(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2021年7月1日(01.07.2021)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
**WO 2021/131124 A1**

(51) 国際特許分類:
*H01M 4/04* (2006.01) *H01G 11/86* (2013.01)
*H01G 11/06* (2013.01) *H01G 13/00* (2013.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2020/028310

(22) 国際出願日： 2020年7月21日(21.07.2020)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2019-237214 2019年12月26日(26.12.2019) JP

(71) 出願人：ＪＭエナジー株式会社(**JM ENERGY CORPORATION**) [JP/JP]；〒4091501 山梨県北杜市大泉町西井出８５６５ Yamanashi (JP).

(72) 発明者：千葉 隆(**CHIBA, Takashi**)；〒4091501 山梨県北杜市大泉町西井出８５６５ ＪＭエナジー株式会社内 Yamanashi (JP). 青野 慎太郎(**AONO, Shintarou**)；〒4091501 山梨県北杜市大泉町西井出８５６５ ＪＭエナジー株式会社内 Yamanashi (JP).

(74) 代理人：名古屋国際特許業務法人 (**NAGOYA INTERNATIONAL PATENT FIRM**)；〒4600003 愛知県名古屋市中区錦一丁目２０番１９号 名神ビル Aichi (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能)：AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

**(54) Title:** METHOD FOR MANUFACTURING ELECTRODE, METHOD FOR MANUFACTURING POWER STORAGE DEVICE, AND ELECTRODE MANUFACTURING DEVICE

**(54) 発明の名称：** 電極の製造方法、蓄電デバイスの製造方法、及び電極製造装置

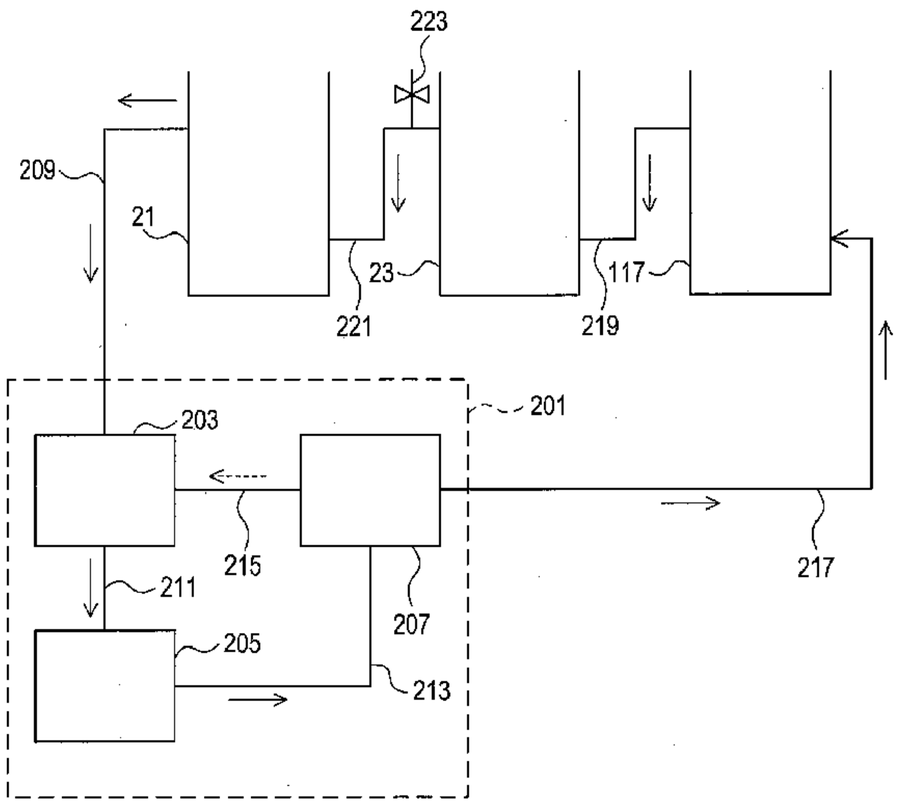



FIG. 4

**(57) Abstract:** According to the present invention, a doped electrode is manufactured by doping an active material included in an electrode with an alkali metal in a dope solution containing a first aprotic solvent and an alkali metal salt. The doped electrode is washed using a cleaning solution that contains a second aprotic solvent having a lower boiling point than the first aprotic solvent. The cleaning solution is controlled so that the content ratio of the first aprotic solvent is 8 vol% or less of the cleaning solution.

(57) 要約：第１の非プロトン性溶剤及びアルカリ金属塩を含むドープ溶液中で、電極に含まれる活物質にアルカリ金属をドープしてドープ電極を製造する。前記ドープ電極を、前記第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い第２の非プロトン性溶剤を含む洗浄液により洗浄する。前記洗浄液において、前記第１の非プロトン性溶剤の含有割合が８体積%以下となるように、前記洗浄液をコントロールする。

［続葉有］

WO 2021/131124 A1

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

# 明　細　書

## 発明の名称 ：

## 電極の製造方法、蓄電デバイスの製造方法、及び電極製造装置

## 関連出願の相互参照

[0001] 本国際出願は、２０１９年１２月２６日に日本国特許庁に出願された日本国特許出願第２０１９－２３７２１４号に基づく優先権を主張するものであり、日本国特許出願第２０１９－２３７２１４号の全内容を本国際出願に参照により援用する。

## 技術分野

[0002] 本開示は、電極の製造方法、蓄電デバイスの製造方法、及び電極製造装置に関する。

## 背景技術

[0003] 近年、電子機器の小型化・軽量化は目覚ましく、それに伴い、当該電子機器の駆動用電源として用いられる電池に対しても小型化・軽量化の要求が一層高まっている。

[0004] このような小型化・軽量化の要求を満足するために、リチウムイオン二次電池に代表される非水電解質二次電池が開発されている。また、高エネルギー密度特性及び高出力特性を必要とする用途に対応する蓄電デバイスとして、リチウムイオンキャパシタが知られている。更に、リチウムより低コストで資源的に豊富なナトリウムを用いたナトリウムイオン型の電池やキャパシタも知られている。

[0005] このような電池やキャパシタにおいては、様々な目的のために、予めアルカリ金属を電極にドープするプロセス（一般にプレドープと呼ばれている）が採用されている。アルカリ金属を電極にプレドープする方法としては様々な方法が知られているが、例えば、特許文献１、２では、切り取られた電極板とアルカリ金属板とを、セパレータを介して電解液中に配置した状態でプレドープを行う、所謂枚葉式の方法が開示されている。一方、特許文献３～

６では、帯状の電極板を電解液中で移送させながらプレドープを行う、所謂連続式の方法が開示されている。

[0006] そして、特許文献７には、プレドープ後の電極を非プロトン性溶剤で洗浄することより、電極の剥がれやくっつきを抑制できることが記載されている。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0007] 特許文献1：特開平９－２９３４９９号公報

特許文献2：特開２０１２－６９８９４号公報

特許文献3：特開平１０－３０８２１２号公報

特許文献4：特開２００８－７７９６３号公報

特許文献5：特開２０１２－４９５４３号公報

特許文献6：特開２０１２－４９５４４号公報

特許文献7：国際公開第２０１７／１４６２２３号パンフレット

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、特許文献７に記載された方法では、大量の電極を処理していくと、プレドープ後の電極を備える蓄電デバイスの重量が増えエネルギー密度が低下したり、内部抵抗が高くなったりする等の不具合が生じることが判明した。

[0009] 本開示の１つの局面では、アルカリ金属をプレドープした電極の量産に適する電極の製造方法、蓄電デバイスの製造方法、及び電極製造装置を提供することが好ましい。

## 課題を解決するための手段

[0010] 本開示の１つの局面は、アルカリ金属がドープされた活物質を含む電極の製造方法であって、第１の非プロトン性溶剤及びアルカリ金属塩を含むドープ溶液中で、電極に含まれる活物質にアルカリ金属をドープしてドープ電極

を製造し、前記ドープ電極を、前記第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い第２の非プロトン性溶剤を含む洗浄液により洗浄し、前記洗浄液において、前記第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下となるように、前記洗浄液をコントロールする、電極の製造方法である。

[0011] 本開示の１つの局面である電極の製造方法により製造したドープ電極を用いれば、エネルギー密度が高く、内部抵抗の低い蓄電デバイスを製造することができる。

[0012] 本開示の別の局面は、アルカリ金属がドープされた活物質を含む帯状の電極を製造する電極製造装置であって、第１の非プロトン性溶剤及びアルカリ金属塩を含むドープ溶液中で、電極に含まれる活物質にアルカリ金属をドープしてドープ電極を製造するように構成されたドープユニットと、前記ドープ電極を、前記第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い第２の非プロトン性溶剤を含む洗浄液により洗浄するように構成された洗浄ユニットと、前記第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下である前記洗浄液を前記洗浄ユニットに供給するように構成された洗浄液供給ユニットと、を備える、電極製造装置である。

[0013] 本開示の別の局面である電極製造装置が製造した電極を用いれば、エネルギー密度が高く、内部抵抗の低い蓄電デバイスを製造することができる。

## 図面の簡単な説明

[0014] [図1]電極製造装置の構成を表す説明図である。

[図2]ドープ槽の構成を表す説明図である。

[図3]対極ユニットの構成を表す説明図である。

[図4]洗浄液供給ユニットの構成を表す説明図である。

[図5]電極の構成を表す平面図である。

[図6]図５におけるVI-VI断面での断面図である。

[図7]電極体の構成を表す分解斜視図である。

[図8]蓄電デバイスの構成を表す分解斜視図である。

## 符号の説明

[0015] １…電極、１Ａ…ドープ電極、１Ｃ…負極、１１…電極製造装置、１５、１７、１９…ドープ槽、２１、２３…洗浄槽、２５、２７、２９、３１、３３、６５、６７、６９、７０、３５、３７、３９、４０、４１、４３、４５、４６、４７、４９、５１、５２、５３、５５、５７、５８、５９、６１、６４、７１、７３、７５、７７、７９、８１、８３、８５、８７、８９、９１、９３…搬送ローラ、５１…対極ユニット、９４、３０３…活物質層未形成部、９６…中央部、１０１…供給ロール、１０３…巻取ロール、１０５…支持台、１０７…循環濾過ユニット、１０９、１１０、１１１、１１２、１１３、１１４…電源、１１７…タブクリーナー、１１９…回収ユニット、１２１…端部センサ、１２３、１３５…仕切り板、１２５、１２７、１４５、１４７…支持棒、１３１…上流槽、１３３…下流槽、１３７、１３９、１４１、１４３…対極ユニット、１４９、１５１…空間、１５３…導電性基材、１５５…アルカリ金属含有板、１５７…多孔質絶縁部材、１６１…フィルタ、１６３…ポンプ、１６５…配管、１９３…集電体、１９５…活物質層、２０１…洗浄液供給ユニット、２０３…バッファタンク、２０５…蒸留ユニット、２０７…タンク、２０９、２１１、２１３、２１５、２１７、２１９、２２１…配管、２２３…空気抜き、３０１…正極、３０５…第２のセパレータ、３０７…封口板、３０９…正極端子、３１１…負極端子、３１３…電極体、３１５…開口、３１７…ケース本体、３１９…ケース、３２１…セル

## 発明を実施するための形態

[0016] 本開示の例示的な実施形態について図面を参照しながら説明する。

＜第１実施形態＞

１．電極製造装置１１の構成

電極製造装置１１の構成を、図１～図３に基づき説明する。図１に示すように、電極製造装置１１は、ドープ槽１５、１７、１９と、洗浄槽２１、２３と、搬送ローラ２５、２７、２９、３１、３３、６５、６７、６９、７０、３５、３７、３９、４０、４１、４３、４５、４６、４７、４９、５１、５２、５３、５５、５７、５８、５９、６１、６４、７１、７３、７５、７

７、７９、８１、８３、８５、８７、８９、９１、９３（以下ではこれらをまとめて搬送ローラ群と呼ぶこともある）と、供給ロール１０１と、巻取ロール１０３と、支持台１０５と、循環濾過ユニット１０７と、６つの電源１０９、１１０、１１１、１１２、１１３、１１４と、タブクリーナー１１７と、回収ユニット１１９と、端部センサ１２１と、を備える。なお、電極製造装置１１は、図１に示す構成に加えて、後に説明する洗浄液供給ユニット２０１をさらに備える。図１では、洗浄液供給ユニット２０１の構成を便宜上省略している。

[0017] ドープ槽１５、１７、１９はドープユニットに対応する。ドープ槽１７の構成を図２に基づき説明する。ドープ槽１７は、上流槽１３１と下流槽１３３とから構成される。上流槽１３１は供給ロール１０１の側（以下では上流側とする）に配置され、下流槽１３３は巻取ロール１０３の側（以下では下流側とする）に配置されている。

