

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 2 部門第 1 区分

【発行日】平成31年3月28日 (2019.3.28)

【公開番号】特開2017-100117(P2017-100117A)

【公開日】平成29年6月8日 (2017.6.8)

【年通号数】公開・登録公報2017-021

【出願番号】特願2016-43997(P2016-43997)

【国際特許分類】

B 0 1 F 5/16 (2006.01)

B 0 1 F 5/10 (2006.01)

B 0 1 F 3/12 (2006.01)

F 0 4 D 7/04 (2006.01)

F 0 4 D 29/22 (2006.01)

H 0 1 M 4/13 (2010.01)

【F I】

B 0 1 F 5/16

B 0 1 F 5/10

B 0 1 F 3/12

F 0 4 D 7/04 J

F 0 4 D 7/04 G

F 0 4 D 29/22 E

H 0 1 M 4/13

【手続補正書】

【提出日】平成31年2月14日 (2019.2.14)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】分散混合システム

【技術分野】

【0001】

本発明は、分散混合システムに関し、例えば、非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるカーボンを含むスラリー等の各種スラリーの製造のための分散混合システムに関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、非水電解質二次電池として、リチウムイオン二次電池が、パソコンやモバイル機器等の各種電子機器に広く用いられていたが、その用途が自動車や航空機等に広がるに連れ、電池性能の高度化、具体的には、高密度化や大容量化が要請されていた。

【0003】

ところで、電池性能を左右する重要な要因の 1 つとして、非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるスラリーの特性を挙げることができる。

このスラリーは、溶質としての正極活性物質又は負極活性物質、導電物質、バインダ等の固形分を、水等の溶媒に分散、混合することにより得られるもので、このスラリーが、電極の基材となるアルミニウム箔又は銅箔に塗布した後、加熱乾燥することにより、正極及び負極を得るようにしている。

## 【 0 0 0 4 】

ところで、上記スラリーは、正極活性物質又は負極活性物質、導電物質、バインダ等の固形分と、水等の溶媒とを、図 1 1 に示すようなバッチ式多軸ミキサに投入して、固形分の分散、混合（可溶の固形分の溶解を含む。）を行うことにより得るようにしているが、導電物質として用いられるカーボン、特に、アスペクト比（長さ／径）が大きな繊維状炭素粉末や、バインダとして用いられる C M C（カルボキシメチルセルロース）のように、分散性や溶解性が悪い物質の場合には、均質なスラリーを得ることが難しかったり、固形分が分散、混合した状態を維持することが難しかったり、固形分の分散、混合に時間を要するという問題があった。

また、上記バッチ式多軸ミキサを用いた場合、気泡がスラリーに混入、残留しやすく、このような気泡が混入したスラリーを、電極の基材に塗布、加熱乾燥すると、塗布形成層に空隙が形成されるという問題があった。

## 【 0 0 0 5 】

ところで、本件出願人らは、先に、上記従来の非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるスラリーの製造に関する問題点に鑑み、カーボン等の分散性や溶解性が悪い物質を含有する場合でも、均質なスラリーを、短時間で得ることができ、また、固形分が分散、混合した状態を長時間維持することができ、さらに、スラリーへの気泡の混入、残留を少なくできる、カーボンを含有したスラリーの製造に用いる分散混合ポンプを備えた分散混合システムを提案した（特許文献 1 参照。）。

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 6 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 1 5 - 3 5 3 4 4 号公報

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 0 7 】

この特許文献 1 で提案した発明は、上記の作用効果を奏することができるものであるが、本件出願人らは、このシステムを改善することによって、より効率的な分散混合ができるとともに、高品質のスラリーを製造することができ、さらに、スラリーの回収率を向上することができる分散混合システムを提供することを目的とする。

## 【 課題を解決するための手段 】

## 【 0 0 0 8 】

上記目的を達成するため、本発明の分散混合システムは、ケーシングの内部に回転翼を備えたロータを回転駆動することにより、液体にキャビテーションを生じさせることによって、固形分の分散、混合を行う工程を備えるスラリーの製造に用いる分散混合ポンプを備えた分散混合システムであって、前記分散混合ポンプの液体が接する表面のうちの少なくとも一部分を、撥液性材料でコーティング処理をするようにしたことを特徴とする。

## 【 0 0 0 9 】

この場合において、前記分散混合ポンプの回転駆動される部分、例えば、前記分散混合ポンプの回転翼を、前記撥液性材料でコーティング処理をするようにすることができる。

## 【 0 0 1 0 】

また、前記分散混合ポンプから吐出された液体を、前記分散混合ポンプに循環させる循環流路を備えてなるようにすることができる。

## 【 0 0 1 1 】

また、前記循環流路に備えた部材の液体が接する表面のうちの少なくとも一部分を、前記撥液性材料でコーティング処理をするようにしてなるようにすることができる。

## 【 0 0 1 2 】

また、前記撥液性材料が、フッ素系樹脂からなるようにすることができる。

## 【 0 0 1 3 】

また、前記撥液性材料が、変性フッ素樹脂からなるようにすることができる。

## 【発明の効果】

## 【0014】

本発明の分散混合システムによれば、カーボン等の分散性や溶解性が悪い物質を含有する場合でも、均質なスラリーを、短時間で得ることができ、また、固形分が分散、混合した状態を長時間維持することができ、さらに、スラリーへの気泡の混入、残留を少なくできるという引用文献1で提案した発明が奏する作用効果に加え、以下の作用効果を奏する。

(1) 液体に剪断力を生じさせる分散混合システムにおいて、液体が接する装置の内部表面を、撥液性材料でコーティング処理をすることは、液体に付与する剪断力が弱まり、効率的な分散混合ができなくなるため行われていなかったが、この分散混合ポンプを備えた分散混合システムにおいては、撥液性材料でコーティング処理をすることによって、液体の流動抵抗が低減し、キャビテーションの発生を促すことができ、より効率的な分散混合ができる。

(2) 液体の流動抵抗が低減し、低回転数で分散混合ができるため、消費電力を低減することができるとともに、液体の発熱を抑えることができ、熱履歴のない高品質のスラリーを製造することができる。

(3) 撥液性によりスラリーの回収率を向上することができる。

## 【0015】

また、循環流路に循環ポンプを介在させることにより、液体の分散混合ポンプの第2の供給部から第2の導入室への吸入を補助して、カーボン等の分散性や溶解性が悪い物質の分散混合性能を向上することができる。

## 【0016】

また、撥液性材料に、フッ素系樹脂、その中でも、変性フッ素樹脂を用いることにより、表面硬度が高まるため摩耗が少なく、コンタミネーションを防止することができ、特に、変性フッ素樹脂の構成材料であるポリイミド樹脂は、次世代電池の負極の構成材料であるため、コンタミネーションの問題が生じないようにすることができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0017】

【図1】本発明の分散混合システムの一実施例を示す説明図である。

【図2】定量供給装置の要部を示す縦断面図である。

【図3】図2のIII-III方向視での断面図である。

【図4】分散混合ポンプの分散混合機構の内部構造を示す説明図である。

【図5】図4のV-V方向視での断面図である。

【図6】分散混合ポンプの分散混合機構の内部構造を示す分解斜視図である。

【図7】仕切板の概略構成図である。

【図8】再循環機構部の分離部の内部構造を示す説明図である。

【図9】SUS304に変性フッ素樹脂をコーティング処理をしたものと、SUS304のままのものとで、スラリーの攪拌槽からの排出状況を比較した実験結果を示す写真である。

【図10】SUSの表面処理による各種スラリーの撥水・撥油性を比較した実験結果を示す写真である。

【図11】従来のスラリーの製造に用いられるパッチ式多軸ミキサの一例を示す平面図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0018】

以下、本発明の分散混合システムの実施の形態を、図面に基づいて説明する。

## 【0019】

図1～図8に、本発明の分散混合システムの一実施例を示す。

## 【0020】

図1に、遠心式の分散混合ポンプYを備えた分散混合システム100を示す。

この分散混合システム１００は、分散質として粉体Ｐ（固形分）を用い、液相分散媒として溶媒Ｒを用いて、粉体Ｐを溶媒Ｒに分散、混合（可溶の固形分の溶解を含む。以下、同じ。）して、スラリーＦを生成するものである。

