

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 671 637**

51 Int. Cl.:

H01M 4/587 (2010.01)

C01B 32/05 (2007.01)

H01M 4/36 (2006.01)

C23C 16/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.08.2013 PCT/JP2013/072924**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.03.2014 WO14034689**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.08.2013 E 13832044 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 2892093**

54 Título: **Aparato para la fabricación de material de carbono de electrodo negativo, y método para la fabricación de material de carbono de electrodo negativo utilizando el mismo**

30 Prioridad:

29.08.2012 JP 2012188213

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

07.06.2018

73 Titular/es:

**NIPPON POWER GRAPHITE COMPANY, LIMITED
(100.0%)**

**13F Setagaya Business Squaretower, 4-10-1
Yoga, Setagaya-Ku
Tokyo 158-0097, JP**

72 Inventor/es:

**UMENO, TATSUO;
TSUNAWAKI, TADANORI;
OKABE, SHINYA;
OIE, SHIROU;
SUMITOMO, JYUGO y
NAKANO, SHIGEYOSI**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 671 637 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Aparato para la fabricación de material de carbono de electrodo negativo, y método para la fabricación de material de carbono de electrodo negativo utilizando el mismo.

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, y a un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo mediante el uso del aparato. Específicamente, la presente invención se refiere a un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo producido carbonizando un precursor pulverizado y clasificado basado en carbono, y a un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo utilizando el aparato. Además, la presente invención también se refiere a un aparato
10 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo que incluye partículas de carbono y un carbono pirolizado depositado sobre la superficie de las partículas de carbono mediante un método químico de deposición de vapor (un método CVD) y un método para fabricar un material de carbono con electrodo negativo utilizando el aparato.

Antecedente de la técnica

15 Una batería secundaria de iones de litio se utiliza ampliamente como una batería secundaria que tiene una alta capacidad y un alto voltaje para una cámara, un ordenador personal, un automóvil eléctrico o similar. El material de carbono de electrodo negativo que compone el electrodo negativo de una batería secundaria de ion de litio influye en el rendimiento de una batería secundaria de ion de litio. Como material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio, se conoce un material de carbono de electrodo negativo basado en carbono o un material de carbono de electrodo negativo basado en grafito.

20 El material de carbono de electrodo negativo a base de carbono se clasifica en uno basado en carbono duro y uno basado en carbono blando. Pulverizar, clasificar y carbonizar una resina fenólica, una resina de ácido naftalensulfónico, cloruro de polivinilideno, carboximetilcelulosa, una resina de poliacrilonitrilo o similares dan como resultado el material de electrodo negativo basado en carbono duro. Pulverizar, clasificar y carbonizar cloruro de polivinilo, un coque de gilsonita, brea de mesofase de petróleo o carbón y un coque de petróleo o coque de brea de
25 carbón obtenido carbonizando la brea de 300 a 500°C (un tratamiento de calcinación) o similar dan como resultado material de electrodo negativo a base de carbono.

Como el material de carbono de electrodo negativo basado en grafito, se conoce un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio que tiene un área superficial reducida, en el que la superficie de las partículas de grafito se deposita en vapor con un carbono pirolizado mediante un método CVD (JP 3597099 B1).
30 Adicionalmente, también se conoce un material de carbono de electrodo negativo basado en carbono que tiene un área superficial reducida, en el que la superficie de un material de carbono de electrodo negativo basado en carbono obtenido como se describió anteriormente se deposita en fase de vapor con un carbono pirolizado mediante un método CVD.

La figura 5 es un diagrama de bloques que ilustra un ejemplo de un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo con el uso de un horno de deposición de vapor químico convencional. En la figura 5, el signo 900 de referencia representa un aparato convencional para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, y a un horno 91 cilíndrico de deposición de vapor químico, se forma una abertura 97 de suministro de partículas de grafito y una abertura 99 de recuperación de material de carbono de electrodo negativo. Dentro del horno 91 de deposición de vapor químico, están previstas unas palas de agitación 93 accionadas por un motor 95, que agitan el interior del horno
40 91 de deposición de vapor químico. Al horno 91 de deposición de vapor químico, se proporciona una abertura de suministro de fuente de deposición de vapor de carbono abierto para suministrar una fuente de deposición de vapor de carbono junto con un gas inerte al horno 91 de deposición de vapor químico, una abertura b de suministro de gas inerte para suministrar un gas inerte al interior del horno 91 de deposición de vapor químico, y se proporciona una abertura c de escape de gas para extraer un gas dentro del horno 91 de deposición de vapor químico al exterior del
45 horno 91. Al horno 91 de deposición de vapor químico, se proporciona un calentador para calentar el interior del horno 91 de deposición de vapor químico (no ilustrado). La abertura 99 de recuperación de material de carbono del electrodo negativo está conectada a través de una válvula 101 de conexión/desconexión a un contenedor 103.