[0018] まず、上流槽１３１の構成を説明する。上流槽１３１は上方が開口した角型の槽である。上流槽１３１の底面は、略Ｕ字型の断面形状を有する。上流槽１３１は、仕切り板１３５と、４個の対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と、を備える。

[0019] 仕切り板１３５は、その上端を貫く支持棒１４５により支持されている。支持棒１４５は図示しない壁等に固定されている。仕切り板１３５は上下方向に延び、上流槽１３１の内部を２つの空間に分割している。仕切り板１３５の下端に、搬送ローラ４０が取り付けられている。仕切り板１３５と搬送ローラ４０とは、それらを貫く支持棒１４７により支持されている。なお、仕切り板１３５の下端付近は、搬送ローラ４０と接触しないように切り欠かれている。搬送ローラ４０と、上流槽１３１の底面との間には空間が存在する。

[0020] 対極ユニット１３７は、上流槽１３１のうち、上流側に配置されている。対極ユニット１３９、１４１は、仕切り板１３５を両側から挟むように配置されている。対極ユニット１４３は、上流槽１３１のうち、下流側に配置さ

れている。

[0021] 対極ユニット１３７と対極ユニット１３９との間には空間１４９が存在する。対極ユニット１４１と対極ユニット１４３との間には空間１５１が存在する。対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１０９の一方の極に接続される。対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は同様の構成を有する。ここでは、図３に基づき、対極ユニット１３７、１３９の構成を説明する。

[0022] 対極ユニット１３７、１３９は、導電性基材１５３と、アルカリ金属含有板１５５と、多孔質絶縁部材１５７とを積層した構成を有する。導電性基材１５３の材質として、例えば、銅、ステンレス、ニッケル等が挙げられる。アルカリ金属含有板１５５の形態は特に限定されず、例えば、アルカリ金属板、アルカリ金属の合金板等が挙げられる。アルカリ金属含有板１５５の厚さは、例えば、０．０３～６ｍｍである。

[0023] 多孔質絶縁部材１５７は、板状の形状を有する。多孔質絶縁部材１５７は、アルカリ金属含有板１５５の上に積層されている。多孔質絶縁部材１５７が有する板状の形状とは、多孔質絶縁部材１５７がアルカリ金属含有板１５５の上に積層されている際の形状である。多孔質絶縁部材１５７は、それ自体で一定の形状を保つ部材であってもよいし、例えばネット等のように、容易に変形可能な部材であってもよい。

[0024] 多孔質絶縁部材１５７は多孔質である。そのため、後述するドープ溶液は、多孔質絶縁部材１５７を通過することができる。そのことにより、アルカリ金属含有板１５５は、ドープ溶液に接触することができる。

[0025] 多孔質絶縁部材１５７として、例えば、樹脂製のメッシュ等が挙げられる。樹脂として、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロン、ポリエーテルエーテルケトン、ポリテトラフルオロエチレン等が挙げられる。メッシュの目開きは適宜設定できる。メッシュの目開きは、例えば、０．１μｍ～１０ｍｍであり、０．１～５ｍｍであることが好ましい。メッシュの厚みは適宜設定できる。メッシュの厚みは、例えば、１μｍ～１０ｍｍであり、

３０μｍ～１ｍｍであることが好ましい。メッシュの目開き率は適宜設定できる。メッシュの目開き率は、例えば、５～９８％であり、５～９５％であることが好ましく、５０～９５％であることがさらに好ましい。

[0026] 多孔質絶縁部材１５７は、その全体が絶縁性の材料から成っていてもよいし、その一部に絶縁性の層を備えていてもよい。

[0027] 下流槽１３３は、基本的には上流槽１３１とは同様の構成を有する。ただし、下流槽１３３の内部には、搬送ローラ４０ではなく、搬送ローラ４６が存在する。また、下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１１０の一方の極に接続される。

[0028] ドープ槽１５は、基本的にはドープ槽１７と同様の構成を備える。ただし、ドープ槽１５の内部には、搬送ローラ４０、４６ではなく、搬送ローラ３３、７０が存在する。また、ドープ槽１５の上流槽１３１が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１１３の一方の極に接続される。また、ドープ槽１５の下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１１４の一方の極に接続される。

[0029] ドープ槽１９は、基本的にはドープ槽１７と同様の構成を備える。ただし、ドープ槽１９の内部には、搬送ローラ４０、４６ではなく、搬送ローラ５２、５８が存在する。また、ドープ槽１９の上流槽１３１が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１１１の一方の極に接続される。また、ドープ槽１９の下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３は、電源１１２の一方の極に接続される。

[0030] 洗浄槽２１は、上方が開口した角型の槽である。洗浄槽２１の底面は、略Ｕ字型の断面形状を有する。洗浄槽２１は、仕切り板１２３を備える。仕切り板１２３は、その上端を貫く支持棒１２５により支持されている。支持棒１２５は図示しない壁等に固定されている。仕切り板１２３は上下方向に延び、洗浄槽２１の内部を２つの空間に分割している。

[0031] 仕切り板１２３の下端に、搬送ローラ６４が取り付けられている。仕切り板１２３と搬送ローラ６４とは、それらを貫く支持棒１２７により支持され

ている。なお、仕切り板１２３の下端付近は、搬送ローラ６４と接触しないように切り欠かれている。搬送ローラ６４と、洗浄槽２１の底面との間には空間が存在する。

[0032] 洗浄槽２３は、基本的には洗浄槽２１と同様の構成を有する。ただし、洗浄槽２３の内部には、搬送ローラ３３ではなく、搬送ローラ７５が存在する。洗浄槽２１、２３は洗浄ユニットに対応する。

[0033] 搬送ローラ群のうち、搬送ローラ２９、３１、６７、６９、３７、３９、４３、４５、４９、５１、５５、５７は、導電性の材料から成る。搬送ローラ群のうち、その他の搬送ローラは、軸受部分を除き、エラストマーから成る。搬送ローラ群は、電極１を一定の経路に沿って搬送する。搬送ローラ群が電極１を搬送する経路は、供給ロール１０１から、ドープ槽１５の中、ドープ槽１７の中、ドープ槽１９の中、洗浄槽２１の中、洗浄槽２３の中、タブクリーナー１１７の中を順次通り、巻取ロール１０３に至る経路である。

[0034] その経路のうち、ドープ槽１５の中を通る部分は、以下のとおりである。まず、搬送ローラ２９、３１により下向きに送りだされ、上流槽１３１の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ３３により移動方向を上向きに変えられ、上流槽１３１の空間１５１を上方に移動する。次に、搬送ローラ６５、６７、６９により移動方向を下向きに変えられ、下流槽１３３の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ７０により移動方向を上向きに変えられ、下流槽１３３の空間１５１を上方に移動する。最後に、搬送ローラ３５により移動方向を水平方向に変えられ、ドープ槽１７に向かう。

[0035] また、上記の経路のうち、ドープ槽１７の中を通る部分は以下のとおりである。まず、搬送ローラ３７、３９により移動方向を下向きに変えられ、上流槽１３１の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ４０により移動方向を上向きに変えられ、上流槽１３１の空間１５１を上方に移動する。次に、搬送ローラ４１、４３、４５により移動方向を下向きに変えられ、下流槽１３３の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ４６により移動方向を上向きに変えられ、下流槽１３３の空間１５１を上方に移動する。

最後に、搬送ローラ４７により移動方向を水平方向に変えられ、ドープ槽１９に向かう。

[0036] また、上記の経路のうち、ドープ槽１９の中を通る部分は以下のとおりである。まず、搬送ローラ４９、５１により移動方向を下向きに変えられ、上流槽１３１の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ５２により移動方向を上向きに変えられ、上流槽１３１の空間１５１を上方に移動する。次に、搬送ローラ５３、５５、５７により移動方向を下向きに変えられ、下流槽１３３の空間１４９を下方に移動する。次に、搬送ローラ５８により移動方向を上向きに変えられ、下流槽１３３の空間１５１を上方に移動する。最後に、搬送ローラ５９により移動方向を水平方向に変えられ、洗浄槽２１に向かう。

[0037] また、上記の経路のうち、洗浄槽２１の中を通る部分は、まず、搬送ローラ６１により移動方向を下向きに変えられて下方に移動し、次に、搬送ローラ６４により移動方向を上向きに変えられるという経路である。

[0038] また、上記の経路のうち、洗浄槽２３の中を通る部分は、まず、搬送ローラ７３により移動方向を下向きに変えられて下方に移動し、次に、搬送ローラ７５により移動方向を上向きに変えられるという経路である。

[0039] 供給ロール１０１は、電極１を巻き回している。すなわち、供給ロール１０１は、巻き取られた状態の電極１を保持している。供給ロール１０１に保持されている電極１における活物質には、未だアルカリ金属がドープされていない。

[0040] 搬送ローラ群は、供給ロール１０１に保持された電極１を引き出し、搬送する。巻取ロール１０３は、搬送ローラ群により搬送されてきた電極１を巻き取り、保管する。なお、巻取ロール１０３に保管されている電極１は、ドープ槽１５、１７、１９において、プレドープの処理を受けている。そのため、巻取ロール１０３に保管されている電極１における活物質には、アルカリ金属がドープされている。アルカリ金属がドープされた活物質を含む電極１を、ドープ電極１Ａとする。

[0041] 支持台１０５は、ドープ槽１５、１７、１９、及び洗浄槽２１、２３を下方から支持する。支持台１０５は、その高さを変えることができる。循環濾過ユニット１０７は、ドープ槽１５、１７、１９にそれぞれ設けられている。循環濾過ユニット１０７は、フィルタ１６１と、ポンプ１６３と、配管１６５と、を備える。

[0042] ドープ槽１７に設けられた循環濾過ユニット１０７において、配管１６５は、ドープ槽１７から出て、ポンプ１６３、及びフィルタ１６１を順次通り、ドープ槽１７に戻る循環配管である。ドープ槽１７内ドープ溶液は、ポンプ１６３の駆動力により、配管１６５、及びフィルタ１６１内を循環し、再びドープ槽１７に戻る。このとき、ドープ溶液中の異物等は、フィルタ１６１により濾過される。異物として、ドープ溶液から析出した異物や、電極１から発生する異物等が挙げられる。フィルタ１６１の材質は、例えば、ポリプロピレン、ポリテトラフルオロエチレン等の樹脂である。フィルタ１６１の孔径は適宜設定できる。フィルタ１６１の孔径は、例えば、０．２μｍ以上５０μｍ以下である。

[0043] ドープ槽１５、１９に設けられた循環濾過ユニット１０７も、同様の構成を有し、同様の作用効果を奏する。なお、図１、図２において、ドープ溶液の記載は便宜上省略している。

[0044] 電源１１３の一方の端子は、搬送ローラ２９、３１と接続する。また、電源１１３の他方の端子は、ドープ槽１５の上流槽１３１が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ２９、３１と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１５の上流槽１３１において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0045] 電源１１４の一方の端子は、搬送ローラ６７、６９と接続する。また、電源１１０の他方の端子は、ドープ槽１５の下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ６７、

６９と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１５の下流槽１３３において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0046] 電源１０９の一方の端子は、搬送ローラ３７、３９と接続する。また、電源１０９の他方の端子は、ドープ槽１７の上流槽１３１が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ３７、３９と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１７の上流槽１３１において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0047] 電源１１０の一方の端子は、搬送ローラ４３、４５と接続する。また、電源１１０の他方の端子は、ドープ槽１７の下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ４３、４５と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１７の下流槽１３３において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0048] 電源１１１の一方の端子は、搬送ローラ４９、５１と接続する。また、電源１１１の他方の端子は、ドープ槽１９の上流槽１３１が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ４９、５１と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１９の上流槽１３１において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0049] 電源１１２の一方の端子は、搬送ローラ５５、５７と接続する。また、電源１１２の他方の端子は、ドープ槽１９の下流槽１３３が備える対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３と接続する。電極１は搬送ローラ５５、

５７と接触する。電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは、電解液であるドープ溶液中にある。そのため、ドープ槽１９の下流槽１３３において、電極１と対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３とは電解液を介して電気的に接続する。

[0050] タブクリーナー１１７は、後述する電極１の活物質層未形成部９４を洗浄する。回収ユニット１１９は、ドープ槽１５、１７、１９、及び洗浄槽２１、２３のそれぞれに配置されている。回収ユニット１１９は、電極１が槽から持ち出す液を回収し、槽に戻す。

[0051] 端部センサ１２１は、電極１の幅方向Ｗにおける端部の位置を検出する。電極製造装置１１は、端部センサ１２１の検出結果に基づき、供給ロール１０１及び巻取ロール１０３の幅方向Ｗにおける位置を調整する。

[0052] なお、本実施形態では、電極製造装置１１は、２個の洗浄槽２１、２３を備える。洗浄槽の数は、１個であってもよいし、３個以上であってもよい。洗浄槽の数が２個以上である場合、洗浄液の総使用量を抑えることができるので好ましい。