本実施形態においては、例えば、粉体Ｐとして、非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるスラリー材料である、アルカリ金属イオンを吸蔵、放出する材料、カーボン及びＣＭＣ（カルボキシルメチルセルロース）を用い、溶媒Ｒとして水を用いた。

#### 【００２１】

図１に示すように、分散混合システム１００は、粉体Ｐを定量供給する定量供給装置Ｘと、溶媒Ｒを定量供給する溶媒供給部５０と、定量供給装置Ｘから定量供給される粉体Ｐと溶媒供給部５０から定量供給される溶媒Ｒとを負圧吸引して分散混合する分散混合ポンプＹと、分散混合ポンプＹから吐出されたスラリーＦから、完全に分散、混合していない粉体Ｐを含む溶媒Ｒ（以下、「未分散スラリーＦｒ」という。）を分散混合ポンプＹに循環供給する再循環機構部７０等を備えて構成されている。

#### 【００２２】

〔定量供給装置〕

図１に示すように、定量供給装置Ｘは、上部開口部３１ａから受け入れた粉体Ｐを下部開口部３１ｂから排出させるホッパ３１と、ホッパ３１内の粉体Ｐを攪拌する攪拌機構３２と、ホッパ３１の上部開口部３１ａが大気開放された状態で、下部開口部３１ｂの下流側に接続された分散混合ポンプＹの吸引により下部開口部３１ｂに作用する負圧吸引力によって、下部開口部３１ｂから排出された粉体Ｐを分散混合ポンプＹに定量供給する容積式の定量供給部４０とを備えて構成されている。

#### 【００２３】

ホッパ３１は、上部から下部へ向かうに連れて縮径する逆円錐形状に構成され、その中心軸Ａ１が鉛直方向に沿う姿勢で配設されている。そのホッパ３１の上部開口部３１ａ及び下部開口部３１ｂ夫々の横断面形状は、図１の上下方向視で、中心軸Ａ１を中心とする円形状とされ、また、ホッパ３１における逆円錐形状の内側壁面の傾斜角度は、水平面に対して略６０度とされる。

#### 【００２４】

攪拌機構３２は、ホッパ３１内に配設されて、ホッパ３１内の粉体Ｐを攪拌する攪拌羽根３２Ａと、当該攪拌羽根３２Ａをホッパ３１の中心軸Ａ１周りに回転させる羽根駆動モータＭ１と、羽根駆動モータＭ１をホッパ３１の上部開口部３１ａの上方に位置させて支持する取付部材３２Ｂと、羽根駆動モータＭ１の回転駆動力を攪拌羽根３２Ａに伝動させる伝動部材３２Ｃとを備えて構成される。

#### 【００２５】

攪拌羽根３２Ａは、棒状部材を概略Ｖ字形状に屈曲して構成され、その一方の辺部がホッパ３１の内側壁面に沿う状態で、他方の辺部の端部がホッパ３１の中心軸Ａ１と同軸で回転自在に枢支されて配設されている。また、当該攪拌羽根３２Ａは、横断面形状が三角形に形成されており、三角形の一辺を形成する面がホッパ３１の内側壁面と略平行となるように配設されている。これにより、攪拌羽根３２Ａは、ホッパ３１の内側壁面に沿って中心軸Ａ１周りに回転可能に配設されている。

#### 【００２６】

図１～図３に示すように、容積式の定量供給部４０は、ホッパ３１の下部開口部３１ｂから供給される粉体Ｐを下流側の分散混合ポンプＹに所定量ずつ定量供給する機構である。

具体的には、ホッパ３１の下部開口部３１ｂに接続される導入部４１と、供給口４３ａ及び排出口４３ｂを備えたケーシング４３と、ケーシング４３内に回転可能に配設された計量回転体４４と、計量回転体４４を回転駆動する計量回転体駆動モータＭ２とを備えて構成される。

#### 【００２７】

導入部４１は、ホッパ３１の下部開口部３１ｂとケーシング４３の上部に形成された供

給口 4 3 a とを連通する筒状に形成され、最下端には、ケーシング 4 3 の供給口 4 3 a と同形状のスリット状の開口が形成されている。この導入部 4 1 は、ケーシング 4 3 の供給口 4 3 a 側ほど細くなる先細り状に形成されている。当該スリット状の開口の形状は、ホッパ 3 1 の大きさ、粉体 P の供給量、粉体 P の特性等に応じて適宜設定することができるが、例えば、スリット状の開口の長さ方向の寸法を 2 0 ~ 1 0 0 mm 程度、幅方向の寸法を 1 ~ 5 mm 程度に設定するようにする。

#### 【 0 0 2 8 】

ケーシング 4 3 は、概略直方体形状に形成され、水平方向（図 1 の左右方向）に対して 4 5 度傾斜した姿勢で、導入部 4 1 を介してホッパ 3 1 に接続されている。

図 2 及び図 3 に示すように、ケーシング 4 3 の上面には、導入部 4 1 のスリット状の開口に対応したスリット状の供給口 4 3 a が設けられ、ホッパ 3 1 の下部開口部 3 1 b からの粉体 P をケーシング 4 3 内に供給可能に構成されている。傾斜状に配置されたケーシング 4 3 の下方側の側面（図 2 において右側面）の下部には、計量回転体 4 4 にて定量供給された粉体 P を膨張室 4 7 を介して下流側の分散混合ポンプ Y に排出する排出口 4 3 b が設けられ、その排出口 4 3 b には、粉体排出管 4 5 が接続されている。当該膨張室 4 7 は、供給口 4 3 a から計量回転体 4 4 の粉体収容室 4 4 b に供給された粉体 P が定量供給されるケーシング 4 3 内の位置に設けられ、排出口 4 3 b から作用する負圧吸引力によって、供給口 4 3 a よりも低圧に維持される。すなわち、排出口 4 3 b は、分散混合ポンプ Y の一次側に接続されることによって、負圧吸引力が膨張室 4 7 に作用し排出口 4 3 b よりも低圧状態に維持されるようにしている。計量回転体 4 4 の回転に伴って、各粉体収容室 4 4 b の状態が負圧状態と当該負圧状態よりも高圧の状態に変化するように構成されている。

#### 【 0 0 2 9 】

計量回転体 4 4 は、計量回転体駆動モータ M 2 の駆動軸 4 8 に配設した円盤部材 4 9 に、複数（例えば、8 枚）の板状隔壁 4 4 a を円盤部材 4 9 の中心部を除いて放射状に等間隔に取り付けて構成され、周方向で等間隔に粉体収容室 4 4 b を複数に区画（例えば、8 室。）形成するように構成されている。粉体収容室 4 4 b は、計量回転体 4 4 の外周面及び中心部において開口するように構成されている。計量回転体 4 4 の中心部には、開口閉鎖部材 4 2 が周方向に偏在して固定状に配設され、各粉体収容室 4 4 b の中心部側の開口をその回転位相に応じて閉塞或いは開放可能に構成されている。なお、粉体 P の供給量は、計量回転体 4 4 を回転駆動する計量回転体駆動モータ M 2 による計量回転体 4 4 の回転数を変化させることで、調整できる。

#### 【 0 0 3 0 】

計量回転体 4 4 の回転に伴って、各粉体収容室 4 4 b が、膨張室 4 7 に開放される膨張室開放状態、膨張室 4 7 及び供給口 4 3 a と連通しない第 1 密閉状態、供給口 4 3 a に開放される供給口開放状態、供給口 4 3 a 及び膨張室 4 7 と連通しない第 2 密閉状態の順で、その状態が繰り返して変化するように構成されている。なお、計量回転体 4 4 の外周面側の開口が第 1 密閉状態及び第 2 密閉状態において閉鎖されるようにケーシング 4 3 が形成されるとともに、計量回転体 4 4 の中心部側の開口が第 1 密閉状態、供給口開放状態及び第 2 密閉状態において閉鎖されるように、開口閉鎖部材 4 2 がケーシング 4 3 に固定して配設される。

#### 【 0 0 3 1 】

したがって、定量供給装置 X においては、ホッパ 3 1 内に貯留された粉体 P が攪拌羽根 3 2 A により攪拌されながら定量供給部 4 0 に供給され、定量供給部 4 0 により、粉体 P が排出口 4 3 b から粉体排出管 4 5 を通して分散混合ポンプ Y に定量供給される。