Al usar este aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, se fabrica un material de carbono de electrodo negativo de la siguiente manera. En primer lugar, en el interior del horno 91 de deposición de vapor químico,
50 se suministran partículas de grafito. Las partículas de grafito suministradas al interior del horno 91 de deposición de vapor químico son calentadas por el calentador no ilustrado, mientras se encuentran en estado fluido dentro del horno 91 de deposición de vapor químico por la corriente ascendente de un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte, y la agitación provocada por las palas 93 de agitación. Cuando la temperatura dentro del horno 91 de deposición de vapor químico alcanza 650 a 1200°C, se suministra una fuente para la deposición de
55 vapor de carbono a través de la abertura de suministro de la fuente de deposición de vapor de carbono al interior del

5 horno 91 de deposición de vapor químico. La fuente de deposición de vapor de carbono suministrada al interior del horno 91 de deposición de vapor químico entra en contacto con la superficie de las partículas de grafito, junto con pirolicés, depositando de este modo vapor en la superficie de las partículas de grafito. De esta forma, se obtienen las partículas de grafito sobre cuya superficie se deposita el carbono pirolizado, en otras palabras, el material de carbono de electrodo negativo.

10 El interior del horno 91 de deposición de vapor químico está en una atmósfera no oxidante mediante un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte, para evitar la oxidación rápida de las partículas de grafito o el material de carbono de electrodo negativo. El material de carbono de electrodo negativo formado dentro del horno 91 de deposición de vapor químico por el tratamiento químico de depósito de vapor descrito anteriormente se enfría bajo la atmósfera no oxidante dentro del horno 91 de deposición de vapor químico, hasta que la temperatura alcanza una temperatura a la cual el material de carbono del electrodo negativo no se oxida incluso bajo una atmósfera que contiene oxígeno. Por lo tanto, la temperatura dentro del horno 91 de deposición de vapor químico después de sacar el material de carbono del electrodo negativo del horno 91 de deposición de vapor químico disminuye a 500°C o menos.

15 Cuando se fabrica una pluralidad de lotes de materiales de carbono de electrodo negativo utilizando este aparato convencional 900 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, la temperatura dentro del horno 91 de deposición de vapor químico en el suministro de partículas de grafito al interior del horno 91 de deposición de vapor químico baja. En consecuencia, la temperatura dentro del horno debe recuperarse (elevarse) a una temperatura a la cual se puede iniciar el tratamiento químico de depósito de vapor.

20 Obsérvese que cuando se queman partículas precursoras basadas en carbono, no es necesario un suministro de la fuente para la deposición de vapor de carbono a través de la abertura de suministro de fuente de deposición de vapor de carbono al horno 91 de deposición de vapor químico, sino solo un suministro de un gas inerte suministrado a través de la abertura de suministro de gas b inerte es suficiente para el tratamiento de carbonización. A partir del carbono quemado anteriormente descrito, puede obtenerse el material de carbono de electrodo negativo sobre el que se ha depositado químicamente vapor de carbono pirolizado con el uso del horno de deposición de vapor químico, como las partículas de grafito. El uso del horno de deposición de vapor químico hace que también sea posible llevar a cabo un tratamiento de carbonización y un tratamiento químico de deposición de vapor en paralelo.

25 Debido a que se incluyen las etapas de enfriamiento y elevación de temperatura descritos anteriormente, en un proceso para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, el tiempo de uso del horno de deposición de vapor químico y el horno de carbonización es largo. Por lo tanto, la eficiencia productiva es pobre.

30 El documento US 2008/0160191 A1 describe un equipo para la fabricación de un compuesto de grafito y catalizador utilizado para la síntesis de diamante. El equipo comprende una cascada de cámaras de calefacción y salas de galvanoplastia, donde el grafito se chapea con el catalizador. El equipo incluye además una sala de enfriamiento y pasivación.

35 Resumen de la invención

Problema técnico

40 Un objeto de la presente invención es proporcionar un aparato de fabricación de material de carbono de electrodo negativo para fabricar eficazmente un material de carbono de electrodo negativo acortando el tiempo de uso de un horno de tratamiento térmico tal como un horno de carbonización o un horno de deposición de vapor químico para etapas (enfriamiento y aumento de la temperatura) que no sean el tratamiento térmico (tratamiento de carbonización o deposición de vapor químico) en la fabricación de un material de carbono de electrodo negativo, y un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo mediante el uso del aparato.

Solución al problema

45 Los presentes inventores han llevado a cabo un examen para resolver los problemas descritos anteriormente. Como resultado, la presente invención se ha logrado basándose en el descubrimiento de que conectar un tanque de enfriamiento que incluye un medio de enfriamiento al horno de tratamiento térmico de manera hermética puede mantener el horno de tratamiento térmico a alta temperatura y así fabricar de manera efectiva un material de carbono de electrodo negativo.

La presente invención para resolver los problemas descritos anteriormente se menciona a continuación.

50 [1] Un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio mediante tratamiento térmico (carbonización o tratamiento de deposición de vapor químico) partículas de carbono (partículas de grafito o partículas precursoras basadas en carbono) mientras hace fluir las partículas de carbono

descritas anteriormente dentro de un horno de tratamiento térmico, el aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio incluye

5 un horno de tratamiento térmico (un horno de carbonización o un horno de deposición de vapor químico) provisto de una abertura de suministro de partículas de carbono para suministrar las partículas de carbono al interior, y una
 5 abertura de recuperación de material de carbono de electrodo negativo para sacar el material de carbono del electrodo negativo del interior, un calentador para calentar el interior del horno de tratamiento térmico a una temperatura predeterminada proporcionada a lo largo de la periferia exterior del horno de tratamiento térmico y palas de agitación accionadas por un motor y configuradas para provocar un flujo de partículas de carbón suministradas al horno por medio de un gas inerte suministrado al interior del horno, y

10 un tanque de enfriamiento conectado de manera hermética a la abertura de recuperación de material de carbono del electrodo negativo del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente, que permite que el interior del tanque se enfíe bajo una atmósfera no oxidante, y provisto de una camisa de enfriamiento para enfriar el interior del tanque de enfriamiento mediante un refrigerante y sacudir las palas accionadas por un motor.