[0053] 本実施形態では、洗浄槽２１、２３における電極１の搬送経路は、上下方向に１往復させる搬送経路である。洗浄槽２１、２３における電極１の搬送経路は、ドープ槽１５、１７、１９と同様に、上下方向に２往復させる搬送経路であってもよい。例えば、洗浄槽２１、２３は、ドープ槽１５、１７、１９と同様に、上流槽及び下流槽を備える。洗浄槽２１、２３における電極１の搬送経路は、例えば、上流槽及び下流槽のそれぞれにおいて、上下方向に１往復させる搬送経路である。

[0054] ２．洗浄液供給ユニット２０１

洗浄液供給ユニット２０１の構成を図４に基づき説明する。洗浄液供給ユニット２０１は、バッファタンク２０３と、蒸留ユニット２０５と、タンク２０７と、を備える。洗浄槽２１の上部と、バッファタンク２０３とは、配管２０９により接続している。

[0055] バッファタンク２０３と蒸留ユニット２０５とは、配管２１１により接続

されている。蒸留ユニット２０５とタンク２０７とは、配管２１３により接続されている。バッファタンク２０３とタンク２０７とは、配管２１５により接続されている。

[0056] 蒸留ユニット２０５は、例えば、単蒸留を行う。タンク２０７と、タブクリーナー１１７の下部とは、配管２１７により接続している。タブクリーナー１１７の上部と、洗浄槽２３の下部とは、配管２１９により接続している。洗浄槽２３の上部と、洗浄槽２１の下部とは、配管２２１により接続している。配管２２１は空気抜き２２３を備える。

[0057] なお、洗浄液供給ユニット２０１は蒸留ユニット２０５を備えていなくてもよい。洗浄液供給ユニット２０１が蒸留ユニット２０５を備えない場合、例えば、外部の蒸留ユニットを用いて洗浄液の蒸留を行ってもよい。

[0058] 電極製造装置１１が洗浄槽２１のみを備え、洗浄槽２３を備えない場合、配管２１９を、洗浄槽２１の下部に接続することができる。電極製造装置１１が２個以上の洗浄槽を備える場合、２個以上の洗浄槽を、配管により直列に接続することができる。洗浄液は、直列に接続された複数の洗浄槽の間を順次移動することができる。任意の洗浄槽からオーバーフローされた洗浄液は、次の洗浄槽の下部から導入される。

[0059] ３．電極１の構成

電極１の構成を図５及び図６に基づき説明する。電極１は、図５に示すように、帯状の形状を有する。電極１は、図６に示すように、帯状の集電体１９３と、その両側に形成された活物質層１９５とを備える。

[0060] 電極１の幅方向における両端には、活物質層未形成部９４が存在する。活物質層未形成部９４は、集電体１９３上に活物質層１９５が形成されず、集電体１９３が露出している部分である。図５に示すように、活物質層未形成部９４は電極１の長手方向に沿って、一定の幅で連続して存在する。活物質層未形成部９４は電極１の両面に存在する。電極１のうち、活物質層１９５が形成されている部分を、中央部９６とする。中央部９６は、電極１の幅方向における中央に位置する。また、中央部９６は、電極１の長手方向に沿っ

て、一定の幅で連続して存在する。なお、電極１は、活物質層未形成部９４を幅方向における片端にのみ有する形態であってもよい。

[0061] 集電体１９３としては、正極集電体である場合、アルミニウム、ステンレス等が好ましい。集電体１９３としては、負極集電体である場合、銅、ニッケル、ステンレス等の金属箔が好ましい。また、集電体１９３は、金属箔上に炭素材料を主成分とする導電層が形成されたものであってもよい。集電体１９３の厚みは、例えば、５～５０μｍである。

[0062] 活物質層１９５は、例えば、アルカリ金属をドープする前の活物質及びバインダー等を含有するスラリーを調製し、このスラリーを集電体１９３上に塗布し、乾燥させることにより作製できる。

[0063] バインダーとして、例えば、スチレンーブタジエンゴム（ＳＢＲ）、ＮＢＲ等のゴム系バインダー；ポリ四フッ化エチレン、ポリフッ化ビニリデン等のフッ素系樹脂；ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリイミド、特開２００９－２４６１３７号公報に開示されているようなフッ素変性（メタ）アクリル系バインダー等が挙げられる。

[0064] スラリーは、活物質及びバインダーに加えて、その他の成分を含んでいてもよい。その他の成分として、例えば、カーボンブラック、黒鉛、気相成長炭素繊維、金属粉末等の導電剤；カルボキシルメチルセルロース、そのＮａ塩又はアンモニウム塩、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ポリビニルアルコール、酸化スターチ、リン酸化スターチ、カゼイン等の増粘剤が挙げられる。

[0065] 活物質層１９５の厚さは特に限定されない。活物質層１９５の厚さは、例えば、５～５００μｍであり、好ましくは１０～２００μｍであり、特に好ましくは１０～１００μｍである。

[0066] 活物質層１９５に含まれる活物質は、アルカリ金属イオンの挿入／脱離を利用する電池又はキャパシタに適用可能な電極活物質であれば特に限定されるものではなく、負極活物質であってもよいし、正極活物質であってもよい。

[0067] 負極活物質は、特に限定されるものではないが、例えば、黒鉛、易黒鉛化炭素、難黒鉛化炭素、黒鉛粒子をピッチや樹脂の炭化物で被覆した複合炭素材料等の炭素材料；リチウムと合金化が可能なＳｉ、Ｓｎ等の金属若しくは半金属又はこれらの酸化物を含む材料等が挙げられる。炭素材料の具体例としては、特開２０１３－２５８３９２号公報に記載の炭素材料が挙げられる。リチウムと合金化が可能な金属若しくは半金属又はこれらの酸化物を含む材料の具体例としては、特開２００５－１２３１７５号公報、特開２００６－１０７７９５号公報に記載の材料が挙げられる。

[0068] 正極活物質としては、例えば、コバルト酸化物、ニッケル酸化物、マンガン酸化物、バナジウム酸化物等の遷移金属酸化物；硫黄単体、金属硫化物等の硫黄系活物質が挙げられる。

[0069] 正極活物質、及び負極活物質のいずれにおいても、単一の物質から成るものであってもよいし、２種以上の物質を混合して成るものであってもよい。本開示の電極製造装置１１は、負極活物質にアルカリ金属をドープする場合に適しており、特に、負極活物質が炭素材料又はＳｉ若しくはその酸化物を含む材料であることが好ましい。

[0070] 活物質にドープするアルカリ金属としては、リチウム又はナトリウムが好ましく、特にリチウムが好ましい。

[0071] 電極１を、リチウムイオン二次電池の製造に用いる場合、活物質層１９５の密度は、好ましくは１．５０～２．００ｇ／ｃｃであり、特に好ましくは１．６０～１．９０ｇ／ｃｃである。一方、電極１をリチウムイオンキャパシタの製造に用いる場合、活物質層１９５の密度は、好ましくは０．５０～１．５０ｇ／ｃｃであり、特に好ましくは０．７０～１．２０ｇ／ｃｃである。

[0072] 後述する電極の製造方法を実施していないとき、活物質には、アルカリ金属がドープされていない。後述する電極の製造方法を実施することにより、活物質にアルカリ金属がドープされる。

[0073] ４．ドープ溶液の組成

電極製造装置１１を使用するとき、ドープ槽１５、１７、１９にドープ溶液を収容する。ドープ溶液は、アルカリ金属塩と、第１の非プロトン性溶剤とを含む。第１の非プロトン性溶剤として、１気圧での沸点が１５０℃を超える有機溶剤が好ましく、１気圧での沸点が２００℃を超える有機溶剤が特に好ましい。

[0074] 第１の非プロトン性溶剤として、例えば、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート、ブチレンカーボネート、１－フルオロエチレンカーボネート、ジプロピルカーボネート、γ－ブチロラクトン、スルホラン、ジエチレングリコールジメチルエーテル（ジグライム）、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル（トリグライム）、トリエチレングリコールブチルメチルエーテル、テトラエチレングリコールジメチルエーテル（テトラグライム）等が挙げられる。

[0075] また、第１の非プロトン性溶剤として、第４級イミダゾリウム塩、第４級ピリジニウム塩、第４級ピロリジニウム塩、第４級ピペリジニウム塩等のイオン液体を使用することもできる。第１の非プロトン性溶剤は、単一の成分から成るものであってもよいし、２種以上の成分の混合溶剤であってもよい。

[0076] 第１の非プロトン性溶剤が、１気圧での沸点が１５０℃を超える有機溶剤である場合、ドープ溶液には、１気圧での沸点が１５０℃以下の溶剤が含まれていてもよい。１気圧での沸点が１５０℃以下の溶剤としては、非プロトン性の有機溶剤が好ましく、具体的には、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、エチルメチルカーボネート、アセトニトリル、ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン、ジオキソラン、塩化メチレン等が挙げられる。

[0077] これらの中でも、ジメチルカーボネート、エチルメチルカーボネートが好ましく、特にジメチルカーボネートが好ましい。１気圧での沸点が１５０℃以下の溶剤の含有割合は、ドープ溶液に含まれる溶剤中、好ましくは５０～９０体積％、特に好ましくは６５～７５体積％である。

[0078] ドープ溶液に含まれるアルカリ金属塩は、好ましくはリチウム塩又はナト

リウム塩である。アルカリ金属塩を構成するアニオン部として、例えば、$PF_6^-$、$PF_3(C_2F_5)_3^-$、$PF_3(CF_3)_3^-$、等のフルオロ基を有するリンアニオン；$BF_4^-$、$BF_2(CF)_2^-$、$BF_3(CF_3)^-$、$B(CN)_4^-$等のフルオロ基又はシアノ基を有するホウ素アニオン；$N(FSO_2)_2^-$、$N(CF_3SO_2)_2^-$、$N(C_2F_5SO_2)_2^-$等のフルオロ基を有するスルホニルイミドアニオン；$CF_3SO_3^-$等のフルオロ基を有する有機スルホン酸アニオンが挙げられる。アルカリ金属塩は、含フッ素化合物であることが好ましい。

[0079] ドープ溶液におけるアルカリ金属塩の濃度は、好ましくは０．１モル／Ｌ以上であり、より好ましくは０．５～１．５モル／Ｌの範囲内である。ドープ溶液におけるアルカリ金属塩の濃度がこの範囲内である場合、アルカリ金属のドープが効率良く進行する。

[0080] ドープ溶液は、ビニレンカーボネート、ビニルエチレンカーボネート、１－フルオロエチレンカーボネート、１－（トリフルオロメチル）エチレンカーボネート、無水コハク酸、無水マレイン酸、プロパンスルトン、ジエチルスルホン等の添加剤をさらに含有していてもよい。

[0081] ５．初期の洗浄液の組成

電極製造装置１１を使用するとき、洗浄槽２１、２３に洗浄液を収容する。洗浄液は、第２の非プロトン性溶剤を含む。第２の非プロトン性溶剤は、第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い限り特に限定されるものではない。第２の非プロトン性溶剤として、１気圧での沸点が１５０℃以下の有機溶剤が好ましく、１気圧での沸点が１２０℃以下の有機溶剤が特に好ましい。

[0082] 第２の非プロトン性溶剤の１気圧での沸点が１５０℃以下の場合、洗浄後のドープ電極１Ａから乾燥により洗浄液を除去することが容易になる。第２の非プロトン性溶剤の１気圧での沸点は、好ましくは３０℃以上であり、さらに好ましくは４０℃以上であり、特に好ましくは５０℃以上である。１気圧での沸点が３０℃以上である場合、洗浄槽２１、２３中の洗浄液が過度に気化してしまうことを抑制できる。

[0083] 第２の非プロトン性溶剤として、例えば、カーボネート系溶剤、エステル

系溶剤、エーテル系溶剤、炭化水素系溶剤、ケトン系溶剤及びニトリル系溶剤から選ばれる少なくとも一種が挙げられる。

[0084] カーボネート系溶剤として、例えば、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、メチルプロピルカーボネート、エチルメチルカーボネート等が挙げられる。

[0085] エステル系溶剤として、例えば、酢酸ブチル、酢酸アミル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、蟻酸ブチル、蟻酸プロピル等が挙げられる。

[0086] エーテル系溶剤として、例えば、エチルエーテル、ｉ－プロピルエーテル、ｎ－ブチルエーテル、ｎ－ヘキシルエーテル、２－エチルヘキシルエーテル、エチレンオキシド、１，２－プロピレンオキシド、ジオキソラン、４－メチルジオキソラン、ジオキサン、ジメチルジオキサン、テトラヒドロフラン、２－メチルテトラヒドロフラン、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールジエチルエーテル等が挙げられる。

[0087] 炭化水素系溶剤として、例えば、ｎ－ペンタン、ｉ－ペンタン、ｎ－ヘキサン、ｉ－ヘキサン、ｎ－ヘプタン、ｉ－ヘプタン、２，２，４－トリメチルペンタン、ｎ－オクタン、ｉ－オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン等が挙げられる。