#### 【 0 0 3 2 】

具体的に説明すると、定量供給部 4 0 の排出口 4 3 b の下流側に接続された分散混合ポンプ Y からの負圧吸引力により、ケーシング 4 3 内における膨張室 4 7 の圧力が負圧状態となる。一方で、ホッパ 3 1 の上部開口部 3 1 a は大気開放されているので、ホッパ 3 1 内は大気圧程度の状態となる。膨張室 4 7 と計量回転体 4 4 の隙間を介して連通する導入

部 4 1 の内部及び下部開口部 3 1 b の近傍は、上記負圧状態と大気圧状態との間の圧力状態となる。

【 0 0 3 3 】

この状態で、ホッパ 3 1 の内壁面及び下部開口部 3 1 b の近傍の粉体 P が、攪拌機構 3 2 の攪拌羽根 3 2 A により攪拌されることで、攪拌羽根 3 2 A による剪断作用によりホッパ 3 1 内の粉体 P が解砕され、一方、計量回転体 4 4 は計量回転体駆動モータ M 2 により回転させられることで、空の粉体収容室 4 4 b が次々と供給口 4 3 a に連通する状態となる。そして、ホッパ 3 1 内の粉体 P は下部開口部 3 1 b から導入部 4 1 を流下し、次々と供給口 4 3 a に連通する状態となる計量回転体 4 4 の粉体収容室 4 4 b に所定量ずつ収容されて、その粉体収容室 4 4 b に収容された粉体 P は膨張室 4 7 に流下し、排出口 4 3 b から排出される。したがって、定量供給装置 X により、粉体 P を粉体排出管 4 5 を通して所定量ずつ連続して分散混合ポンプ Y の第 1 の供給部 1 1 に定量供給することができる。

【 0 0 3 4 】

図 1 に示すように、粉体排出管 4 5 には、分散混合ポンプ Y の第 1 の供給部 1 1 への粉体 P の供給を停止可能なシャッターバルブ 4 6 が配設されている。

【 0 0 3 5 】

〔溶媒供給部〕

図 1 に示すように、溶媒供給部 5 0 は、貯留混合タンク 5 1 に貯留された溶媒 R を、設定流量で分散混合ポンプ Y の第 1 の供給部 1 1 に連続的に供給するように構成されている。

具体的には、溶媒供給部 5 0 は、溶媒供給管 5 1 R を介して供給される溶媒 R を貯留し、送出する貯留混合タンク 5 1 と、貯留混合タンク 5 1 から溶媒 R が送出される送出ポンプ 5 2 P を介在させた供給管 5 2 と、貯留混合タンク 5 1 から供給管 5 2 に送出される溶媒 R の流量を設定流量に調整する流量調整バルブ（図示せず）と、設定流量に調整された溶媒 R を定量供給部 4 0 から定量供給される粉体 P に混合して第 1 の供給部 1 1 に供給するミキシング機構 6 0 とを備えて構成されている。

ここで、貯留混合タンク 5 1 は、後述するように、排出路 2 2 から粉体 P が分散、混合した状態のスラリー F が、スラリー F に含まれる気泡と共に、導入されるように構成されている。

このため、貯留混合タンク 5 1 には、攪拌機構 5 1 K を配設するとともに、空気（気体）G の放出管 5 1 G 及び製造されたスラリー F の排出路 5 3 を接続するようにする。

【 0 0 3 6 】

図 4 に示すように、ミキシング機構 6 0 は、粉体排出管 4 5 と供給管 5 2 とを第 1 の供給部 1 1 に連通接続するミキシング部材 6 1 を備えて構成されている。

このミキシング部材 6 1 は、円筒状の第 1 の供給部 1 1 よりも小径に構成されて、第 1 の供給部 1 1 との間に環状のスリット 6 3 を形成すべく第 1 の供給部 1 1 に挿入状態で配設される筒状部 6 2 及び環状のスリット 6 3 に全周に亘って連通する状態で第 1 の供給部 1 1 の外周部に環状流路 6 4 を形成する環状流路形成部 6 5 を備えて構成されている。

ミキシング部材 6 1 には、粉体排出管 4 5 が筒状部 6 2 に連通する状態で接続されるとともに、供給管 5 2 が環状流路 6 4 に対して溶媒 R を接線方向に供給するように接続される。

粉体排出管 4 5、ミキシング部材 6 1 の筒状部 6 2 及び第 1 の供給部 1 1 は、それらの軸心 A 2 を供給方向が下向きとなる傾斜姿勢（水平面（図 1 の左右方向）に対する角度が 45 度程度）となるように傾斜させて配置されている。

【 0 0 3 7 】

つまり、定量供給部 4 0 の排出口 4 3 b から粉体排出管 4 5 に排出された粉体 P は、ミキシング部材 6 1 の筒状部 6 2 を通して軸心 A 2 に沿って第 1 の供給部 1 1 に導入される。一方、溶媒 R は、環状流路 6 4 に接線方向から供給されるので、環状流路 6 4 の内周側に形成される環状のスリット 6 3 を介して、切れ目のない中空円筒状の渦流の状態で第 1 の供給部 1 1 に供給される。

したがって、円筒状の第 1 の供給部 1 1 により、粉体 P と溶媒 R とが均等に予備混合され、その予備混合物 F p が分散混合ポンプ Y の第 1 の導入室 1 3 内に吸引導入される。

【 0 0 3 8 】

〔分散混合ポンプ〕

図 1 及び図 4 ~ 図 8 に基づいて、分散混合ポンプ Y について説明する。

図 4 に示すように、分散混合ポンプ Y は、両端開口が前壁部 2 と後壁部 3 とで閉じられた円筒状の外周壁部 4 を備えたケーシング 1 を備え、そのケーシング 1 の内部に同心状で回転駆動自在に設けられたロータ 5 と、そのケーシング 1 の内部に同心状で前壁部 2 に固定配設された円筒状のステータ 7 と、ロータ 5 を回転駆動するポンプ駆動モータ M 3 等を備えて構成されている。

【 0 0 3 9 】

図 5 に示すように、ロータ 5 の径方向の外方側には、複数の回転翼 6 が、前壁部 2 側である前方側（図 4 の左側）に突出し、かつ、周方向に等間隔で並ぶ状態でロータ 5 と一体的に備えられている。

円筒状のステータ 7 には、絞り流路となる複数の透孔 7 a、7 b が周方向に夫々並べて備えられ、そのステータ 7 が、ロータ 5 の前方側（図 4 の左側）で、かつ、回転翼 6 の径方向の内側に位置させて前壁部 2 に固定配設されて、そのステータ 7 とケーシング 1 の外周壁部 4 との間に、排出室を兼ねた、回転翼 6 が周回する環状の翼室 8 が形成されている。

【 0 0 4 0 】

図 4 ~ 図 6 に示すように、ミキシング機構 6 0 にて粉体 P と溶媒 R とが予備混合された予備混合物 F p を回転翼 6 の回転によりケーシング 1 の内部に吸引導入する第 1 の供給部 1 1 が、前壁部 2 の中心軸（ケーシング 1 の軸心 A 3）よりも外周側に偏移した位置に設けられている。

図 4 及び図 6 に示すように、ケーシング 1 の前壁部 2 の内面に環状溝 1 0 が形成され、環状溝 1 0 と連通する状態で第 1 の供給部 1 1 が設けられている。

図 4 及び図 5 に示すように、粉体 P と溶媒 R とが混合されて生成されたスラリー F を吐出する円筒状の吐出部 1 2 が、ケーシング 1 の円筒状の外周壁部 4 の周方向における 1 箇所に、その外周壁部 4 の接線方向に延びて翼室 8 に連通する状態で設けられている。

【 0 0 4 1 】

図 1、図 4 及び図 8 に示すように、この実施形態では、吐出部 1 2 から吐出されたスラリー F は、吐出路 1 8 を通して再循環機構部 7 0 に供給され、その再循環機構部 7 0 の分離部としての円筒状容器 7 1 にて気泡が分離された未分散スラリー F r を、ポンプ駆動モータ M 4 により回転駆動される循環ポンプ 1 6 P を介在させた循環流路 1 6 を介して、ケーシング 1 内に循環供給する第 2 の供給部 1 7 がケーシング 1 の前壁部 2 の中央部（軸心 A 3 と同心状）に設けられている。