15 [2] El aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con [1], en el que el horno de tratamiento térmico es un horno de carbonización o un horno de deposición de vapor químico.

[3] El aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con [1], en el que, a la abertura de suministro de partículas de carbono, está conectado un tanque de precalentamiento provisto de un medio que calienta preliminarmente las partículas de carbono bajo una atmósfera no oxidante.

20 [4] Un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio, incluye

una etapa de suministro de partículas de carbón para suministrar partículas de carbono (partículas de grafito o partículas precursoras basadas en carbono) al interior de un horno de tratamiento térmico,

25 una etapa de tratamiento térmico que hace el tratamiento térmico (tratamiento por carbonización o deposición de vapor químico) de las partículas de carbono descritas anteriormente a 650°C o más mientras se hace fluir las partículas dentro del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente para producir el material de carbono de electrodo negativo,

30 una etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo de transportar el material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento térmico desde el interior del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente (un horno de carbonización o un horno de deposición de vapor químico) a un tanque de enfriamiento, y

una etapa de enfriamiento que permite enfriar el interior del tanque de enfriamiento bajo una atmósfera no oxidante, y repetir estos pasos secuencialmente,

35 el método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, en el que la etapa de suministro de partículas de carbono se lleva a cabo después de la etapa de transporte de material de carbono del electrodo negativo suministra partículas de carbono al interior del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente que tiene una temperatura de 650°C o superior.

40 [5] El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con [4], en el que la etapa de tratamiento térmico descrita anteriormente es una etapa de carbonización de calentamiento de las partículas de carbono descritas anteriormente (partículas precursoras basadas en carbono) para 800 a 1200°C mientras hacen que las partículas de carbón fluyan dentro del horno de tratamiento térmico.

45 [6] El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con [4], en el que la etapa de tratamiento térmico descrita anteriormente es una etapa de tratamiento de deposición de vapor químico para poner en contacto una fuente de deposición de vapor de carbono con la superficie de las partículas de carbono descritas anteriormente (partículas de grafito o partículas precursoras basadas en carbono) mientras hacen fluir las partículas de carbono dentro del horno de tratamiento térmico, junto con pirolizar la fuente descrita anteriormente para la deposición de vapor de carbono de 650 a 1200°C para depositar vapor de carbono pirolizado en la superficie de las partículas de carbono descritas anteriormente.

50 [7] El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con [4], en el que las partículas de carbono suministradas al interior del horno de tratamiento térmico en

la etapa de suministro de partículas de carbono son partículas de carbono calentadas preliminarmente de 100 a 1200°C.

5 [8] El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con [4], en el que las partículas de carbono son cualquiera de una resina fenólica, una resina de ácido naftalensulfónico, cloruro de polivinilideno, carboximetilcelulosa, una resina de poliacrilonitrilo, cloruro de polivinilo y un coque de gilsonita;

una etapa de mesofase de petróleo o una etapa de mesofase de carbón, y un coque de petróleo o un coque de brea de carbón obtenido carbonizando la etapa de mesofase de 300 a 500°C; y

un grafito natural y un grafito artificial.

10 Efectos ventajosos de la invención

15 El aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención puede, después del tratamiento térmico, transportar inmediatamente el material de carbono de electrodo negativo producido dentro del horno de tratamiento térmico al tanque de enfriamiento. Por lo tanto, el interior del horno de tratamiento térmico puede mantenerse a alta temperatura. Como resultado, cuando el material de carbono del electrodo negativo se fabrica continuamente, se puede reducir el tiempo requerido para enfriar el interior del horno de tratamiento térmico, así como el tiempo y la energía requeridos para elevar la temperatura del horno de tratamiento térmico en la fabricación para el segundo lote o posteriormente como en el caso convencional.

Breve descripción de los dibujos

20 La figura 1 es un diagrama de bloques que ilustra un ejemplo de un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención.

La figura 2 es un diagrama de bloques que ilustra otro ejemplo de composición de un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención.

La figura 3 es un diagrama de bloques que ilustra aún otro ejemplo de composición de un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención.

25 La figura 4 es un gráfico que ilustra un ejemplo de cambios de temperatura dentro de un horno de tratamiento térmico cuando se fabrica un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención y un método de fabricación convencional.

La figura 5 es un diagrama de bloques que ilustra un ejemplo de un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo convencional.

30 Descripción de las realizaciones

(1) Aparato para fabricar material de carbono de electrodo negativo

35 Un aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención incluye un horno de tratamiento térmico y un tanque de enfriamiento. El horno de tratamiento térmico incluye una abertura de suministro de partículas de carbono para suministrar partículas de carbono al interior del horno de tratamiento térmico y una abertura de recuperación de material de carbono de electrodo negativo para extraer el material de carbono del electrodo negativo del interior del horno de tratamiento de calor. La abertura de recuperación de material de carbono del electrodo negativo del horno de tratamiento térmico está conectada de manera hermética al tanque de enfriamiento. El volumen interior del tanque de enfriamiento es igual o mayor que, preferiblemente de 1 a 5 veces más grande que el volumen de partículas de carbono tratadas por lote dentro del horno de tratamiento térmico.