[0088] ケトン系溶剤として、例えば、２－ヘキサノン、メチルイソブチルケトン等が挙げられる。ニトリル系溶媒として、例えば、アセトニトリル、プロピオニトリル等が挙げられる。

[0089] これらの中でも、カーボネート系溶剤が好ましい。第２の非プロトン性溶剤は、単一の成分から成るものであってもよいし、２種以上の成分の混合溶剤であってもよい。

[0090] 洗浄液は、実質的に第２の非プロトン性溶剤から成っていてもよいし、第２の非プロトン性溶剤に加えて他の成分を含んでいてもよい。但し、初期の

洗浄液に含まれる第１の非プロトン性溶剤の含有割合は６体積％以下である。なお、初期の洗浄液とは、ドープ電極１Ａの洗浄に未だ使用していない洗浄液を意味する。

[0091] ６．電極の製造方法

電極製造装置１１を使用してドープ電極１Ａを製造する場合、まず、ドープ電極１Ａを製造するための準備として、以下のことを行う。未だアルカリ金属を活物質にドープしていない電極１を供給ロール１０１に巻き回す。ドープ槽１５、１７、１９にドープ溶液を収容する。ドープ溶液は、上記「４．ドープ溶液の組成」で述べたものである。

[0092] 次に、搬送ローラ群により、供給ロール１０１から巻取ロール１０３まで、上述した経路に沿って電極１を搬送する。電極１を搬送する経路は、ドープ槽１５、１７、１９内を通過する経路である。電極１がドープ槽１５、１７、１９内を通過するとき、活物質層１９５に含まれる活物質にアルカリ金属がドープされる。その結果、電極１はドープ電極１Ａとなる。

[0093] さらに、搬送ローラ群は、ドープ電極１Ａを洗浄槽２１、２３に搬送する。ドープ電極１Ａは、搬送ローラ群により搬送されながら、洗浄槽２１、２３で洗浄される。

[0094] さらに、搬送ローラ群は、ドープ電極１Ａをタブクリーナー１１７に連続的に搬送する。タブクリーナー１１７は、ドープ電極１Ａのうち、活物質層未形成部９４をクリーニングする。

[0095] 本開示の電極の製造方法では、洗浄液をコントロールする。洗浄液をコントロールすることにより、ドープ電極１Ａの洗浄に使用される洗浄液において、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下となる。

[0096] コントロールするとは、洗浄液の組成が初期において所定の状態にあるだけでなく、洗浄液の組成を、何らかの手段により、常に所定の状態に維持することを意味する。洗浄槽が複数ある場合、コントロールするとは、例えば、最後の洗浄槽に収容される洗浄液の組成を、何らかの手段により、常に所定の状態に維持することを意味する。最後の洗浄槽とは、ドープ電極１Ａを

最も後で洗浄する洗浄槽である。

[0097] コントロールする手法として、例えば、洗浄槽に収容された洗浄液における第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％を超えた時点で、洗浄槽から洗浄液の一部又は全部を排出し、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液を洗浄槽に供給する手法が挙げられる。

[0098] 例えば、洗浄槽２１に収容された洗浄液における第１の非プロトン性溶剤の含有割合を定期的にまたは継続的に測定する。本開示において、第１の非プロトン性溶剤の含有割合は、ガスクロマトグラフィー分析により測定される。

[0099] 第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％を超えた時点で、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液を、タンク２０７から、タブクリーナー１１７に供給する。

[0100] タブクリーナー１１７からオーバーフローした洗浄液は、配管２１９を通り、洗浄槽２３の下部に供給される。洗浄槽２３からオーバーフローした洗浄液は、配管２２１を通り、洗浄槽２１の下部に供給される。洗浄槽２１からオーバーフローした洗浄液は、配管２０９を通り、バッファタンク２０３に移送される。

[0101] バッファタンク２０３に洗浄液が一定量蓄積されたとき、バッファタンク２０３から蒸留ユニット２０５に洗浄液が送られる。

[0102] 蒸留ユニット２０５は、蒸留することにより、洗浄液から第１の非プロトン性溶剤を除去する。その結果、洗浄液は、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液となる。蒸留後の洗浄液はタンク２０７に送られる。

[0103] ドープ溶液中にアルカリ金属塩としてフッ素化合物が含まれている場合、フッ素化合物が系内に存在する水分と反応してフッ化水素が発生する場合がある。フッ化水素は、電極製造装置１１の各ユニットや配管を腐食する上、有毒である。

[0104] 蒸留ユニット２０５は、例えば、洗浄液にカルシウム化合物やゼオライト

を添加した上で、洗浄液を加熱し蒸留する。カルシウム化合物を添加した場合、フッ化水素はカルシウム化合物と反応してフッ化カルシウムとして固定される。ゼオライトを添加した場合、フッ化水素はゼオライトと反応してフッ化物として固定化及びガス化する。その結果、洗浄液からフッ化水素を除去することができる。

[0105] フッ化水素をカルシウム化合物やゼオライトを用いて除去する方法は、例えば、特開２０１３－２２９３２６号公報等に開示された公知の方法を用いることができる。カルシウム化合物として、例えば、炭酸カルシウム、消石灰、生石灰等が挙げられる。ゼオライトとして、例えば、モレキュラーシーブ等が挙げられる。なお、これらは、単一の物質で用いてもよく、２種以上の物質を混合して用いてもよい。

[0106] 蒸留の方法は、例えば、フラッシュ蒸留であってもよい。フラッシュ蒸留とは、連続式の単蒸留である。フラッシュ蒸留の場合、バッファタンク２０３、配管２１１、蒸留ユニット２０５、配管２１３、タンク２０７、及び配管２１５から成る環状の経路に洗浄液を連続的に流しながら、連続して蒸留を行う。

[0107] また、洗浄液をコントロールする他の手法として、例えば、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液を洗浄槽に供給し続けると同時に、洗浄槽から使用後の洗浄液を排出し続ける方法が挙げられる。

[0108] 例えば、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液を、タンク２０７から、タブクリーナー１１７に供給し続ける。この場合、タブクリーナー１１７からオーバーフローした洗浄液は、配管２１９を通り、洗浄槽２３の下部に供給され続ける。洗浄槽２３からオーバーフローした洗浄液は、配管２２１を通り、洗浄槽２１の下部に供給され続ける。洗浄槽２１からオーバーフローした洗浄液は、配管２０９を通り、バッファタンク２０３に移送され続ける。

[0109] 洗浄液供給ユニット２０１が供給する、第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下の洗浄液は、未使用の洗浄液であってもよいし、洗浄に使

用した後に再生し、再利用する洗浄液（以下では再利用の洗浄液とする）であってもよい。再生の方法として、例えば、蒸留が挙げられる。再利用の洗浄液を使用する場合、ドープ電極１Ａの製造コストを低減でき、環境への影響を抑制できる。

[0110] 洗浄液をコントロールすることにより、洗浄槽２１、２３に収容された洗浄液における第１の非プロトン性溶剤の含有割合を、３．５体積％以下に保つことが好ましく、１．５体積％以下に保つことがより好ましく、１体積％以下に保つことが特に好ましい。

[0111] ドープ電極１Ａを製造するとき、アルカリ金属塩が、ドープ槽１５、１７、１９から洗浄液に持ち込まれる。本開示の電極の製造方法では、洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合が０．２５Ｍ以下となるように、洗浄液をコントロールすることが好ましい。洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合は、０．２０Ｍ以下であることが好ましく、０．１５Ｍ以下であることがより好ましく、０．０７Ｍ以下であることが特に好ましい。

[0112] 洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合を低くすることにより、ドープ電極１Ａを備えた蓄電デバイスの内部抵抗を低くすることができる。

[0113] 洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合をコントロールする手法として、例えば、洗浄槽に収容された洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合が所定の閾値を超えた時点で、洗浄槽から洗浄液の一部又は全部を排出し、アルカリ金属塩の含有割合が閾値以下の洗浄液を洗浄槽に供給する手法が挙げられる。本開示において、洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合は、イオンクロマトグラフィー分析により測定される。

[0114] また、洗浄液におけるアルカリ金属塩の含有割合をコントロールする他の手法として、例えば、アルカリ金属塩の含有割合が閾値以下の洗浄液を洗浄槽に供給し続けると同時に、洗浄槽から使用後の洗浄液を排出し続ける方法が挙げられる。

[0115] 電極製造装置１１を用いて製造するドープ電極１Ａは、正極であってもよいし、負極であってもよい。正極を製造する場合、電極製造装置１１は、正

極活物質にアルカリ金属をドープする。負極を製造する場合、電極製造装置１１は、負極活物質にアルカリ金属をドープする。

[0116] 電極製造装置１１は、アルカリイオン型のキャパシタ又は電池が備える負極の製造に適しており、アルカリイオン型のキャパシタ又は二次電池が備える負極の製造により適しており、リチウムイオンキャパシタ又はリチウムイオン二次電池が備える負極の製造に特に適している。

[0117] アルカリ金属のドープ量は、リチウムイオンキャパシタの負極活物質にリチウムを吸蔵させる場合、負極活物質の理論容量に対して好ましくは７０～９５％である。アルカリ金属のドープ量は、リチウムイオン二次電池の負極活物質にリチウムを吸蔵させる場合、負極活物質の理論容量に対して好ましくは１０～３０％である。

[0118] ７．蓄電デバイスの製造方法

本開示の蓄電デバイスの製造方法は、正極、負極及び電解質を備える蓄電デバイスの製造方法である。本開示の蓄電デバイスの製造方法では、上記「６．電極の製造方法」により負極を製造する。

[0119] 蓄電デバイスとして、例えば、キャパシタ、電池等が挙げられる。キャパシタは、アルカリ金属イオンの挿入／脱離を利用するキャパシタであれば特に限定されない。キャパシタとして、例えば、リチウムイオンキャパシタ、ナトリウムイオンキャパシタ等が挙げられる。その中でもリチウムイオンキャパシタが好ましい。

[0120] キャパシタを構成する正極の基本的な構成は、一般的な構成とすることができる。正極活物質としては活性炭を使用することが好ましい。

[0121] キャパシタを構成する電解質の形態は、通常、液状の電解液である。電解液の基本的な構成は、上述したドープ溶液の構成と同様である。また、電解質におけるアルカリ金属イオンの濃度は、好ましくは０．１モル／Ｌ以上であり、より好ましくは０．５～１．５モル／Ｌの範囲内である。電解質は、漏液を防止する目的で、ゲル状又は固体状の形態を有していてもよい。

[0122] キャパシタは、正極と負極との間に、それらの物理的な接触を抑制するた

めのセパレータを備えることができる。セパレータとして、例えば、セルロースレーヨン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアミド、ポリエステル、ポリイミド等を原料とする不織布又は多孔質フィルムが挙げられる。

[0123] キャパシタの構造として、例えば、正極及び負極と、それらを介するセパレータとから成る板状の構成単位が、３単位以上積層されて積層体を形成し、その積層体が外装フィルム内に封入された積層型セルが挙げられる。

[0124] また、キャパシタの構造として、例えば、正極及び負極と、それらを介するセパレータとから成る帯状の構成単位が捲回されて積層体を形成し、その積層体が角型又は円筒型の容器に収納された捲回型セル等が挙げられる。

[0125] キャパシタは、例えば、少なくとも負極及び正極を含む基本構造を形成し、その基本構造に電解質を注入することにより製造できる。

[0126] リチウムイオンキャパシタの場合、活物質層１９５の密度は、好ましくは０．５０～１．５０ｇ／ｃｃであり、特に好ましくは０．７０～１．２０ｇ／ｃｃである。

[0127] 電池として、アルカリ金属イオンの挿入／脱離を利用する電池であれば特に限定されない。電池は、一次電池であってもよく、二次電池であってもよい。電池として、例えば、リチウムイオン二次電池、ナトリウムイオン二次電池、空気電池等が挙げられる。その中でもリチウムイオン二次電池が好ましい。

[0128] 電池を構成する正極の基本的な構成は、一般的な構成とすることができる。正極活物質として、既に例示したものの他、ニトロキシラジカル化合物等の有機活物質や酸素を使用することもできる。

[0129] 電池を構成する電解質の構成、電池自体の構成は、キャパシタの場合と同様である。電池は、例えば、少なくとも負極及び正極を含む基本構造を形成し、その基本構造に電解質を注入することにより製造できる。

＜実施例＞

１．各実施例及び比較例で使用する負極の製造

長尺の帯状の集電体１９３を用意した。集電体１９３は負極集電体として

使用した。集電体１９３のサイズは、幅１３２ｍｍ、厚さ８μｍであった。集電体１９３の表面粗さＲａは０．１μｍであった。集電体１９３は銅箔から成っていた。集電体１９３の両面に、それぞれ活物質層１９５を形成した。活物質層１９５は負極活物質層であった。活物質層１９５の厚みは６５μｍであった。なお、リチウム電池の場合、活物質層１９５の密度は、好ましくは１．３０～２．００ｇ／ｃｃであり、特に好ましくは１．４０～１．９０ｇ／ｃｃである。