また、図 4 ~ 図 6 に示すように、ステータ 7 の内周側を前壁部 2 側の第 1 の導入室 1 3 とロータ 5 側の第 2 の導入室 1 4 とに区画する仕切板 1 5 が、ロータ 5 の前方側に当該ロータ 5 と一体回転する状態で設けられるとともに、仕切板 1 5 の前壁部 2 側に掻出翼 9 が設けられている。掻出翼 9 は、同心状に、周方向において均等間隔で複数（図 6 では、4 つ）備えられ、各掻出翼 9 がその先端部 9 T を環状溝 1 0 内に進入した状態でロータ 5 と一体的に周回可能に配設されている。

【 0 0 4 2 】

第 1 の導入室 1 3 及び第 2 の導入室 1 4 は、ステータ 7 の複数の透孔 7 a、7 b を介して翼室 8 と連通されるように構成され、第 1 の供給部 1 1 が第 1 の導入室 1 3 に連通し、第 2 の供給部 1 7 が第 2 の導入室 1 4 に連通するように構成されている。

具体的には、第 1 の導入室 1 3 と翼室 8 とは、ステータ 7 における第 1 の導入室 1 3 に臨む部分に周方向に等間隔で配設された複数の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a にて連通され、第 2 の導入室 1 4 と翼室 8 とは、ステータ 7 における第 2 の導入室 1 4 に臨む部分に周方向に等間隔で配設された複数の第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b にて連通されている。

## 【 0 0 4 3 】

分散混合ポンプ Y の各部について説明する。

図 4 に示すように、ロータ 5 は、その前面が概ね円錐台状に膨出する形状に構成されるとともに、その外周側に、複数の回転翼 6 が前方に突出する状態で等間隔に並べて設けられている。なお、図 5 では、周方向に等間隔に 10 個の回転翼 6 が配設されている。また、この回転翼 6 は、内周側から外周側に向かうに連れて、回転方向後方に傾斜するようにロータ 5 の外周側から内周側に突出形成されており、回転翼 6 の先端部の内径は、ステータ 7 の外径よりも若干大径に形成されている。

このロータ 5 が、ケーシング 1 内においてケーシング 1 と同心状に位置する状態で、後壁部 3 を貫通してケーシング 1 内に挿入されたポンプ駆動モータ M 3 の駆動軸 19 に連結されて、そのポンプ駆動モータ M 3 により回転駆動される。

そして、ロータ 5 が、その軸心方向視（図 5 に示すような図 4 の V - V 方向視）において回転翼 6 の先端部が前側となる向きに回転駆動されることにより、回転翼 6 の回転方向の後側となる面（背面）6 a には、いわゆる局所沸騰（キャビテーション）が発生するように構成されている。

## 【 0 0 4 4 】

図 4、図 6 及び図 7 に示すように、仕切板 15 は、ステータ 7 の内径よりも僅かに小さい外径を有する概ね漏斗状に構成されている。この漏斗状の仕切板 15 は、具体的には、その中央部に、頂部が円筒状に突出する筒状摺接部 15 a にて開口された漏斗状部 15 b を備えるとともに、その漏斗状部 15 b の外周部に、前面及び後面共にケーシング 1 の軸心 A 3 に直交する状態となる環状平板部 15 c を備える形状に構成されている。

そして、図 4 及び図 5 に示すように、この仕切板 15 が、頂部の筒状摺接部 15 a がケーシング 1 の前壁部 2 側を向く姿勢で、周方向に等間隔を隔てた複数箇所（この実施形態では、4 箇所）に配設された間隔保持部材 20 を介して、ロータ 5 の前面の取付部 5 a に取り付けられる。

## 【 0 0 4 5 】

図 5 及び図 7（c）に示すように、仕切板 15 を複数箇所夫々で間隔保持部材 20 を介してロータ 5 に取り付け際には、攪拌羽根 21 が、ケーシング 1 の後壁部 3 側に向く姿勢で仕切板 15 に一体的に組み付けられ、ロータ 5 が回転駆動されると、4 枚の攪拌羽根 21 がロータ 5 と一体的に回転するように構成されている。

## 【 0 0 4 6 】

図 4 及び図 6 に示すように、この実施形態では、円筒状の第 2 の供給部 17 が、ケーシング 1 と同心状で、そのケーシング 1 の前壁部 2 の中心部に設けられている。この第 2 の供給部 17 には、循環流路 16 の内径よりも小径で、仕切板 15 の筒状摺接部 15 a よりも小径となり流路面積が小さな絞り部 14 a が形成されている。ロータ 5 の回転翼 6 が回転することにより、吐出部 12 を介してスラリー F が吐出され、第 2 の供給部 17 の絞り部 14 a を介して未分散スラリー F r が導入されることになるので、分散混合ポンプ Y 内が減圧される。

## 【 0 0 4 7 】

図 4 ~ 図 6 に示すように、第 1 の供給部 11 は、そのケーシング 1 内に開口する開口部（入口部）が、環状溝 10 における周方向の一部を内部に含む状態で、ケーシング 1 内に対する第 2 の供給部 17 の開口部の横側方に位置するように、前壁部 2 に設けられている。また、第 1 の供給部 11 は、平面視（図 1 及び図 4 の上下方向視）において軸心 A 2 がケーシング 1 の軸心 A 3 と平行となり、かつ、ケーシング 1 の軸心 A 3 に直交する水平方向視（図 1 及び図 4 の紙面表裏方向視）において、軸心 A 2 がケーシング 1 の前壁部 2 に近づくほどケーシング 1 の軸心 A 3 に近づく下向きの傾斜姿勢で、ケーシング 1 の前壁部 2 に設けられている。ちなみに、第 1 の供給部 11 の水平方向（図 1 及び図 4 の左右方向）に対する下向きの傾斜角度は、上述したように 45 度程度である。

## 【 0 0 4 8 】

図 4 及び図 6 に示すように、ステータ 7 は、ケーシング 1 の前壁部 2 の内面（ロータ 5



に対向する面)に取り付けられて、ケーシング 1 の前壁部 2 とステータ 7 とが一体となるように固定されている。ステータ 7 において、第 1 の導入室 1 3 に臨む部分に配設された複数の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a は、概略円形状に形成され、第 1 の導入室 1 3 の流路面積よりも複数の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a の合計流路面積が小さくなるように設定されており、また、第 2 の導入室 1 4 に臨む部分に配設された複数の第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b は、概略楕円形状に形成され、第 2 の導入室 1 4 の流路面積よりも複数の第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b の合計流路面積が小さくなるように設定されている。ロータ 5 の回転翼 6 が回転することにより、吐出部 1 2 を介してスラリー F が吐出され、第 1 の導入室 1 3 室側の透孔 7 a を介して予備混合物 F p が供給されるとともに、第 2 の供給部 1 7 を介して未分散スラリー F r が導入されることになるので、分散混合ポンプ Y 内が減圧される。

#### 【0049】

図 6 及び図 7 に示すように、この実施形態では、各掻出翼 9 が棒状に形成され、ロータ 5 の径方向視(図 7 (b)の紙面表裏方向視)で、当該棒状の掻出翼 9 の先端側ほど前壁部 2 側に位置し、かつ、ロータ 5 の軸心方向視(図 7 (a)の紙面表裏方向視)で、当該棒状の掻出翼 9 の先端側ほどロータ 5 の径方向内方側に位置する傾斜姿勢で、当該棒状の掻出翼 9 の基端部 9 B がロータ 5 と一体回転するように固定され、ロータ 5 が、その軸心方向視(図 7 (a)の紙面表裏方向視)において掻出翼 9 の先端が前側となる向き(図 4 ~ 図 7 において矢印にて示す向き)に回転駆動される。

#### 【0050】

図 5 ~ 図 7 に基づいて、掻出翼 9 について説明する。

掻出翼 9 は、仕切板 1 5 に固定される基端部 9 B、第 1 の導入室 1 3 に露呈する状態となる中間部 9 M、環状溝 1 0 に嵌め込まれる(すなわち、進入する)状態となる先端部 9 T を基端から先端に向けて一連に備えた棒状に構成されている。