40 La figura 1 es un diagrama de bloques que ilustra un ejemplo del aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención. En la figura 1, el signo 100 de referencia representa el aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, y en la parte superior del horno 11 de tratamiento térmico cilíndrico, se forma la abertura 17 de suministro de partículas de carbono, mientras que, en la parte inferior de la misma, se forma la abertura 19 de recuperación del material de carbono del electrodo negativo. Dentro del horno 11 de tratamiento térmico, están previstas unas palas 13 de agitación accionadas por un motor 15 unido a la parte superior del horno 11 de tratamiento térmico, que agitan el interior del horno 11 de tratamiento térmico. En la parte inferior del horno 11 de tratamiento térmico, se forma una abertura b de suministro de gas inerte para suministrar un gas inerte al interior del horno 11 de tratamiento térmico. En la parte superior del horno

45

11 de tratamiento térmico, se forma una abertura c de escape de gas para expulsar un gas dentro del horno 11 de tratamiento térmico al exterior del horno 11. Al horno 11 de tratamiento térmico, se proporciona un calentador que es un medio que calienta el interior del horno 11 de tratamiento térmico a una temperatura predeterminada a lo largo de la periferia exterior del horno 11 de tratamiento térmico (no ilustrado).

5 La abertura 19 de recuperación de material de carbono del electrodo negativo está conectada de una manera hermética a través de una válvula 21 de conexión/desconexión al tanque 23 de enfriamiento. A la parte de la periferia exterior y a la parte de la pared inferior del tanque 23 de enfriamiento, se proporciona una camisa de enfriamiento para refrigerar el interior del tanque 23 de enfriamiento mediante un refrigerante como un medio de enfriamiento. Dentro del tanque 23 de enfriamiento, están previstas unas palas 25 de agitación accionadas por un motor 27, que agitan el interior del tanque 23 de enfriamiento. En la parte inferior del tanque 23 de enfriamiento, se forma una abertura 29 de recuperación para un material de carbono de electrodo negativo. El signo 28 de referencia representa una válvula de apertura de recuperación para abrir o cerrar la abertura 29 de recuperación. El signo d de referencia representa una abertura de suministro de gas inerte para suministrar un gas inerte al interior del tanque 23 de enfriamiento.

15 La figura 2 es un diagrama de bloques que ilustra otro ejemplo de composición del aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención. Este aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo tiene el horno de tratamiento térmico de la Fig. 1 compuesto como un horno de deposición de vapor químico. La composición similar a la de la Fig. 1 tiene el mismo signo de referencia que en la Fig. 1, y se omite la descripción de la composición. En la figura 2, el signo de referencia 200 representa el aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, y en la parte inferior del horno 211 de deposición de vapor químico cilíndrico, un suministro de fuente de deposición de vapor de carbono que se abre para suministrar una fuente para la deposición de vapor de carbono en el interior del horno 211 de deposición de vapor químico, y se forma la abertura b de suministro de gas inerte para suministrar un gas inerte al interior del horno 211 de deposición de vapor químico. Tenga en cuenta que la abertura de suministro de la fuente de deposición de vapor de carbono a puede ser la misma que la abertura b de suministro de gas inerte.

25 La figura 3 es un diagrama de bloques que ilustra aún otro ejemplo de composición del aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención. La composición similar a la de la Fig. 1 tiene el mismo signo de referencia que en la Fig. 1, y se omite la descripción de la composición. En la figura 3, el signo 300 de referencia representa el aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, y el signo 31 de referencia representa un tanque de precalentamiento. A la pared externa del tanque 31 de precalentamiento, se proporciona un calentador para calentar el interior del mismo (no ilustrado). El signo de referencia e representa una abertura de suministro de gas inerte para suministrar un gas inerte al interior del tanque 31 de precalentamiento. A la parte inferior del tanque 31 de precalentamiento, un extremo de un tubo 32 de suministro está conectado de manera hermética, mientras que otro extremo del mismo está conectado herméticamente a través de una válvula 33 de abertura y cierre a la abertura 17 de suministro de partículas de carbono.

35 Como horno de tratamiento térmico del aparato para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, se puede usar un horno de carbonización conocido convencionalmente y públicamente o un horno de deposición de vapor químico. Como tanque de enfriamiento, se puede usar cualquier contenedor, siempre que el contenedor incluya una camisa de enfriamiento para refrigerar el interior del tanque con un refrigerante como el agua, lo que permite que el interior del tanque se enfríe en una atmósfera no oxidante. Es preferible que el tanque de enfriamiento incluya un dispositivo de agitación. El tanque de enfriamiento se puede componer con el uso de, por ejemplo, un mezclador Henschel que tiene una pala que puede girar a alta velocidad en un recipiente cilíndrico. Como el tanque de precalentamiento, se puede usar cualquier contenedor, siempre que el contenedor pueda calentar y agitar bajo una atmósfera no oxidante. Un ejemplo del gas inerte para formar una atmósfera no oxidante incluye un gas nitrógeno, un gas argón o un gas helio.

45 (2) Método para fabricar material de carbono de electrodo negativo

Se hace una descripción de los siguientes dos tipos de métodos para fabricar dos o más lotes de materiales de carbono de electrodo negativo en sucesión utilizando el aparato 100 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención.