[0130] 集電体１９３の片側に形成された活物質層１９５の塗工量は５０ｇ／$m^2$であった。活物質層１９５は、集電体１９３の長手方向に沿って形成された。活物質層１９５は、集電体１９３の幅方向Ｗにおける端部から幅１２０ｍｍにわたって形成された。集電体１９３の幅方向Ｗにおけるもう一方の端部での活物質層未形成部９４の幅は１２ｍｍであった。その後、乾燥、及びプレスを行うことにより、電極１を得た。

[0131] 活物質層１９５は、負極活物質、カルボキシメチルセルロース、アセチレンブラック及びバインダーを、質量比で８８：４：５：３の比率で含んでいた。負極活物質は、黒鉛系活物質であった。バインダーはフッ素アクリル系樹脂であった。黒鉛系活物質のＤ５０は５μｍであった。黒鉛系活物質のＢＥＴ比表面積は１０$m^2$／ｇであった。

[0132] 図１に示す電極製造装置１１を用意し、電極１をセッティングした。また、ドープ槽１５、１７、１９にそれぞれ対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３を設置した。次に、ドープ槽１５、１７、１９内にドープ溶液を供給した。ドープ溶液は、１．２ＭのＬｉＰ$F_6$を含む溶液であった。ＬｉＰ$F_6$は含フッ素化合物である。ドープ溶液の溶媒は、ＥＣ（エチレンカーボネート）とＤＭＣ（ジメチルカーボネート）とを、３：７の体積比で含む混合液であった。ＥＣは第１の非プロトン性溶剤に対応する。

[0133] 次に、電極製造装置１１にセッティングした電極１及び対極ユニット１３７、１３９、１４１、１４３を電流・電圧モニター付き直流電源に接続し、電極１を２ｍ／分の速度で搬送しながら、５０Ａの電流を通電した。このと

き、電極１が備える活物質層１９５の幅方向Ｗにおける中心と、対極ユニット５１が備えるリチウム金属板の幅方向Ｗにおける中心とが一致していた。この工程により、活物質層１９５中の負極活物質にリチウムが理論容量に対して約８０％ドープされた。その結果、電極１はドープ電極１Ａとなった。

[0134] ドープ電極１Ａを、洗浄槽２１、２３を通過させ、アルゴンを吹き付け乾燥させた後、巻き取った。洗浄槽２１、２３には、２５℃のＤＭＣを収容しておいた。ＤＭＣは第２の非プロトン性溶剤に対応する。洗浄槽２１、２３に収容された初期のＤＭＣには、ＥＣは含まれていなかった。以上のようにして、ドープ電極１Ａを製造した。

[0135] ２．各実施例及び比較例で使用する正極の製造

アルミニウム箔から成る帯状の正極集電体を用意した。正極集電体のサイズは、幅１２８ｍｍ、厚さ１２μｍであった。正極集電体の開口率は０％であった。正極集電体の両面に導電層を形成した。導電層の上に正極活物質層を形成した。正極活物質層の厚みは１４４μｍであった。

[0136] 正極活物質層は、正極集電体の長手方向に沿って形成された。正極活物質層は、正極集電体の幅方向における端部から幅１１１ｍｍにわたって形成された。正極集電体の幅方向におけるもう一方の端部での正極活物質層未形成部の幅は１７ｍｍであった。正極活物質層未形成部とは、正極活物質層が形成されていない部分である。

[0137] その後、乾燥、及びプレスを行うことにより、正極を得た。正極活物質層は、活性炭、アセチレンブラック、バインダー及びカルボキシメチルセルロースを、質量比で８８：５：３：３の比率で含んでいた。活性炭のＤ５０は３．５μｍであった。活性炭のＢＥＴ比表面積は１９５０$m^2$／ｇであった。バインダーはフッ素アクリル樹脂であった。

[0138] ３．各実施例及び比較例で使用するセパレータの作製

厚みが１５μｍであり、表面粗さが０．１μｍであるＰＰ（ポリプロピレン）製のシートから切り出すことで、第１のセパレータ及び第２のセパレータをそれぞれ作成した。第１のセパレータ及び第２のセパレータの幅方向Ｗ

及び長手方向Ｌにおけるサイズは、正極及び負極のサイズよりも大きかった。

[0139] ４．リチウムイオンキャパシタの作製

（４－１）実施例１

上記のように作製した第１のセパレータ、負極、第２のセパレータ及び正極をこの順に積層し、電極体を作製した。使用した負極は、ドープ電極１Ａの始端から２００ｍの位置と、２０５メートルの位置との間の部分であった。始端とは、搬送方向における先頭側の端部である。

[0140] このとき、図７に示すように、負極１Ｃの活物質層未形成部９４と、正極３０１の活物質層未形成部３０３とは、幅方向Ｗにおいて反対の位置関係となった。電極体の厚み方向Ｄから見て、活物質層未形成部９４の少なくとも一部は、第２のセパレータ３０５と重なることなく、幅方向Ｗに突出していた。また、電極体の厚み方向Ｄから見て、活物質層未形成部３０３の少なくとも一部は、第２のセパレータ３０５と重なることなく、幅方向Ｗに突出していた。

[0141] 次に、ステンレス製の芯棒の外周面に、第２のセパレータ３０５が内側となるように、電極体を捲回することにより、円筒状の捲回体を作製した。次に、円筒状の捲回体をプレスすることにより、捲回扁平構造を有する電極体を作製した。

[0142] 次に、超音波溶接により、アルミニウム製のリード部材を活物質層未形成部３０３に接続した。また、超音波溶接により、銅製のリード部材を活物質層未形成部９４に接続した。次に、図８に示すように、アルミニウム製の封口板３０７を用意した。封口板３０７は正極端子３０９及び負極端子３１１を備えていた。また、封口板３０７は図示しない注液口を備えていた。正極端子３０９及び負極端子３１１は、インサート樹脂成型により、ＰＰ製の樹脂ホルダーを介して、封口板３０７に一体化されていた。

[0143] 次に、上述したとおり、活物質層未形成部９４に接続していたリード部材の他端を負極端子３１１に抵抗溶接して電気的に接続した。また、活物質層

未形成部３０３に接続していたリード部材の他端を正極端子３０９に抵抗溶接して電気的に接続した。その結果、電極体３１３が封口板３０７に接続した。

[0144] 次に、図８に示すように、一側面に開口３１５を有する角型のアルミニウム製ケース本体３１７を用意した。次に、封口板３０７と接続した電極体３１３を、開口３１５から、ケース本体３１７の内部に挿入した。

[0145] この状態で、開口３１５の外周縁部と封口板３０７の外周縁部とをかしめることにより、開口３１５を封口した。次に、電解液を、封口板３０７に形成された注液口からケース３１９の内部に注入した。なお、ケース３１９は、封口板３０７とケース本体３１７とにより構成されていた。

[0146] 電解液は、エチレンカーボネート、エチルメチルカーボネート及びジメチルカーボネートを体積比で３：４：３の比率で混合した溶媒に、１．２Ｍの濃度で$LiPF_6$を溶解したものであった。注液口をゴム栓で仮封止した後、エージングを行った。エージングは８０℃の恒温内で充放電をすることにより行った。エージング後、注液口を安全弁で封止することにより、リチウムイオンキャパシタのセル３２１が完成した。

[0147] （４－２）実施例２～４及び比較例１

基本的には実施例１のセルと同様にして、実施例２～４及び比較例１のセルを作成した。ただし、実施例２では、負極は、ドープ電極１Ａの始端から１５００ｍの位置と、１５０５メートルの位置との間の部分であった。

[0148] また、実施例３では、負極は、ドープ電極１Ａの始端から２５００ｍの位置と、２５０５メートルの位置との間の部分であった。また、実施例４では、負極は、ドープ電極１Ａの始端から３５００ｍの位置と、３５０５メートルの位置との間の部分であった。また、比較例１では、負極は、ドープ電極１Ａの始端から５０００ｍの位置と、５００５メートルの位置との間の部分であった。

[0149] ５．セル重量の測定

各実施例及び比較例１について、電子天秤を用い、作製したセルの重量を

測定した。測定結果を表１の「セル重量」の列に示す。表１に示す「セル重量」は、実施例１で作製したセルの重量を１００とした場合の相対値である。なお、表１における「電極搬送距離」とは、ドープ電極１Ａのうち、負極として使用した部分から始端までの距離を意味する。

[0150] [表1]

| | 電極搬送距離 [m] | 洗浄槽21 | | | 洗浄槽23 | | | セル重量 | 初期DC-IR [mΩ] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 溶剤組成比 | | $LiPF_6$濃度 [M] | 溶剤組成比 | | $LiPF_6$濃度 [M] | | |
| | | EC [vol.%] | DMC [vol.%] | | EC [vol.%] | DMC [vol.%] | | | |
| 実施例1 | 200 | 0.9 | 99.1 | 0.05 | 0 | 100 | 0.01 | 100 | 0.97 |
| 実施例2 | 1500 | 4.5 | 95.5 | 0.2 | 0.4 | 99.6 | 0.06 | 100.2 | 0.97 |
| 実施例3 | 2500 | 7 | 93 | 0.3 | 0.8 | 99.2 | 0.09 | 100.4 | 0.98 |
| 実施例4 | 3500 | 9 | 91 | 0.35 | 3 | 97 | 0.15 | 100.8 | 0.99 |
| 比較例1 | 5000 | 14.5 | 85.5 | 0.54 | 6.9 | 93.1 | 0.27 | 101.3 | 1.03 |

[0151] ６．ＤＣ－ＩＲ（直流内部抵抗）の測定

各実施例及び比較例１について、作製したセルを、１０Ａの定電流でセル電圧が３．８Ｖになるまで充電した。次に、３．８Ｖの定電圧を印加する定電圧充電を３０分間行った。次に、１００Ａの定電流でセル電圧が２．２Ｖ

になるまで放電した。放電開始直前の電圧と放電開始０．１秒後の電圧との電圧差を放電電流で除した値を算出した。算出した値を初期ＤＣ－ＩＲとした。初期ＤＣ－ＩＲは評価用セルの直流内部抵抗である。評価結果を表１に示す。

[0152] ７．洗浄液の組成分析

ドープ電極１Ａのうち、実施例１で負極として使用した部分が洗浄槽２１、２３を通過したとき、洗浄槽２１、２３から洗浄液を回収した。この洗浄液を、実施例１の洗浄液とした。同様に、実施例２～４及び比較例１についても、洗浄液を回収した。

[0153] 各実施例及び比較例１について、回収した洗浄液におけるＥＣの含有割合を、ガスクロマトグラフィー分析により測定した。

[0154] ガスクロマトグラフィー分析の方法は以下のとおりであった。洗浄槽２１、２３から回収した洗浄液をアセトンで１００倍に希釈してから測定を行った。既知の濃度の混合溶剤を測定することにより検量線を事前に作成しておいた。測定結果を検量線に当てはめて、ＥＣ及びＤＭＣの含有割合を求めた。測定条件は以下のとおりであった。測定結果を表１に示す。

[0155] 装置：Ａｇｉｌｅｎｔ　７８９０Ｂ

カラム：ＶＦ－５ｍｓ、長さ３０ｍ×内径０．２５ｍｍ×膜厚１μｍ

注入口温度：２５０℃

スプリット比：２０：１

試料注入量：１μＬ

カラム温度：４０℃×３分→昇温速度２０℃／分→２８０℃×１分

キャリアガス：Ｈｅ

線速度：４６ｃｍ／秒

また、各実施例及び比較例１について、回収した洗浄液における$LiPF_6$の含有割合を、イオンクロマトグラフィーのカチオン分析により測定した。

[0156] イオンクロマトグラフィー分析の方法は以下のとおりであった。洗浄槽２１、２３から回収した洗浄液を超純水で１０００倍に希釈してから測定を行

った。既知の濃度の混合溶剤を測定することにより検量線を事前に作成しておいた。測定結果を検量線に当てはめて、$Li^+$濃度を求めた。$Li^+$濃度に基づき、$LiPF_6$の含有割合を求めた。測定条件は以下のとおりであった。測定結果を表１に示す。