#### 【0051】

図 5、図 6 及び図 7 (b) に示すように、掻出翼 9 の基端部 9 B は、概ね矩形板状に構成されている。

図 5、図 6、図 7 (a) 及び (b) に示すように、掻出翼 9 の中間部 9 M は、横断面形状が概ね三角形になる概ね三角柱状に構成されている(特に、図 5 参照)。そして、掻出翼 9 が上述の如き傾斜姿勢で設けられることにより、三角柱状の中間部 9 M の三側面のうちのロータ 5 の回転方向前側を向く一側面 9 m (以下、「放散面」と記載する場合がある。)は、ロータ 5 の回転方向前側に向けて傾斜する前下がり状で、しかも、ロータ 5 の径方向に対して径方向外方側に向く(以下、「斜め外向き」と記載する場合がある。)ように構成されている(特に、図 6、図 7 参照)。

#### 【0052】

つまり、棒状の掻出翼 9 が、上述の如き傾斜姿勢で設けられることにより、掻出翼 9 のうち第 1 の導入室 1 3 に露呈する中間部 9 M が環状溝 1 0 に嵌め込まれる先端部 9 T よりもロータ 5 の径方向外方に位置し、しかも、その中間部 9 M の回転方向前側を向く放散面 9 m が、ロータ 5 の回転方向前側に向けて傾斜する前下がり状で、しかも、ロータ 5 の径方向に対して斜め外向きに傾斜している。これにより、掻出翼 9 の先端部 9 T により環状溝 1 0 から掻き出された予備混合物 F p は、掻出翼 9 の中間部 9 M の放散面 9 m により、第 1 の導入室 1 3 内においてロータ 5 の径方向外方側に向けて流動するように案内される。

#### 【0053】

図 6、図 7 (a) 及び (b) に示すように、掻出翼 9 の先端部 9 T は、横断面形状が概ね矩形状になる概ね四角柱状であり、ロータ 5 の軸心方向視(図 7 (a)の紙面表裏方向視)において、四側面のうちのロータ 5 の径方向外方側に向く外向き側面 9 o が環状溝 1 0 の内面における径方向内方側を向く内向き内面に沿い、かつ、四側面のうちのロータ 5 の径方向内方側に内向き側面 9 i が環状溝 1 0 の内面における径方向外方側を向く外向き内面に沿う状態となる弧状に構成されている。

また、四角柱状の先端部 9 T の四側面のうちの、ロータ 5 の回転方向前側を向く掻き出し面 9 f は、ロータ 5 の回転方向前側に向けて傾斜する前下がり状で、しかも、ロータ 5 の径方向に対して径方向外方側に向く（以下、「斜め外向き」と記載する場合がある。）になるように構成されている。

これにより、掻出翼 9 の先端部 9 T により環状溝 10 から掻き出された予備混合物 F p は、掻出翼 9 の先端部 9 T の掻き出し面 9 f により、ロータ 5 の径方向外方側に向けて第 1 の導入室 13 内に放出されることになる。

さらに、掻出翼 9 の先端部 9 T の先端面 9 t は、その先端部 9 T が環状溝 10 に嵌め込まれた状態で環状溝 10 の底面と平行になるように構成されている。

#### 【0054】

また、ロータ 5 が、その軸心方向視（図 7（a）の紙面表裏方向視）において掻出翼 9 の先端が前側となる向きに回転駆動されると、掻出翼 9 の基端部 9 B、中間部 9 M、先端部 9 T それぞれに、回転方向の後側となる面（背面）9 a が形成される。この背面 9 a には、掻出翼 9 が回転することにより、いわゆる局所沸騰（キャビテーション）が発生するように構成されている。

#### 【0055】

上述のような形状に構成された 4 個の掻出翼 9 が、上述の如き傾斜姿勢で、中心角で 90 度ずつ間隔を隔てて周方向に並べた形態で、夫々、基端部 9 B を仕切板 15 の環状平板部 15 c に固定して設けられている。

#### 【0056】

図 4 に示すように、掻出翼 9 が設けられた仕切板 15 が、間隔保持部材 20 によりロータ 5 の前面と間隔を隔てた状態でロータ 5 の前面の取付部 5 a に取り付けられ、このロータ 5 が、仕切板 15 の筒状摺接部 15 a が第 2 の供給部 17 に摺接回転可能に嵌め込まれた状態でケーシング 1 内に配設される。

これにより、ロータ 5 の膨出状の前面と仕切板 15 の後面との間に、ケーシング 1 の前壁部 2 側ほど小径となる先細り状の第 2 の導入室 14 が形成され、第 2 の供給部 17 が仕切板 15 の筒状摺接部 15 a を介して第 2 の導入室 14 に連通するように構成されている。

また、ケーシング 1 の前壁部 2 と仕切板 15 の前面との間に、第 1 の供給部 11 に連通する環状の第 1 の導入室 13 が形成される。

#### 【0057】

そして、ロータ 5 が回転駆動されると、筒状摺接部 15 a が第 2 の供給部 17 に摺接する状態で、仕切板 15 がロータ 5 と一体的に回転することになり、ロータ 5 及び仕切板 15 が回転する状態でも、第 2 の供給部 17 が仕切板 15 の筒状摺接部 15 a を介して第 2 の導入室 14 に連通する状態が維持されるように構成されている。

#### 【0058】

##### 〔再循環機構部〕

再循環機構部（分離部の一例）70 は、円筒状容器 71 内において比重によって溶解液を分離するように構成され、図 1 に示すように、分散混合ポンプ Y の吐出部 12 から吐出路 18 を通して供給されるスラリー F から、完全に分散、混合していない粉体 P を含む可能性がある状態の未分散スラリー F r を循環流路 16 に、粉体 P が略完全に分散、混合した状態のスラリー F を、スラリー F に含まれる気泡と共に、排出路 22 にそれぞれ分離するように構成されている。吐出路 18 及び循環流路 16 は、夫々、円筒状容器 71 の下部に接続され、排出路 22 は、円筒状容器 71 の上部に形成された排出部 73 から貯留混合タンク 51 に接続される。

ここで、再循環機構部 70 は、図 8 に示すように、吐出路 18 が接続される導入パイプ 72 を円筒状容器 71 の底面から内部に突出して配設し、円筒状容器 71 の上部に排出路 22 に接続される排出部 73 を備えとともに、下部に循環流路 16 に接続される循環部 74 を備え、導入パイプ 72 の吐出上端に、導入パイプ 72 から吐出されるスラリー F の流れを旋回させる捻り板 75 を配設して構成されている。これにより、スラリー F 内から

溶媒 R の気泡を分離して、循環流路 1 6 に循環供給される未分散スラリー F r から溶媒 R の気泡を分離した状態で第 2 の導入室 1 4 内に供給することができる。

【 0 0 5 9 】

〔制御部〕

分散混合システム 1 0 0 に備えられる制御部は、図示しないが、C P U や記憶部等を備えた公知の演算処理装置からなり、分散混合システム 1 0 0 を構成する定量供給装置 X 、分散混合ポンプ Y 、溶媒供給部 5 0 等の各機器の運転を制御可能に構成されている。

特に、制御部は、回転翼 6 の周速度（ロータ 5 の回転数）を制御可能に構成され、第 1 の導入室 1 3 及び第 2 の導入室 1 4 内の圧力が所定の負圧状態となるように、回転翼 6 の周速度（ロータ 5 の回転数）を設定し、当該設定された周速度（ロータ 5 の回転数）で回転翼 6 を回転することで、少なくとも、ステータ 7 の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a 及び第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b を通過した直後の翼室 8 内の領域を、翼室 8 内の全周に亘って連続して、溶媒 R の微細気泡（マイクロバブル）が多数発生した微細気泡領域として形成させることができるように構成されている。

【 0 0 6 0 】

ここで、第 1 の導入室 1 3 及び第 2 の導入室 1 4 内の圧力（本実施形態においては、第 1 の導入室 1 3 内の圧力（ここで、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 とは、シャッターバルブ 4 6 を閉じた状態ではほぼ同圧となる。））を測定するための圧力計 8 0 を設けるようにしている。