(2-1) Fabricación de material de carbono de electrodo negativo a base de carbono

50 En lo sucesivo, se realiza una descripción de un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo basado en carbono, que incluye carbonizar partículas precursoras basadas en carbono utilizando el aparato 100 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención.

Este método de fabricación es un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, que incluye una etapa de suministro de partículas de precursor basadas en carbono al interior de un horno de tratamiento térmico (un horno de carbonización),

una etapa de tratamiento térmico para calentar las partículas precursoras basadas en carbono descritas anteriormente a 800 a 1200°C mientras hacen que las partículas fluyan dentro del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente, carbonizando de ese modo las partículas precursoras basadas en carbono descritas anteriormente para producir el material de carbono de electrodo negativo, y

- 5 una etapa para transportar material de carbono de electrodo negativo de transportar el material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento térmico producido en la etapa de tratamiento térmico desde el interior del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente a un tanque de enfriamiento,

el método de repetir las etapas secuencialmente, en el que la etapa de suministrar partículas precursoras a base de carbono llevadas a cabo después de la etapa de transportar material de carbono de electrodo negativo suministra
10 partículas de precursor basadas en carbono hacia el interior del horno de tratamiento térmico descrito anteriormente tiene una temperatura de 650°C o superior.

En primer lugar, las partículas de precursor basadas en carbono se suministran al interior del horno 11 de tratamiento térmico. A partir de la fabricación para el segundo lote, las partículas precursoras basadas en carbono se suministran al interior del horno 11 de tratamiento térmico de acuerdo con la etapa de suministro de partículas de precursor basado
15 en carbono como se describe a continuación.

Un ejemplo de las partículas precursoras basadas en carbono incluye partículas precursoras basadas en carbono duro y partículas precursoras basadas en carbono blando. Un ejemplo de las partículas precursoras basadas en carbono duro incluye partículas pulverizadas y clasificadas de una resina fenólica, una resina de ácido naftalensulfónico, cloruro de polivinilideno, carboximetilcelulosa, una resina de poliacrilonitrilo o similares. Un ejemplo de partículas precursoras
20 basadas en carbono blando incluye partículas pulverizadas y clasificadas de cloruro de polivinilo, un coque de gilsonita, una etapa mesofásico de petróleo o carbón y un coque de petróleo o un coque de brea de carbón obtenido carbonizando el alquitrán de 300 a 500°C (un tratamiento de calcinación) o similar. Las partículas precursoras basadas en carbono tienen un diámetro de partícula de preferiblemente 1 a 100 µm, más preferiblemente de 5 a 20 µm, particularmente preferiblemente de 5 a 10 µm.

25 [Etapa de elevación de temperatura y etapa de tratamiento térmico]

Las partículas precursoras basadas en carbono suministradas al interior del horno 11 de tratamiento térmico permanecen en una condición de fluido dentro del horno 11 de tratamiento térmico mediante la agitación provocada por las palas 13 de agitación, y la corriente ascendente de un gas inerte suministrado a través de la abertura b y es expulsada a través de la abertura c de escape del gas. Las partículas se calientan a 800 a 1200°C por el calentador
30 (no ilustrado), mientras se mantienen en esta condición, por lo que se queman. De esta manera, se obtiene el material de carbono de electrodo negativo basado en carbono (en lo sucesivo, también denominado simplemente material de carbono de electrodo negativo). Durante este tiempo, el interior del horno 11 de tratamiento térmico está en una atmósfera no oxidante mediante un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte.

La temperatura de tratamiento térmico es de 800 a 1200°C, preferiblemente de 950 a 1200°C. El tiempo de tratamiento térmico no está limitado en particular, pero generalmente es de 1 a 5 horas después de que la temperatura sube. Como horno de tratamiento térmico, se puede usar un horno de tratamiento térmico convencional y públicamente conocido, así como el siguiente horno de deposición de vapor químico. La presión no está limitada en particular, pero generalmente está a una presión atmosférica. Durante el tratamiento térmico, la válvula 21 de conexión/desconexión está cerrada.
35

40 [Etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo]

El material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento térmico se transporta desde el horno 11 de tratamiento térmico descrito anteriormente que tiene una temperatura de 800 a 1200°C al tanque 23 de enfriamiento. En otras palabras, la válvula 21 de conexión/desconexión se abre, y el material de carbono del electrodo negativo se transporta a través de la válvula 21 de conexión/desconexión al tanque 23 de enfriamiento. El transporte
45 se lleva a cabo por caída libre o con el uso de un transportador de polvo conocido públicamente. Después de completar el transporte, la válvula 21 de conexión/desconexión se cierra.

[Etapa de enfriamiento]

El material de carbono de electrodo negativo transportado al interior del tanque 23 de enfriamiento se enfría a 100°C o menos dentro del tanque 23 de enfriamiento. En otras palabras, el material de carbono de electrodo negativo transportado al interior del tanque 23 de enfriamiento se somete a intercambio de calor con el refrigerante que fluye dentro de la camisa de enfriamiento del tanque 23 de enfriamiento, mientras se agita por las palas de agitación 25, por lo tanto, se enfría. Cuando la temperatura del material de carbono del electrodo negativo dentro del tanque 23 de enfriamiento es de 100°C o inferior, el material se saca a través de la abertura 29 de recuperación al exterior del tanque
50

23 de enfriamiento. Es preferible que el material de carbono de electrodo negativo dentro del tanque 23 de enfriamiento se enfríe bajo una atmósfera no oxidante hasta que la temperatura alcance aproximadamente 100°C, para evitar la oxidación.