[0157] 装置名：Ｔｈｅｒｍｏ Ｆｉｓｈｅｒ Ｉｎｔｅｇｒｉｏｎ Ｏｖｅｎ／ＴＣＤ

ガードカラム：Ｄｉｏｎｅｘ ＩｏｎＰａｃ ＣＧ１２Ａ－８μｍ（２×５０ｍｍ）

分離カラム：Ｄｉｏｎｅｘ ＩｏｎＰａｃ ＣＳ１２Ａ－８μｍ（２×２５０ｍｍ）

カラム温度：３５℃

溶離液：メタスルホン酸水溶液

濃度：１８ｍｍｏｌ（イソクラティック）

流量：０．２５ｍＬ／分

測定時間：２０分

検出器：電気伝導度検出器

サプレッサー：ＣＤＲＳ ２ｍｍ 定電圧モード ４Ｖ

試料注入量：１０μＬ

８．洗浄液の蒸留再生

電極１のうち、始端から５０００ｍの部分が洗浄槽２３を通過したとき、洗浄槽２３から洗浄液を回収した。回収した洗浄液に対し、以下の条件で減圧蒸留を行った。

[0158] 加熱温度：８０℃

真空度：－０．９ｂａｒＧ

冷却温度：２５℃

減圧蒸留の際、生石灰又はモレキュラーシーブ３Ａを洗浄液に添加した。生石灰及びモレキュラーシーブ３Ａは脱フッ化水素剤である。洗浄液に対する生石灰又はモレキュラーシーブ３Ａの含有割合は１０質量％であった。

[0159] 減圧蒸留の前後における洗浄液の組成及びｐＨを測定した。組成の測定方法は、ガスクロクロマトグラフィー分析及びイオンクロクロマトグラフィー分析による測定方法であった。ｐＨの測定には、ｐＨ試験紙を用いた。測定結果を表２に示す。

[0160] [表2]

| 脱HF剤 | 蒸留前 | | | | 蒸留後 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | pH | 溶剤組成比 | | $LiPF_6$濃度 [M] | pH | 溶剤組成比 | | $LiPF_6$濃度 [M] |
| | | EC [vol.%] | DMC [vol.%] | | | EC [vol.%] | DMC [vol.%] | |
| なし | 6 | 0.9 | 99.1 | 0.05 | 4 | ND | 100 | ND |
| 生石灰 | 6 | 0.9 | 99.1 | 0.05 | 7 | ND | 100 | ND |
| モレキュラーシーブ | 6 | 0.9 | 99.1 | 0.05 | 7 | ND | 100 | ND |

[0161] また、回収した洗浄液に対し、脱フッ化水素剤を添加しない条件での減圧蒸留も行った。この場合も、減圧蒸留の前後における洗浄液の組成及びｐＨを測定した。測定結果を表２に示す。

[0162] なお、表２において、脱ＨＦ剤とは脱フッ化水素剤を意味する。表２にお

いて、ＮＤとは不検出を意味する。生石灰又はモレキュラーシーブ３Ａを用いて減圧蒸留を行った場合、洗浄液のｐＨが低下しなかった。洗浄液のｐＨが低下しなかった理由は、フッ化水素の発生が抑制されたためである。

＜他の実施形態＞

以上、本開示の実施形態について説明したが、本開示は上述の実施形態に限定されることなく、種々変形して実施することができる。

[0163] （１）蒸留以外の方法で、洗浄液から第１の非プロトン性溶剤を除去してもよい。

[0164] （２）上記各実施形態における１つの構成要素が有する機能を複数の構成要素に分担させたり、複数の構成要素が有する機能を１つの構成要素に発揮させたりしてもよい。また、上記各実施形態の構成の一部を省略してもよい。また、上記各実施形態の構成の少なくとも一部を、他の上記実施形態の構成に対して付加、置換等してもよい。

[0165] （３）上述した電極製造装置の他、当該装置を構成要素とするシステム、電極製造装置の制御装置としてコンピュータを機能させるためのプログラム、このプログラムを記録した半導体メモリ等の非遷移的実態的記録媒体、ドーピング方法等、種々の形態で本開示を実現することもできる。

# 請求の範囲

[請求項1] アルカリ金属がドープされた活物質を含む電極の製造方法であって

、

第１の非プロトン性溶剤及びアルカリ金属塩を含むドープ溶液中で

、電極に含まれる活物質にアルカリ金属をドープしてドープ電極を製造し、

前記ドープ電極を、前記第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い第２の非プロトン性溶剤を含む洗浄液により洗浄し、

前記洗浄液において、前記第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下となるように、前記洗浄液をコントロールする、

電極の製造方法。

[請求項2] 請求項１に記載の電極の製造方法であって、

前記第１の非プロトン性溶剤は、１気圧での沸点が１５０℃を超える有機溶剤であり、

前記第２の非プロトン性溶剤は、１気圧での沸点が１５０℃以下の有機溶剤である、

電極の製造方法。

[請求項3] 請求項１又は２に記載の電極の製造方法であって、

前記ドープ電極の洗浄に使用される前記洗浄液において、前記アルカリ金属塩の含有割合が０．２５Ｍ以下となるように、前記洗浄液をコントロールする、

電極の製造方法。

[請求項4] 請求項１～３のいずれか１項に記載の電極の製造方法であって、

前記アルカリ金属塩は含フッ素化合物である、

電極の製造方法。

[請求項5] 請求項１～４のいずれか１項に記載の電極の製造方法であって、

前記電極は帯状の形態を備える、

電極の製造方法。

[請求項6] 請求項１～５のいずれか１項に記載の電極の製造方法であって、

前記ドープ電極の洗浄に使用された前記洗浄液を蒸留し、前記ドープ電極の洗浄に再利用する、

電極の製造方法。

[請求項7] 請求項６に記載の電極の製造方法であって、

前記ドープ電極の洗浄に使用された前記洗浄液を、カルシウム化合物及びゼオライトからなる群より選択される１以上を用いて蒸留し、前記ドープ電極の洗浄に再利用する、

電極の製造方法。

[請求項8] 正極、負極、及び電解質を備える蓄電デバイスの製造方法であって、

請求項１～７のいずれか１項に記載の電極の製造方法により前記負極を製造する、

蓄電デバイスの製造方法。

[請求項9] アルカリ金属がドープされた活物質を含む帯状の電極を製造する電極製造装置であって、

第１の非プロトン性溶剤及びアルカリ金属塩を含むドープ溶液中で、電極に含まれる活物質にアルカリ金属をドープしてドープ電極を製造するように構成されたドープユニットと、

前記ドープ電極を、前記第１の非プロトン性溶剤より沸点が低い第２の非プロトン性溶剤を含む洗浄液により洗浄するように構成された洗浄ユニットと、

前記第１の非プロトン性溶剤の含有割合が６体積％以下である前記洗浄液を前記洗浄ユニットに供給するように構成された洗浄液供給ユニットと、

を備える、

電極製造装置。

[請求項10] 請求項９に記載の電極製造装置であって、

前記洗浄液供給ユニットは、前記洗浄ユニットが前記ドープ電極を洗浄するために使用した前記洗浄液を蒸留するように構成された蒸留ユニットを備え、

前記洗浄液供給ユニットは、前記蒸留ユニットにより蒸留された前記洗浄液を前記洗浄ユニットに供給するように構成された、

電極製造装置。

[請求項11] 請求項１０に記載の電極製造装置であって、

前記蒸留ユニットは、カルシウム化合物及びゼオライトからなる群より選択される１以上を用いて前記洗浄液を蒸留するように構成された、

電極製造装置。

[図1]

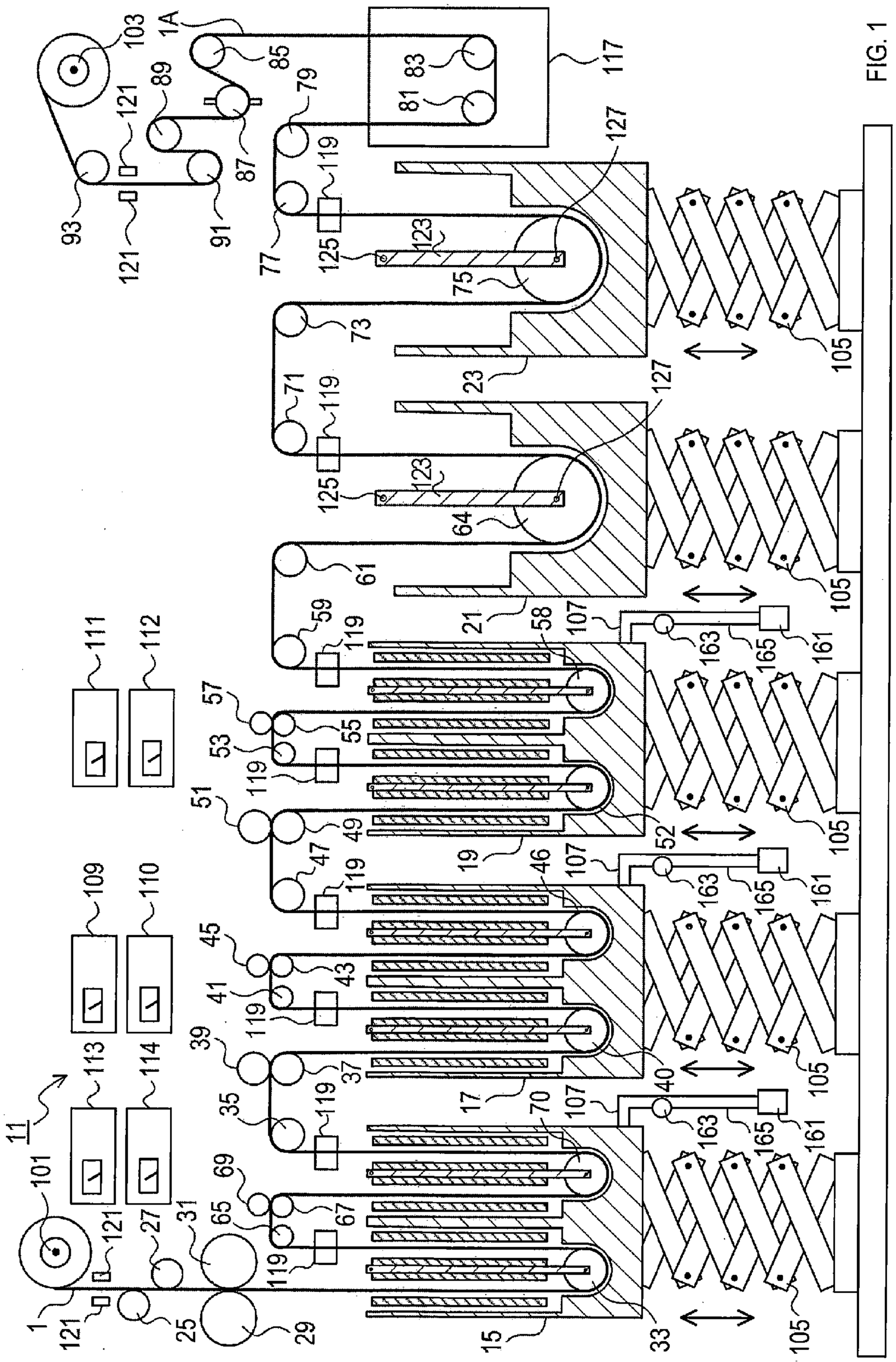

1A
103
121
89
85
79
81
83
117
93
121
91
87
77
119
125
123
127
75
73
71
23
64
61
59
21
58
107
57
53
55
51
49
47
45
43
41
39
37
35
17
70
69
67
65
31
27
25
29
1
15
33
111
112
113
114
109
110
101
11
163
165
161
52
40
46
19
105

FIG. 1

[図2]