【 0 0 6 1 】

〔撥液性材料によるコーティング〕

ところで、この分散混合システム 1 0 0 においては、分散混合ポンプ Y の液体が接する表面の全部又はそのうちの少なくとも一部分、例えば、分散混合ポンプ Y の回転駆動される部分、さらには、分散混合ポンプ Y から吐出された液体を、分散混合ポンプ Y に循環させる循環流路 1 6 に備えた部材の液体が接する表面の全部又はそのうちの少なくとも一部分を、撥液性材料でコーティング処理をするようにしている。

【 0 0 6 2 】

この場合、撥液性材料としては、フッ素系樹脂、特に、変性フッ素樹脂を好適に用いることができる。

【 0 0 6 3 】

撥液性材料、例えば、変性フッ素樹脂をコーティング処理をすることによる作用効果を、図 9 の写真に示す。

図 9 の写真は、S U S 3 0 4 に変性フッ素樹脂をコーティング処理をしたものと、S U S 3 0 4 のままのものとで、スラリーの攪拌槽からの排出状況を比較した実験結果を示すもので、S U S 3 0 4 に変性フッ素樹脂をコーティング処理をすることにより、S U S 3 0 4 のままのものと比較して、残量が少なくなる（0 になる）とともに、排出時間が短縮できることを確認した。

【 0 0 6 4 】

また、図 1 0 の写真及び表 1 は、S U S の表面処理（P T F E（四フッ化エチレン樹脂）、P F A（テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体）、変性フッ素樹脂、E T F E（テトラフルオロエチレン・エチレン共重合体）及び S U S（表面処理なし）並びに比較例（P P（ポリプロピレン）、P E（ポリエチレン）、ガラス））による、各種スラリー（アクリル系バインダ（H C 負極用）（水系）、C M C - S B R（カルボキシメチルセルロース - スチレンブタジエンコポリマ）バインダ（S i O - H C 負極用）（水系）、アクリル系バインダ（L T O 負極用）（水系）、P V d F（ポリフッ化ビニリデン）バインダ（S i O - H C 負極用）（溶媒系））の撥水・撥油性を比較した実験結果を示したものである。

ここで、表 1 の付着性（撥水・撥油性）の評価は、スラリー毎の粘度の違いによる影響を排除するために、図 1 0 の写真における、（ 1 ）スタート位置からの液（スラリー）の流れた長さ、（ 2 ）スタート位置から最上位の液滴の跡までの距離、（ 3 ）液跡の濡れて

いる幅の３項目を相対的に評価することにより行った。

【 0 0 6 5 】

【 表 1 】

表面材料 スラリー	P T F E	P F A	変性 フッ 素	E T F E	S U S	P P	P E	ガ ラ ス
アクリル系バインダ (HC負極用)	○	◎	◎	△	○	○	×	×
CMC-SBR (SiO-HC負極用)	△	○	◎	△	×	△	△	×
アクリル系バインダ (セパレータ用)	△	△	○	△	×	△	△	×
アクリル系バインダ (LTO負極用)	△	△	△	△	×	△	△	×
PVdF (SiO-HC負極用)	△	△	○	△	×	×	×	×

付着性(撥水・撥油性)の評価 ◎:付着性極小(優)

○:付着性小(良)

△:付着性中(可)

×:付着性大(不可)

【 0 0 6 6 】

図 1 0 の写真及び表 1 に示す実験結果から、以下のことが確認できた。

( 1 ) S U S 材に変性フッ素樹脂をコーティング処理を行ったものは、スラリーが付着しにくく、洗浄も容易である。

( 2 ) 泡を多量に含んだスラリーでは、有意差は認められない。

( 3 ) S U S 材は、スラリーの種類によっては付着しやすいものがある。

【 0 0 6 7 】

次に、表 2 に示す C M C 溶液の作成条件で、S U S 3 0 4 に変性フッ素樹脂をコーティング処理をしたもの(コーティング処理をした箇所:掻出翼 9、仕切板 1 5、貯留混合タンク 5 1 及び円筒状容器(分離部) 7 1 のスラリー(液体)が接する表面)(テスト 1 (実施例))と、S U S 3 0 4 のままのもの(テスト 2 (比較例))とで、分散混合システム 1 0 0 を構成して、C M C 溶液の作成を行った実験結果を表 3 に示す。

表 3 において、減圧度(M P a)は、圧力計 8 0 により測定した第 1 の導入室 1 3 内の圧力(ここで、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 とは、シャッターバルブ 4 6 を閉じた状態ではほぼ同圧となる。)の測定値である。

【 0 0 6 8 】

【表 2】

## ・ 1. 5%CMC溶液の作成条件

ポンプ駆動モータM3の回転数	4 8 0 0 r p m
ポンプ駆動モータM3の回転制御周波数	3 0 H z
貯留混合タンクの攪拌機構駆動モータの回転制御周波数	6 H z
分散混合ポンプを冷却するための冷却水	5℃ 1 4 0 0 L/h
CMC（高粘度品）	4 6 g
水	3 0 0 0 g
循環時間	4 分

【 0 0 6 9 】

【表 3】

表面処理	テスト 1	テスト 2
	変性フッ素樹脂	S U S 3 0 4
減圧度 (M P a)	- 0 . 0 9 0	- 0 . 0 6 2
ポンプ駆動モータM3の電流値 (A)	7 . 6 9	7 . 6 1
貯留混合タンクの攪拌機構駆動モータの電流値 (A)	0 . 9 0	0 . 9 2
CMC溶液の温度 (℃)	1 6 . 9	1 8 . 0
CMC溶液の回収量 (g)	2 9 0 0	2 7 8 5
CMC溶液の回収率 (%)	9 5 . 2	9 1 . 4

【 0 0 7 0 】

表 3 に示す実験結果から、S U S 3 0 4 に変性フッ素樹脂をコーティング処理をしたもの（コーティング処理をした箇所：掻出翼 9、仕切板 1 5 並びに貯留混合タンク 5 1 及び円筒状容器（分離部）7 1 のスラリー（液体）が接する表面）は、S U S 3 0 4 のままのものと比較して、以下の作用効果を奏することが確認できた。

（１）液体に剪断力を生じさせる分散混合システムにおいて、液体が接する装置の内部表面を、撥液性材料でコーティング処理をすることは、液体に付与する剪断力が弱まり、効率的な分散混合ができなくなるため行われていなかったが、この分散混合ポンプ Y を備えた分散混合システム 1 0 0 においては、撥液性材料でコーティング処理をすることによって、液体の流動抵抗が低減し、第 1 の導入室 1 3 内（ここで、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 とは、シャッターバルブ 4 6 を閉じた状態ではほぼ同圧となる。）の減圧度（M P a）が高まることによって、負圧状態で発生する局所沸騰（キャビテーション）の発生

を促すことができ、より効率的な分散混合ができる。すなわち、負圧状態で掻出翼 9 の背面 9 a に発生する局所沸騰（キャビテーション）による気泡（キャビティ）が、ステータ 7 の第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b を通過した直後に、翼室 8 内において高速回転する回転翼 6 によってさらに微細な気泡に粉碎されることによって、スラリー F は泡状となり、凝集状態の粉体 P は、解され、分散が促進される。

（２）液体の流動抵抗が低減し、低回転数で分散混合ができるため、消費電力を低減することができるとともに、液体の発熱を抑えることができ、熱履歴のない高品質のスラリーを製造することができる。

（３）撥液性によりスラリーの回収率を向上することができる。

（４）撥液性材料に、フッ素系樹脂、その中でも、変性フッ素樹脂を用いることにより、表面硬度が高まるため摩耗が少なく、コンタミネーションを防止することができ、特に、変性フッ素樹脂の構成材料であるポリイミド樹脂は、次世代電池の負極の構成材料であるため、コンタミネーションの問題が生じないようにすることができる。