[Etapas de suministro de partículas de precursor basado en el carbono]

5 En la etapa de transporte de material de carbono de electrodos negativos descrita anteriormente, después de que todo el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno 11 de tratamiento térmico se transporta al interior del tanque 23 de enfriamiento, la válvula 21 de conexión/desconexión se cierra y las partículas precursoras basadas en la fabricación del próximo lote se suministran al interior del horno 11 de tratamiento térmico. En el método de fabricación, debido a que la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo y la etapa de suministro de partículas de precursor basadas en carbono se llevan a cabo casi continuamente, la temperatura dentro del horno 10 11 de tratamiento térmico cuando se suministran partículas precursoras basadas en carbono no disminuyen significativamente la temperatura que se mantiene a 650°C o más, preferiblemente desde 800 a 1200°C. Cuando la fabricación se lleva a cabo de esta manera, debido a que la temperatura dentro del horno 11 de tratamiento térmico se mantiene alta, se reduce el tiempo y la energía requeridos para calentar el interior del horno 11 de tratamiento 15 térmico de 800 a 1200°C en la etapa de elevación de temperatura.

En el método de fabricación, en el horno 11 de tratamiento térmico, la etapa de tratamiento térmico, la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo y la etapa de suministro de partículas de precursor basadas en carbono se llevan a cabo en serie. Cuando las partículas precursoras basadas en carbono suministradas al interior del horno 11 de tratamiento térmico se calientan preliminarmente, la etapa de aumento de temperatura puede 20 acortarse u omitirse adicionalmente. Cuando las partículas precursoras basadas en carbono se calientan preliminarmente, se utiliza el tanque 31 de precalentamiento del aparato 300 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo. En otras palabras, para el tanque 31 de precalentamiento, se proporciona el calentador no ilustrado, y con el uso de este calentador, las partículas precursoras basadas en carbono que se van a suministrar al interior del horno 11 de tratamiento térmico se calientan preliminarmente bajo una atmósfera no oxidante. De esta 25 forma, la etapa de aumento de la temperatura llevada a cabo dentro del horno 11 de tratamiento térmico puede acortarse u omitirse. Cuando las partículas precursoras basadas en carbono se calientan preliminarmente, la temperatura es de 100 a 1000°C, preferiblemente de 300 a 950°C, particularmente preferiblemente de 500 a 800°C.

Es preferible que la etapa de suministro de partículas de precursor basadas en carbono que debe llevarse a cabo después de la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo se lleve a cabo rápidamente antes de 30 que la temperatura dentro del horno de tratamiento térmico disminuya, preferiblemente cuando la temperatura sea de 650°C o más alto, particularmente de 800 a 1000°C.

En el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, después del tratamiento térmico, el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno de tratamiento térmico se transporta inmediatamente al tanque de enfriamiento, y se lleva a cabo el enfriamiento en el tanque de enfriamiento. Por lo tanto, la temperatura dentro del 35 horno de tratamiento térmico se mantiene alta, de modo que cuando el material de carbono de electrodo negativo se fabrica en sucesión, el tiempo requerido para la etapa de aumento de temperatura para el segundo lote o posteriormente es corto. De esta forma, el tiempo requerido para la fabricación por lote puede acortarse en comparación con el convencional.

En el método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, el 40 tratamiento térmico se lleva a cabo en una condición tal que las partículas precursoras basadas en carbono fluyen por el flujo de aire provocado por las palas de agitación y un gas inerte suministrado al interior del horno de tratamiento térmico. Por lo tanto, la eficacia del tratamiento térmico es mayor, en comparación con un tratamiento térmico convencional que se lleva a cabo con un horno túnel, un horno lanzadera, un horno empujador, un horno de sombrero superior o un horno con solera rodante que tiene un lecho fijo. Cuando el tratamiento térmico de las partículas 45 precursoras basadas en carbono se lleva a cabo en un lecho fluido de esta manera, la temperatura del tratamiento térmico es de 800 a 1200°C. El carbono obtenido es más uniforme y tiene menos desigualdades en la carbonización, en comparación con el obtenido mediante un tratamiento térmico llevado a cabo con un horno túnel, un horno lanzadera, un horno de empuje, un horno de sombrero superior o un horno con rodillos. horno. El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención puede proporcionar una excelente 50 transferencia de calor a partículas precursoras basadas en carbono, y producir continuamente un carbono de alta calidad, con el resultado de que se reduce el coste de producción.

(2-2) Fabricación de material de carbono de electrodo negativo en el que la fuente para la deposición de vapor de carbono se deposita en fase de vapor

En lo sucesivo, se realiza una descripción de un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo en el que las partículas de carbono se depositan en vapor con una fuente para deposición de vapor de carbono utilizando el aparato 200 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente 55 invención.

