において駆動ギア50を備えている。駆動ギア50は、駆動部24からの駆動力が伝達され、第1の搬送スクリュ20に回転力を付与するように構成される。駆動ギア50は、収容部12の外において導電スクリュ38の外周面に設けられている。駆動ギア50の形状や寸法は、適宜選択することが可能である。

【0030】

駆動ギア50の下部には、電解液排出口56が設けられている。電解液排出口56は、万が一、シール材54が配置されている開口部から電解液が収容部12外に漏出した場合に、電解液を筐体内から排出するように構成される。電解液排出口56から排出された電解液は、不図示の回収槽によって回収され、高純度化処理に使用するために、投入口14に送液される。

【0031】

駆動部24は、モータ241および伝達ギア242を備えている。モータ241は、所定の回転数で回転するように制御される。伝達ギア242は、モータ241に接続されたシャフトに配置されたギアである。伝達ギア242は、駆動ギア50の上部に配置され、駆動ギア50にモータ241の駆動力を伝達するように構成される。本実施形態では、伝達ギア242と駆動ギア50が噛合されており、伝達ギア242の回転力を駆動ギア50に伝達している。モータ241の回転数や駆動ギア50および伝達ギア242のギア比率は、適宜調整することが可能である。

【0032】

第2の搬送スクリュ22は、第1の搬送スクリュ20と平行に配置されており、第1の搬送スクリュ20と実質的に同一の構成である。第2の搬送スクリュ22に設けられたスクリュ羽根42は、第1の搬送スクリュ20に設けられたスクリュ羽根42と同一の構成であるが、第1の搬送スクリュ20のスクリュ羽根42と接触しないように設けられている。

【0033】

第2の搬送スクリュ22は、第1の搬送スクリュ20の駆動ギア50と対応する位置に従動ギア52を備えている。従動ギア52は、駆動ギア50からの駆動力が伝達され、第2の搬送スクリュ22に回転力を付与するように構成される。従動ギア52は、駆動ギア50と噛合されており、第2の搬送スクリュ22は、第1の搬送スクリュ20と逆方向に

10

20

30

40

50

回転するように構成される。第1の搬送スクリュ20と第2の搬送スクリュ22が別方向に回転することにより、収容部12内の電解液が攪拌され、粒状黒鉛の高純度化を効率的に行うことが可能になる。

【0034】

電源部26は、駆動部24の側面部に配置されている。電源部26は、第1の搬送スクリュ20、第2の搬送スクリュ22および第1の筐体181に電流を通電するように構成される。電源部26は、第1の搬送スクリュ20、第2の搬送スクリュ22および第1の筐体181を電気的に接続するための導線部262を有している(図1参照)。導線部262は、第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22の導電シャフト38において、黒鉛精製装置10の筐体から突出した部分に接続されている。また、本実施形態では、第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22が陽極側となるように接続される。第1の筐体181は、導線部262によって電源部26の陰極側と接続されている。

10

【0035】

ここから、黒鉛精製装置10の使用方法について説明する。最初に、所定量の電解液および粒状黒鉛が投入口14より収容部12に収容される。電解液は、粒状黒鉛に付着した不純物に電流が通電させることができれば制限はなく、塩化ナトリウム水溶液等を使用することが可能である。また、粒状黒鉛にシリコン系の不純物が付着している場合は、フッ酸を含む電解液を使用することが好ましい。粒状黒鉛に付着する不純物としては、酸化アルミニウム(Al₂O₃)、酸化鉄(Fe₂O₃)、シリコン(SiO₂)等があり、フッ酸を含む電解液を使用することにより、さらに効率的に高純度化が図れる。また、フッ酸を含む電解液として、ガラス基板のエッチング廃液や半導体基板のエッチング廃液を使用することも可能である。

20

【0036】

収容部12内に投入された粒状黒鉛は、第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22を回転させることにより発生する液流により排出口16側に搬送される。本実施形態における粒状黒鉛の搬送速度としては、排出口16まで10~15分で到達する程度に調整される。また、処理中に第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22を逆回転させることにより、粒状黒鉛が投入口14側に向かうように液流を発生させても良い。いずれにせよ、収容部12内で搬送された粒状黒鉛は、排出口16から電解液とともに排出される。また、粒状黒鉛の処理中は、排出口16が閉鎖されることが好ましい。

30

【0037】

収容部12内に粒状黒鉛および電解液が収容されると、電源部26から第1の搬送スクリュ20、第2の搬送スクリュ22および第1の筐体181に電流が通電される。本実施形態では、それぞれ30~180Aの範囲で電流を通電させる。第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22に開口部46が設けられることにより、導電シャフト38を介して電解液が通電された状態となる。粒状黒鉛は、陽極側となる第1の搬送スクリュ20および第2の搬送スクリュ22から電解液を通じて通電されることにより、粒状黒鉛に付着した不純物がイオンとして電解液に流出し、高純度の黒鉛が得られる。