#### 【 0 0 7 1 】

〔分散混合システムの動作〕

次に、この分散混合システム 1 0 0 の動作について説明する。

まず、定量供給装置 X を停止し、シャッタバルブ 4 6 を閉止して粉体排出管 4 5 を介する粉体 P の吸引を停止した状態で、溶媒供給部 5 0 の貯留混合タンク 5 1 から溶媒 R のみを供給しながらロータ 5 を回転させ、分散混合ポンプ Y の運転を開始する。所定の運転時間が経過して、分散混合ポンプ Y 内が、負圧状態となると、シャッタバルブ 4 6 を開放する。これによって、定量供給装置 X の膨張室 4 7 を負圧状態とし、導入部 4 1 の内部及びホッパ 3 1 の下部開口部 3 1 b 近傍を当該負圧状態と大気圧状態との間の圧力状態にする。

#### 【 0 0 7 2 】

そして、定量供給装置 X を作動させ、ホッパ 3 1 内に貯留された粉体 P を、撹拌羽根 3 2 A の撹拌作用及び分散混合ポンプ Y の負圧吸引力により、ホッパ 3 1 の下部開口部 3 1 b から定量供給部 4 0 の膨張室 4 7 を介してミキシング機構 6 0 のミキシング部材 6 1 に所定量ずつ連続的に定量供給する。並行して、溶媒供給部 5 0 の送出ポンプ 5 2 P を作動させ、分散混合ポンプ Y の負圧吸引力により、溶媒 R をミキシング機構 6 0 のミキシング部材 6 1 に所定量ずつ連続的に定量供給する。

ミキシング機構 6 0 のミキシング部材 6 1 からは、粉体 P がミキシング部材 6 1 の筒状部 6 2 を通して第 1 の供給部 1 1 に供給されるとともに、溶媒 R が、環状のスリット 6 3 を通して切れ目のない中空円筒状の渦流の状態で第 1 の供給部 1 1 に供給され、第 1 の供給部 1 1 により、粉体 P と溶媒 R とが予備混合され、その予備混合物 F p が環状溝 1 0 に導入される。

#### 【 0 0 7 3 】

ロータ 5 が回転駆動されて、そのロータ 5 と一体的に仕切板 1 5 が回転すると、その仕切板 1 5 に同心状に設けられた掻出翼 9 が、環状溝 1 0 に先端部 9 T が嵌め込まれた状態で周回する。

これにより、図 4 及び図 5 において実線矢印にて示すように、第 1 の供給部 1 1 を流動して環状溝 1 0 に導入された予備混合物 F p は、環状溝 1 0 に嵌め込まれて周回する掻出翼 9 の先端部 9 T により掻き出され、その掻き出された予備混合物 F p は、概略的には、第 1 の導入室 1 3 内を仕切板 1 5 における漏斗状部 1 5 b の前面と環状平板部 1 5 c の前面とに沿いながらロータ 5 の回転方向に流動し、さらに、ステータ 7 の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a を通過して翼室 8 に流入し、その翼室 8 内をロータ 5 の回転方向に流動して、吐出部 1 2 から吐出される。

#### 【 0 0 7 4 】

環状溝 1 0 に導入された予備混合物 F p は、掻出翼 9 の先端部 9 T により掻き出されるときに、剪断作用を受ける。この場合、掻出翼 9 の先端部 9 T の外向き側面 9 o と内側の環状溝 1 0 の内向き内面との間、及び、掻出翼 9 の先端部 9 T の内向き側面 9 i と内側の

環状溝 10 の外向き内面との間において剪断作用が働く。同時に、掻出翼 9 の回転方向背面側の背面 9 a においては、掻出翼 9 が回転することにより、いわゆる局所沸騰（キャビテーション）が発生する。また、ステータ 7 の第 1 の導入室 13 側の透孔 7 a を通過する際に、剪断作用が働く。

つまり、第 1 の導入室 13 内の予備混合物 F p に剪断力を作用させるとともに、局所沸騰を発生させることができるので、掻き出される予備混合物 F p は、掻出翼 9 及び第 1 の導入室 13 側の透孔 7 a から剪断作用を受けて混合されるとともに、掻出翼 9 の背面 9 a に発生する局所沸騰（キャビテーション）により、溶媒 R に対する粉体 P の分散がより良好に行われることとなる。よって、このような予備混合物 F p を供給することができ、翼室 8 内において溶媒 R に対する粉体 P の良好な分散を期待することができる。

【0075】

吐出部 12 から吐出されたスラリー F は、吐出路 18 を通して再循環機構部 70 に供給され、再循環機構部 70 において、完全に分散、混合していない粉体 P を含む状態の未分散スラリー F r と、粉体 P が略完全に分散、混合した状態のスラリー F とに分離されるとともに、溶媒 R の気泡が分離されて、未分散スラリー F r は、ポンプ駆動モータ M 4 により回転駆動される循環ポンプ 16 P を介在させた循環流路 16 を介して、再び分散混合ポンプ Y の第 2 の供給部 17 に供給され、スラリー F は排出路 22 を通して貯留混合タンク 51 に供給される。

【0076】

未分散スラリー F r は、第 2 の供給部 17 の絞り部 14 a を介して流量が制限された状態で第 2 の導入室 14 内に導入される。その第 2 の導入室 14 内においては、回転する複数の攪拌羽根 21 により剪断作用を受けて、さらに細かく解砕され、さらに、第 2 の導入室 14 側の透孔 7 b の通過の際にも剪断作用を受けて解砕される。この際には、第 2 の導入室 14 側の透孔 7 b を介して流量が制限された状態で翼室 8 に導入される。そして、翼室 8 内において、高速で回転する回転翼 6 により剪断作用を受けて解砕され、粉体 P の凝集物（ダマ）がさらに少なくなったスラリー F が第 1 の導入室 13 からのスラリー F と混合されて吐出部 12 から吐出される。

【0077】

ここで、制御部は、回転翼 6 の周速度（ロータ 5 の回転数）を制御可能に構成され、第 1 の導入室 13 及び第 2 の導入室 14 内の圧力が所定の負圧状態となるように、回転翼 6 の周速度（ロータ 5 の回転数）を設定し、当該設定された周速度（ロータ 5 の回転数）で回転翼 6 を回転することで、少なくとも、ステータ 7 の第 1 の導入室 13 側の透孔 7 a 及び第 2 の導入室 14 側の透孔 7 b を通過した直後の翼室 8 内の領域を、翼室 8 内の全周に亘って連続して、溶媒 R の微細気泡（マイクロバブル）が多数発生した微細気泡領域として形成させることができる。

これによって、翼室 8 内の全周に亘って、粉体 P の凝集物（いわゆるダマ）に浸透した溶媒 R が発泡することで当該凝集物の解砕が促進され、さらに、その発生した微細気泡が翼室 8 において加圧され消滅する際の衝撃力によりさらに粉体 P の分散が促進されることになり、結果、翼室 8 内の全周に存在するスラリー F のほぼ全体に亘って、溶媒 R 中での粉体 P の分散が良好な高品質のスラリー F を生成することができる。

【0078】

そして、定量供給装置 X のホッパ 31 からの所定量の粉体 P の供給が終わると、定量供給装置 X を停止し、粉体排出管 45 に配設されたシャッターバルブ 46 を閉止して粉体排出管 45 を介する粉体 P の吸引を停止させる。

これにより、粉体 P の非供給時に、シャッターバルブ 46 より上流側の粉体排出管 45 の内部が湿潤して、閉塞することを防止することができ、併せて、分散混合ポンプ Y の第 1 の供給部 11 から空気が吸引されることを防止することができる。

【0079】

この状態で分散混合ポンプ Y の運転を所定時間継続する。

このとき、溶媒供給部 50 の貯留混合タンク 51 からは、溶媒 R と置き換わったスラリー

ー F が供給される。

そして、この粉体 P の非供給時においては、第 1 の供給部 1 1 から空気が吸引されることがないため、分散混合ポンプ Y 内、すなわち、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 の真空度が高まるため（ここで、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 とは、シャッターバルブ 4 6 を閉じた状態ではほぼ同圧となる。）、設定された周速度（ロータ 5 の回転数）で回転翼 6 を回転することで、少なくとも、ステータ 7 の第 1 の導入室 1 3 側の透孔 7 a 及び第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b を通過した直後の翼室 8 内の領域を、翼室 8 内の全周に亘って連続して、溶媒 R の微細気泡（マイクロバブル）が多数発生した微細気泡領域として形成させることができる。