Este método de fabricación es un método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo, que incluye una etapa de suministro de partículas de carbono para el suministro de partículas de carbono al interior de un horno de deposición de vapor químico,

5 una etapa de tratamiento químico de deposición de vapor para generar una fuente de deposición de vapor de carbono en contacto con la superficie de las partículas de carbono descritas anteriormente hacen que las partículas de carbono descritas anteriormente fluyan dentro del horno de deposición de vapor químico descrito anteriormente, junto con pirolizar la fuente descrita anteriormente para la deposición de vapor de carbono a 650 a 1200°C, por lo tanto depositar un carbono de vapor pirolizado en la superficie de las partículas de carbono descritas anteriormente, y una etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo de transportar el material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico desde el horno de deposición de vapor químico descrito anteriormente que tiene una temperatura de 650 a 1200°C a un tanque de enfriamiento,

y repetir estas etapas secuencialmente,

15 en donde la etapa de suministro de partículas de carbono llevada a cabo después de la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo suministra partículas de carbono al interior del horno de deposición de vapor químico descrito anteriormente que tiene una temperatura de 650 a 1200°C.

En primer lugar, las partículas de carbono se suministran al interior del horno 211 de deposición de vapor químico. A partir de la fabricación para el segundo lote, las partículas de carbono se suministran al interior del horno 211 de deposición de vapor químico de acuerdo con la etapa de suministro de partículas de carbono como se describe a continuación.

20 Un ejemplo de las partículas de carbono incluye el material de carbono de electrodo negativo basado en carbono descrito anteriormente o partículas de grafito.

25 Un ejemplo de las partículas de grafito incluye partículas de grafito de un grafito natural, partículas de grafito de un grafito artificial o similar que se tritura si es necesario, partículas de grafito procesadas esféricamente, partículas de grafito granulado o partículas de grafito en forma de huso compactado. Las partículas de grafito tienen un diámetro de partícula de preferiblemente 1 a 100 µm, más preferiblemente de 5 a 25 µm, particularmente preferiblemente de 10 a 20 µm.

[Etapa de elevación de temperatura]

30 Las partículas de carbono suministradas al interior del horno 211 de deposición de vapor químico permanecen en estado fluido dentro del horno 211 de deposición de vapor químico por la agitación provocada por las palas de agitación 13 y la corriente ascendente de un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte y agotando a través de la abertura c de escape de gas. Las partículas se calientan a 650 a 1200°C por el calentador (no se ilustra), mientras se mantienen en esta condición. Durante este tiempo, el interior del horno 211 de deposición de vapor químico está en una atmósfera no oxidante mediante un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte. La finalización de la etapa de aumento de temperatura conduce a la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico.

[Etapa de tratamiento de deposición de vapor químico]

40 Se suministra una fuente para la deposición de vapor de carbono diluida con un gas inerte a través de la abertura a de suministro de fuente de deposición de vapor de carbono y la abertura b de suministro de gas inerte al interior del horno 211 de deposición de vapor químico. La fuente de deposición de vapor de carbono suministrada al interior de los pirolizadores a 650 a 1200°C, juntos entran en contacto con la superficie de las partículas flotantes de carbono dentro del horno 211 de deposición de vapor químico en una condición de fluido. De esta manera, se obtienen las partículas de carbono en las que la superficie de las partículas de carbono se deposita en fase de vapor con el carbono pirolizado (en lo sucesivo, también denominado "material de carbono de electrodo negativo"). Durante este tiempo, el interior del horno 211 de deposición de vapor químico está en una atmósfera no oxidante mediante un gas inerte suministrado a través de la abertura b de suministro de gas inerte. Además, durante este tiempo, la válvula 21 de conexión/desconexión está cerrada.

[Etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo]

50 El material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico es transportado desde el horno 211 de deposición de vapor químico descrito anteriormente que tiene una temperatura de 650 a 1200°C al tanque 23 de enfriamiento. En otras palabras, la válvula 21 de conexión/desconexión se abre, y el material de carbono del electrodo negativo se transporta a través de la válvula 21 de conexión/desconexión al tanque

23 de enfriamiento. El transporte se lleva a cabo por caída libre o con el uso de un transportador de polvo conocido públicamente. Después de completar el transporte, la válvula 21 de conexión/desconexión se cierra.

[Etapa de enfriamiento]

5 El material de carbono de electrodo negativo descrito anteriormente transportado al interior del tanque 23 de enfriamiento antes descrito se enfría a 100°C o menos dentro del tanque 23 de enfriamiento. En otras palabras, el material de carbono de electrodo negativo transportado al interior del tanque 23 de enfriamiento está sujeto a intercambio de calor con el refrigerante fluyendo dentro de la camisa de enfriamiento del tanque 23 de enfriamiento, mientras se agita por las palas de agitación 25, por lo tanto, se enfría. Cuando la temperatura del material de carbono del electrodo negativo dentro del tanque 23 de enfriamiento es de 100°C o inferior, el material se saca a través de la
10 abertura 29 de recuperación al exterior del tanque 23 de enfriamiento. Es preferible que el material de carbono de electrodo negativo dentro del tanque 23 de enfriamiento se enfríe en una atmósfera no oxidante hasta que la temperatura alcance aproximadamente 100°C, con el fin de evitar la combustión.