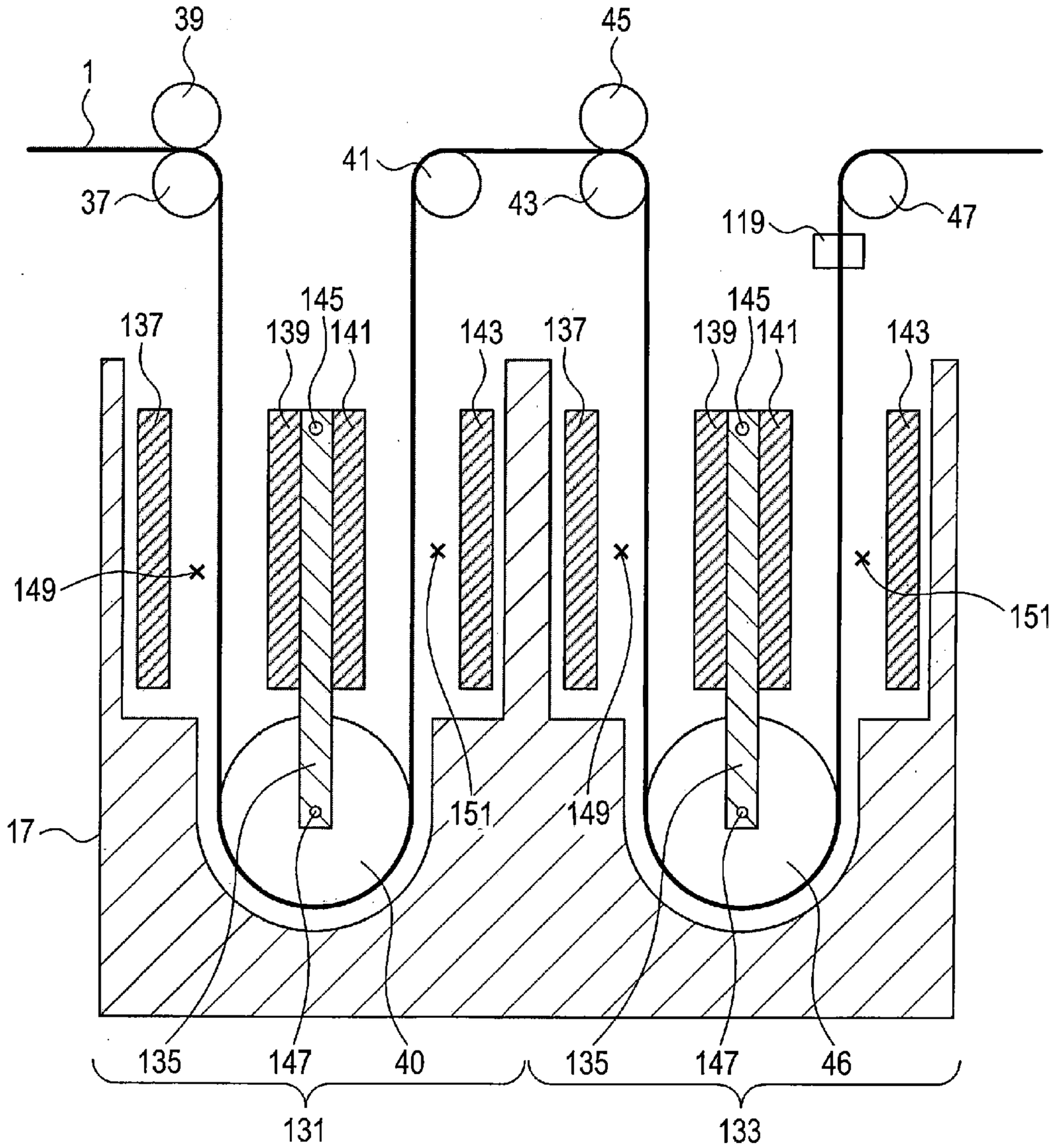

39
1
37
45
41
43
119
47
137
145
139
141
143
137
145
139
141
143
149
151
149
151
17
135
147
40
135
147
46
131
133

FIG. 2

[図3]

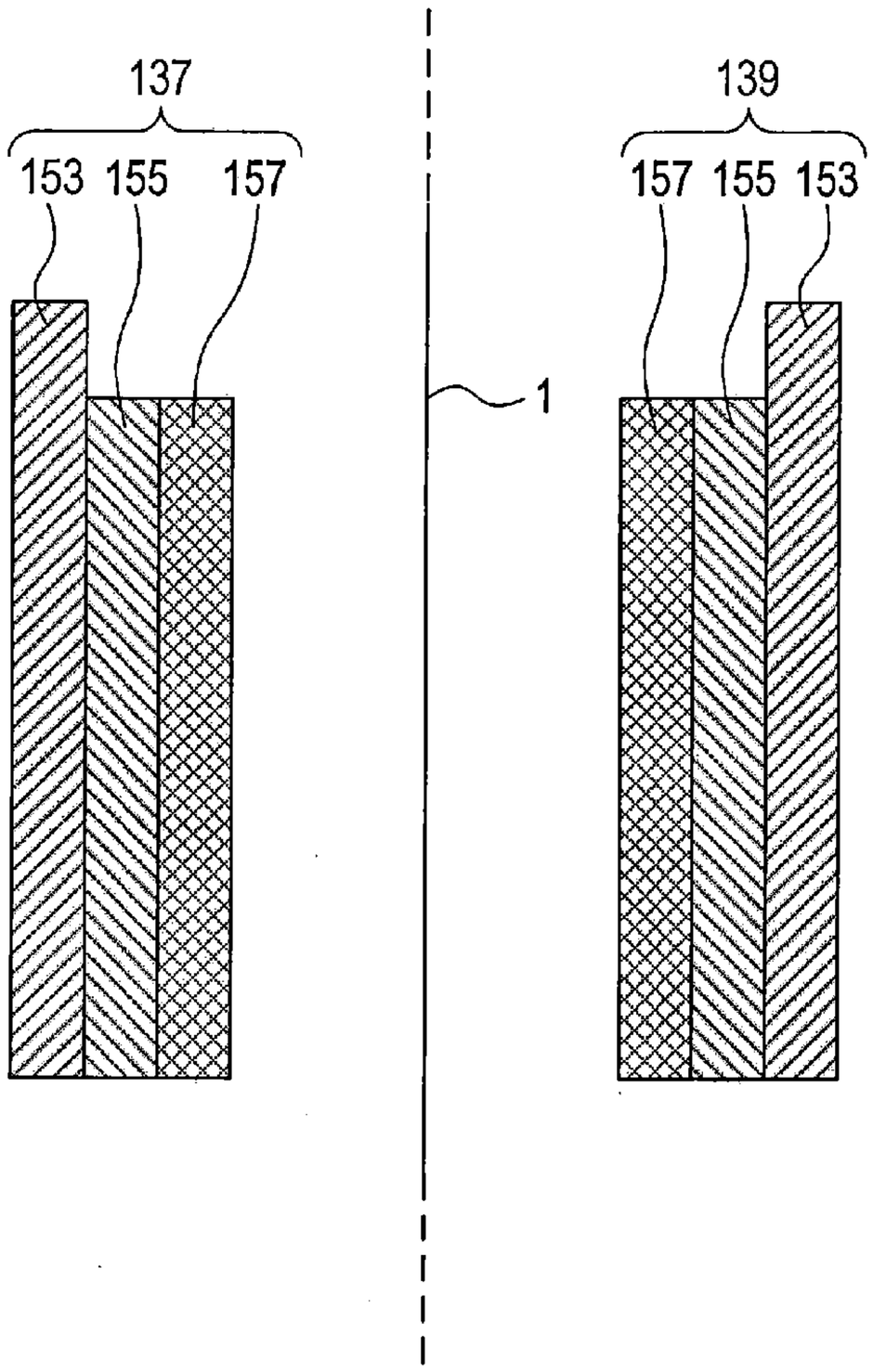



FIG. 3

[図4]

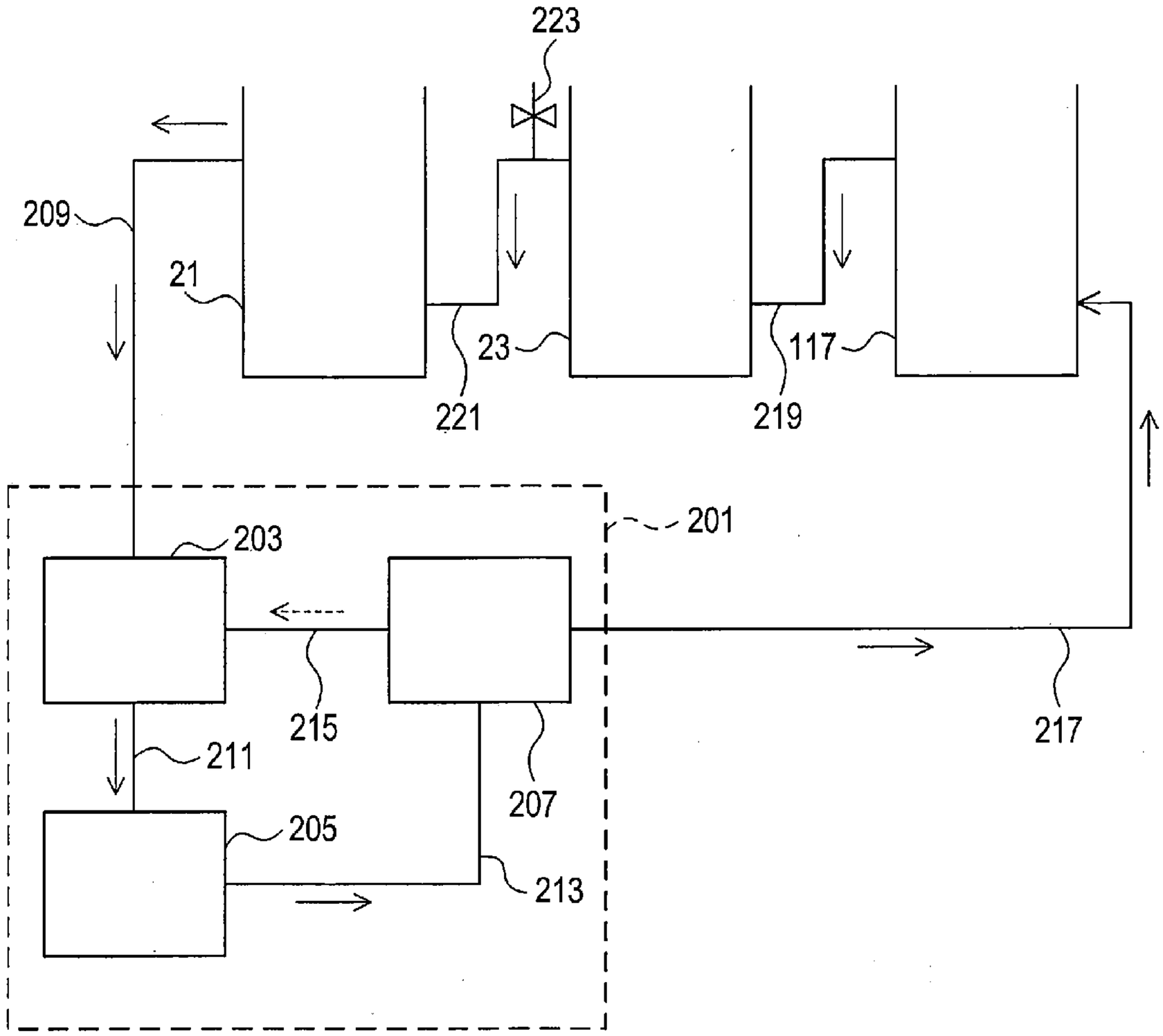



FIG. 4

[図5]

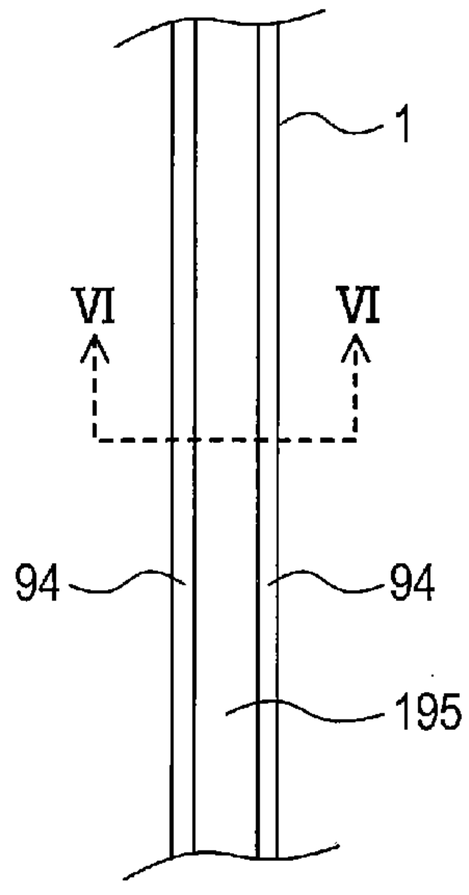



FIG. 5

[図6]

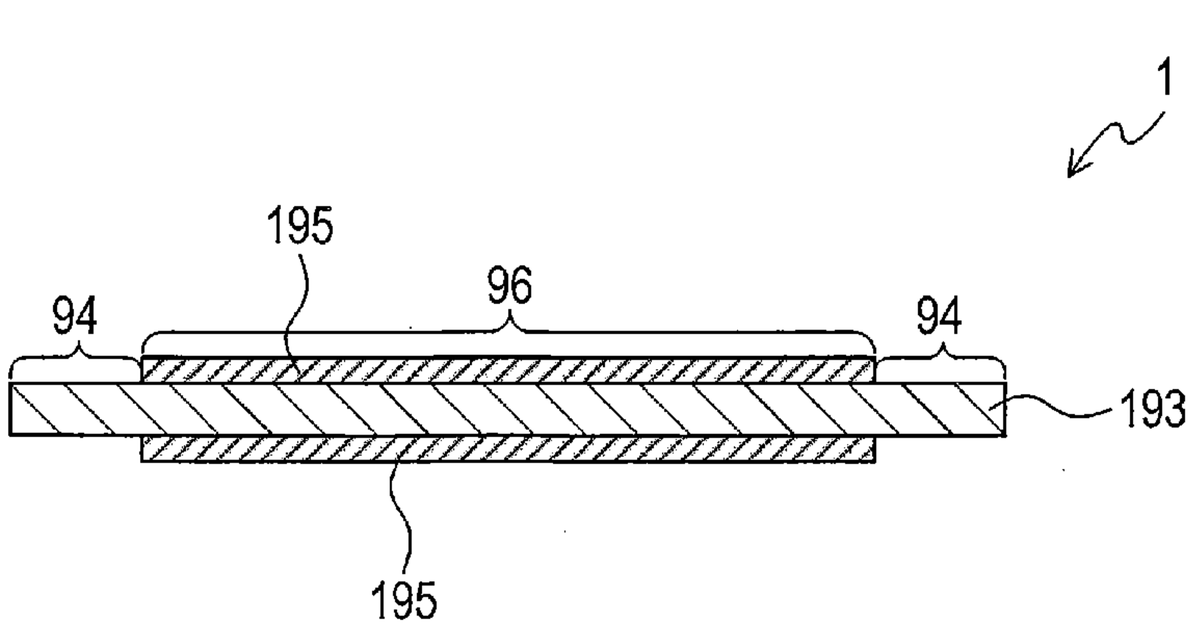



FIG. 6

[図7]