【0038】

また、電解研磨のみでは除去が困難なシリコン系の不純物については、電解液に含まれるフッ酸とのエッチング反応によって除去される。粒状黒鉛は、複数の層が積層された鱗状黒鉛であり、層間に存在する不純物を効率的に除去するために超音波振動を印加しても良い。超音波を印加することで、グラファイトの層間に電解液が侵入し易くなり、短時間での不純物の除去が可能になる。

40

【0039】

所定時間処理された粒状黒鉛は、排出口16から排出され、回収フィルタ32により回収される。黒鉛精製装置10で処理された粒状黒鉛は、洗浄処理や乾燥処理等の後処理が行われた後に、製品化処理が行われる。

【0040】

上述の実施形態の説明は、すべての点で例示であって、制限的なものではないと考えら

50

れるべきである。本発明の範囲は、上述の実施形態ではなく、特許請求の範囲によって示される。さらに、本発明の範囲には、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【符号の説明】

【0041】

- 1 0 - 黒鉛精製装置
- 1 2 - 収容部
- 1 4 - 投入口
- 1 6 - 排出口
- 2 0 - 第1の搬送スクリュ 10
- 2 2 - 第2の搬送スクリュ
- 2 4 - 駆動部
- 2 6 - 電源部
- 4 4 - スクリュ羽根
- 4 6 - 開口部

10

20

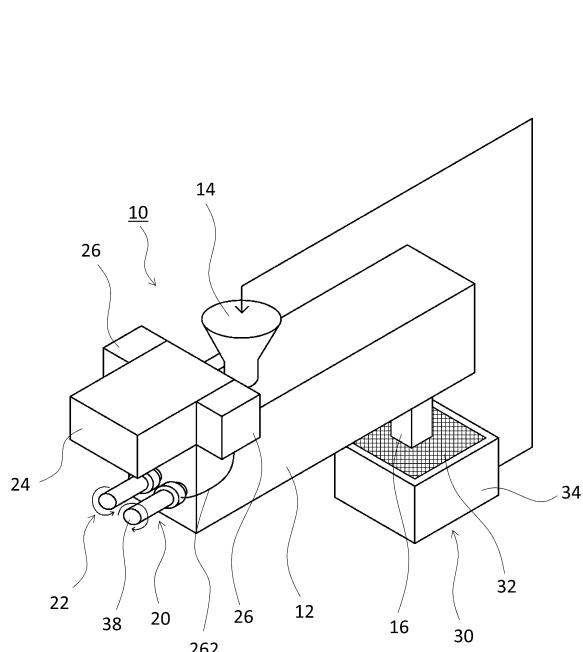
30

40

50

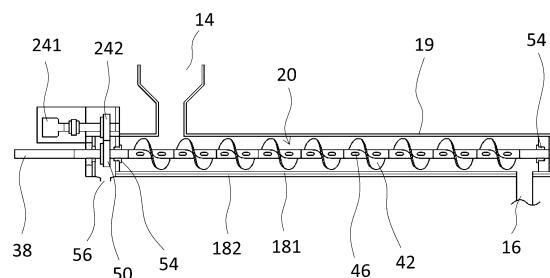
【図面】

【図 1】



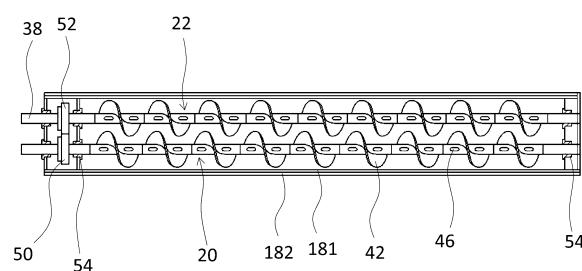
【図 2】

(A)



10

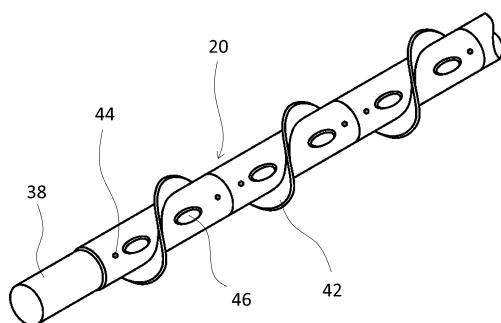
(B)



20

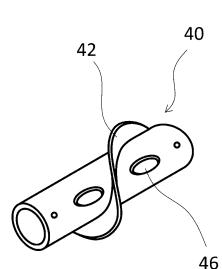
【図 3】

(A)



30

(B)



40

50

フロントページの続き

(56)参考文献

特開2010-138039 (JP, A)
国際公開第2014/010540 (WO, A1)
特開昭62-030900 (JP, A)
実開昭57-121683 (JP, U)
特開平01-083699 (JP, A)
米国特許出願公開第2017/0312730 (US, A1)
特開2004-019020 (JP, A)
特開平06-171919 (JP, A)
特開2017-061744 (JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 01 B 32/215
H 01 M 4/587