これによって、翼室 8 内の全周に亘って、粉体 P の凝集物（いわゆるダマ）に浸透した溶媒 R が発泡することで当該凝集物の解砕が促進され、さらに、その発生した微細気泡が翼室 8 において加圧され消滅する際の衝撃力によりさらに粉体 P の分散が促進されることになり、結果、翼室 8 内の全周に存在するスラリー F のほぼ全体に亘って、より確実に、溶媒 R 中での粉体 P の分散が良好な高品質のスラリー F を生成することができる。

生成された高品質のスラリー F は、貯留混合タンク 5 1 に貯留される。

#### 【 0 0 8 0 】

その後、分散混合ポンプ Y の運転を停止する。

貯留混合タンク 5 1 に貯留されている生成された高品質のスラリー F は、スラリー F の排出路 5 3 を介して、後続の工程に供給される。

#### 【 0 0 8 1 】

〔カーボンを含有したスラリーの製造〕

次に、この分散混合ポンプ Y を備えた分散混合システム 1 0 0 を用いたカーボンを含有したスラリーの製造方法について説明する。

このカーボン含有スラリーの製造方法は、カーボンを固形分として含有する液体、具体的には、粉体 P（固形分）として、非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるスラリー材料である、アルカリ金属イオンを吸蔵、放出する材料（例えば、 $\text{LiFePO}_4$ ）、カーボン（例えば、カーボンブラックや繊維状炭素粉末を含み、該繊維状炭素粉末のアスペクト比が  $10 \sim 1000$ 、平均繊維径が  $1 \sim 500 \text{ nm}$  であるカーボン（カーボンナノチューブ））及び水系バインダ（例えば、CMC（カルボキシルメチルセルロース））を用い、溶媒 R として水を用い、当該液体に剪断力を付与することによって、固形分の分散、混合を行う工程を備えるカーボン含有スラリーの製造方法であって、前記剪断力を、 $-0.025 \sim -0.10 \text{ MPa}$  の範囲の負圧状態で付与することの特徴とするものである。

#### 【 0 0 8 2 】

ここで、前記負圧状態は、圧力計 8 0 により測定した第 1 の導入室 1 3 及び第 2 の導入室 1 4 内の圧力（本実施形態においては、第 1 の導入室 1 3 内の圧力（ここで、第 1 の導入室 1 3 と第 2 の導入室 1 4 とは、シャッターバルブ 4 6 を閉じた状態ではほぼ同圧となる。）。）をいう。

すなわち、本実施例においては、定量供給装置 X を停止し、粉体排出管 4 5 に配設されたシャッターバルブ 4 6 を閉止して粉体排出管 4 5 を介する粉体 P の吸引を停止した状態で分散混合ポンプ Y を運転しているとき（粉体 P の非供給時）に、第 1 の導入室 1 3 及び第 2 の導入室 1 4 内の圧力が、 $-0.01 \sim -0.10 \text{ MPa}$ 、好ましくは、 $-0.03 \sim -0.09 \text{ MPa}$ 、より好ましくは、 $-0.04 \sim -0.08 \text{ MPa}$  の範囲の負圧状態となるように、分散混合ポンプ Y の回転翼 6 の周速度（ロータ 5 の回転数）を、 $6 \sim 80 \text{ m/s}$ 、好ましくは、 $15 \sim 50 \text{ m/s}$  に設定するようにする。

#### 【 0 0 8 3 】

これによって、翼室 8 内の全周に亘って、粉体 P の凝集物（いわゆるダマ）に浸透した溶媒 R が発泡することで当該凝集物の解砕が促進され、さらに、その発生した微細気泡が翼室 8 において加圧され消滅する際の衝撃力によりさらに粉体 P の分散が促進されることになり、結果、翼室 8 内の全周に存在するスラリー F のほぼ全体に亘って、より確実に、



溶媒 R 中での粉体 P の分散が良好な高品質のスラリー F を生成することができる。

すなわち、負圧状態で掻出翼 9 の背面 9 a に発生する局所沸騰（キャビテーション）による気泡（キャビティ）が、ステータ 7 の第 2 の導入室 1 4 側の透孔 7 b を通過した直後に、翼室 8 内において高速回転する回転翼 6 によってさらに微細な気泡に粉碎されることによって、スラリー F は泡状となり、凝集状態の粉体 P（繊維状炭素粉末）は、解され、分散が促進される。

そして、泡状のスラリー F は、このように、翼室 8 内において高速で回転する回転翼 6 により剪断作用を受けて解砕されながら、遠心力によって翼室 8 の外周部へ移動し、吐出部 1 2 から吐出されるが、この間に、泡状のスラリー F が液状に戻る際に生じる衝撃によって、スラリー F に含まれる凝集状態の粉体 P（繊維状炭素粉末）は、さらに分散が促進され、粉体 P（繊維状炭素粉末）が 1 次粒子になるまで分散された高品質のスラリー F を生成することができる。

【0084】

このようにしてカーボンを含有したスラリーを得ることができるが、このスラリーは、非水電解質二次電池用電極の製造に用いることができる。

【0085】

以上、本発明の分散混合システムについて、その実施の形態に基づいて説明したが、本発明は上記実施の形態の記載に限定されるものではなく、その趣旨を逸脱しない範囲において適宜その構成を変更することができるものである。

【産業上の利用可能性】

【0086】

本発明の分散混合システムは、カーボン等の分散性や溶解性が悪い物質を含有する場合でも、均質なスラリーを、短時間で得ることができ、また、固形分が分散、混合した状態を長時間維持することができ、さらに、スラリーへの気泡の混入、残留を少なくできることから、非水電解質二次電池用電極の製造に用いられるスラリーの製造を始めとする各種スラリーの製造の用途に好適に用いることができる。

【符号の説明】

【0087】

- 1 ケーシング
- 5 ロータ
- 6 回転翼
- 6 a 背面部
- 7 ステータ
- 7 a 絞り流路（透孔）
- 7 b 絞り流路（透孔）
- 8 翼室（排出室）
- 9 掻出翼
- 10 環状溝
- 11 第 1 の供給部
- 12 吐出部
- 13 第 1 の導入室
- 14 第 2 の導入室
- 14 a 絞り部
- 15 仕切板
- 16 循環流路
- 16 P 循環ポンプ
- 17 第 2 の供給部
- 22 排出路
- 50 溶媒供給部
- 51 貯留混合タンク

5 2 供給管  
5 2 P 送出ポンプ  
6 0 ミキシング機構（供給機構部）  
7 0 再循環機構部  
7 1 円筒状容器（分離部）  
8 0 圧力計  
1 0 0 分散混合システム  
Y 分散混合ポンプ  
F スラリー  
F p 予備混合物  
F r 未分散スラリー  
P 粉体（固形分）  
R 溶媒（液相分散媒）  
G 空気（気体）

【手続補正 2】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ケーシングの内部に回転翼を備えたロータを回転駆動することにより、液体にキャビテーションを生じさせることによって、固形分の分散、混合を行う工程を備えるスラリーの製造に用いる分散混合ポンプを備えた分散混合システムであって、前記分散混合ポンプの液体が接する表面のうちの少なくとも一部分を、撥液性材料でコーティング処理をするようにしたことを特徴とする分散混合システム。

【請求項 2】

前記分散混合ポンプの回転駆動される部分を、前記撥液性材料でコーティング処理をするようにしたことを特徴とする請求項 1 に記載の分散混合システム。

【請求項 3】

前記分散混合ポンプの回転駆動される部分が、前記分散混合ポンプの回転翼であることを特徴とする請求項 2 に記載の分散混合システム。

【請求項 4】

前記分散混合ポンプから吐出された液体を、前記分散混合ポンプに循環させる循環流路を備えてなることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 に記載の分散混合システム。

【請求項 5】

前記循環流路に備えた部材の液体が接する表面のうちの少なくとも一部分を、前記撥液性材料でコーティング処理をするようにしてなることを特徴とする請求項 4 に記載の分散混合システム。

【請求項 6】

前記撥液性材料が、フッ素系樹脂からなることを特徴とする請求項 1、2、3、4 又は 5 に記載の分散混合システム。

【請求項 7】

前記撥液性材料が、変性フッ素樹脂からなることを特徴とする請求項 6 に記載の分散混合システム。