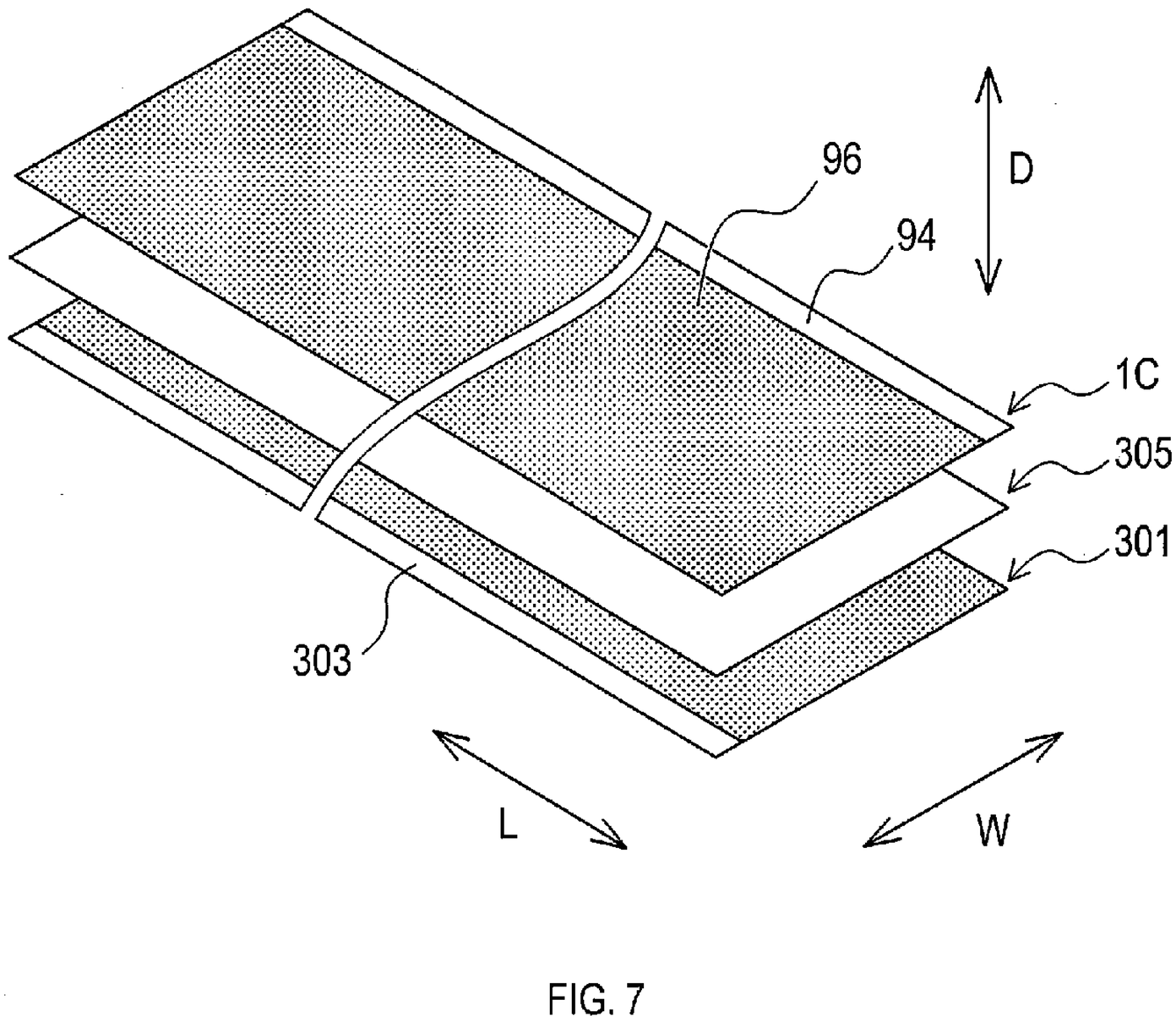



FIG. 7

[図8]

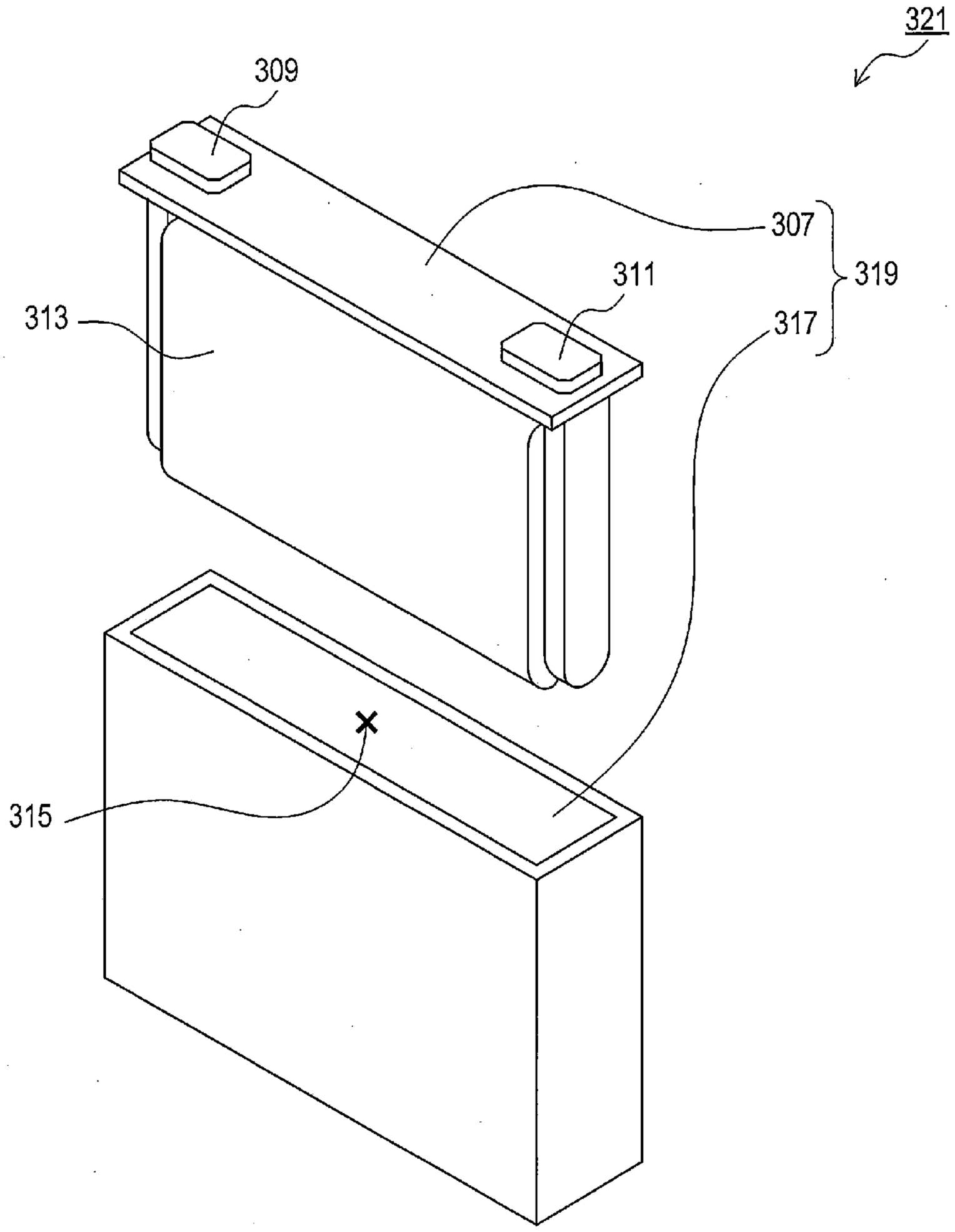



FIG. 8

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/028310

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int. Cl. H01M4/04(2006.01)i, H01G11/06(2013.01)i, H01G11/86(2013.01)i, H01G13/00(2013.01)i
FI: H01G11/86, H01M4/04 Z, H01G11/06, H01G13/00 381
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int. Cl. H01M4/04, H01G11/06, H01G11/86, H01G13/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2020
Registered utility model specifications of Japan 1996-2020
Published registered utility model applications of Japan 1994-2020

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| X<br>Y | JP 2019-021699 A (JSR CORP.) 07 February 2019, paragraphs [0035], [0052]-[0085], [0119]-[0126], all drawings, paragraphs [0001], [0035], [0052]-[0085], [0119]-[0126], fig. 1 | 1-5, 8, 9<br>6, 7, 10, 11 |
| Y | JP 2003-071398 A (TDK CORP.) 11 March 2003, paragraphs [0025], [0026] | 6, 7, 10, 11 |
| Y | JP 2013-229326 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP.) 07 November 2013, paragraphs [0025]-[0030] | 6, 7, 10, 11 |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

| Date of the actual completion of the international search | Date of mailing of the international search report |
|---|---|
| 18.09.2020 | 06.10.2020 |
| Name and mailing address of the ISA/<br>Japan Patent Office<br>3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,<br>Tokyo 100-8915, Japan | Authorized officer<br><br>Telephone No. |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2020/028310

| Patent Documents referred to in the Report | Publication Date | Patent Family | Publication Date |
|---|---|---|---|
| JP 2019-021699 A | 07.02.2019 | (Family: none) | |
| JP 2003-071398 A | 11.03.2003 | (Family: none) | |
| JP 2013-229326 A | 07.11.2013 | US 2016/0049699 A1 paragraphs [0046]-[0051]<br>WO 2014/155784 A1<br>CN 105144464 A | |

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2020/028310

A.　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

H01M 4/04(2006.01)i; H01G 11/06(2013.01)i; H01G 11/86(2013.01)i; H01G 13/00(2013.01)i
FI: H01G11/86; H01M4/04 Z; H01G11/06; H01G13/00 381

B.　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

H01M4/04; H01G11/06; H01G11/86; H01G13/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|---|---|
| 日本国実用新案公報 | １９２２－１９９６年 |
| 日本国公開実用新案公報 | １９７１－２０２０年 |
| 日本国実用新案登録公報 | １９９６－２０２０年 |
| 日本国登録実用新案公報 | １９９４－２０２０年 |

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C.　関連すると認められる文献

| 引用文献のカテゴリー* | 引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する請求項の番号 |
|---|---|---|
| X | JP 2019-021699 A (ＪＳＲ株式会社) 07.02.2019 (2019-02-07)<br>段落[0035],[0052]-[0085],[0119]-[0126],図1 | 1-5,8,9 |
| Y | 段落[0035],[0052]-[0085],[0119]-[0126],図1 | 6,7,10,11 |
| Y | JP 2003-071398 A (ティーディーケイ株式会社) 11.03.2003 (2003-03-11)<br>段落[0025],[0026] | 6,7,10,11 |
| Y | JP 2013-229326 A (三菱マテリアル株式会社) 07.11.2013 (2013-11-07)<br>段落[0025]-[0030] | 6,7,10,11 |

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

*　引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

| 国際調査を完了した日 | 国際調査報告の発送日 |
|---|---|
| 18.09.2020 | 06.10.2020 |

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
田中　晃洋 5D 3800
電話番号 03-3581-1101 内線 3551

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2020/028310

| 引用文献 | 公表日 | パテントファミリー文献 | 公表日 |
|---|---|---|---|
| JP 2019-021699 A | 07.02.2019 | （ファミリーなし） | |
| JP 2003-071398 A | 11.03.2003 | （ファミリーなし） | |
| JP 2013-229326 A | 07.11.2013 | US 2016/0049699 A1<br>段落[0046]-[0051]<br>WO 2014/155784 A1<br>CN 105144464 A | |

様式 PCT/ISA/210（パテントファミリー用別紙）（２０１５年１月）