[Etapa de suministro de partículas de carbono]

15 Después de que todo el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno 211 de deposición de vapor químico se transporta al tanque 23 de enfriamiento, la válvula 21 de conexión/desconexión se cierra y se suministran nuevas partículas de carbono en la fabricación del siguiente lote al interior del horno 211 de deposición de vapor químico. En el método de fabricación, debido a que la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo y la etapa de suministro de partículas de carbono se llevan a cabo casi continuamente, la temperatura dentro del horno 211 de deposición de vapor químico cuando se suministran las partículas de carbono no disminuye tan
20 significativamente que la temperatura se mantiene entre 650 y 1200°C. Cuando la fabricación se lleva a cabo de esta manera, debido a que la temperatura dentro del horno 211 de deposición de vapor químico es de 650 a 1200°C, el tiempo y la energía requeridos para calentar el interior del horno 211 de deposición de vapor químico a 650 a 1200°C en la etapa de aumento de la temperatura se reducen.

25 En el método de fabricación, en el horno 211 de deposición de vapor químico, la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico, la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo y la etapa de suministro de partículas de carbono se llevan a cabo en serie. Cuando las partículas de carbono suministradas al interior del horno 211 de deposición de vapor químico se calientan preliminarmente, la etapa de aumento de temperatura puede acortarse u omitirse adicionalmente. Cuando las partículas de carbono se calientan preliminarmente, se utiliza el tanque 31 de precalentamiento del aparato 300 para fabricar un material de carbono de electrodo negativo. En otras
30 palabras, para el tanque 31 de precalentamiento, se proporciona el calentador no ilustrado, y con el uso de este calentador, las partículas de carbono que se van a suministrar al interior del horno 211 de deposición de vapor químico se calientan preliminarmente con un agente bajo una atmósfera no oxidante. De esta forma, la etapa de aumento de temperatura llevada a cabo dentro del horno 211 de deposición de vapor químico puede acortarse u omitirse. Cuando las partículas de carbono se calientan preliminarmente, la temperatura es de 100 a 1200°C, preferiblemente de 300 a
35 1000°C, particularmente preferiblemente de 500 a 800°C.

La figura 4 es un gráfico que ilustra un ejemplo de los cambios de temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico cuando se fabrican aproximadamente 120 kg del material de carbono de electrodo negativo por lote de acuerdo con la presente invención y un método de fabricación convencional. En la figura 4, la línea continua representa el cambio de temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico para el método de fabricación de acuerdo
40 con la presente invención, y la línea discontinua representa el cambio de temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico para el método de fabricación convencional.

En la figura 4, el signo de referencia p1 al signo de referencia q1 corresponde a una etapa de aumento de temperatura en el método de fabricación convencional, en el que las partículas de grafito se calientan a aproximadamente 1000°C, mientras fluyen dentro del horno de deposición de vapor químico en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia
45 q1 al signo de referencia r1 corresponde a una etapa de tratamiento de deposición de vapor químico en el método de fabricación convencional, en el que la superficie de las partículas de grafito se deposita en vapor con un carbono pirolizado dentro del horno de deposición química en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia r1 al signo de referencia s1 corresponde a una etapa de enfriamiento en el método de fabricación convencional, en el que la temperatura se enfría a una temperatura (aproximadamente 500°C) o inferior que permite el material de carbono del electrodo negativo que se ha sometido al tratamiento de deposición de vapor químico para ser sacado al exterior (una
50 atmósfera oxidante). El signo de referencia s1 corresponde a la extracción del material de carbono del electrodo negativo en el método de fabricación convencional, en el que se abre el horno de deposición de vapor químico, y el material de carbono del electrodo negativo se saca del interior del horno al su exterior. Durante este tiempo, el interior del horno de deposición de vapor químico tiene una temperatura de aproximadamente 500°C. El tiempo requerido para la fabricación es de aproximadamente 300 minutos por lote.
55

En la figura 4, el signo A1 de referencia al signo B1 de referencia corresponde a la etapa de aumento de temperatura en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que las partículas de grafito se calientan a

aproximadamente 1000°C, mientras fluyen dentro del horno de deposición de vapor químico en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia B1 al signo de referencia C1 corresponde a la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que la superficie de las partículas de grafito se deposita en vapor con un carbono pirolizado dentro del horno de deposición química en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia C1 al signo de referencia D1 corresponde a la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno de deposición de vapor químico se transporta al tanque de enfriamiento. Durante este tiempo, la temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico disminuye a aproximadamente 750°C. El signo de referencia D1 al signo de referencia A2 corresponde a la etapa de suministro de partícula de grafito, en el que las partículas de grafito utilizadas para la fabricación del siguiente lote (en el dibujo, el segundo lote) se suministran al interior del horno de deposición de vapor químico. El signo de referencia A2 al signo de referencia B2 corresponde a la etapa de aumento de temperatura para el segundo lote en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que las partículas de grafito se calientan a aproximadamente 1000°C, mientras fluyen dentro del horno de deposición de vapor químico en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia B2 al signo de referencia C2 corresponde a la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico para el segundo lote en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que la superficie de las partículas de grafito se deposita en vapor con un carbono pirolizado dentro del horno de deposición de producto químico en una atmósfera no oxidante. El signo de referencia C2 al signo de referencia D2 corresponde a la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo para el segundo lote en el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, en el que el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno de deposición de vapor químico se transporta a el tanque de enfriamiento. Durante este tiempo, la temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico disminuye a aproximadamente 750°C. El tiempo requerido para la fabricación es de aproximadamente 150 minutos por lote. Tenga en cuenta que el material de carbono del electrodo negativo transportado al tanque de enfriamiento se enfría a aproximadamente 80°C dentro del tanque de enfriamiento. El enfriamiento se lleva a cabo bajo una atmósfera no oxidante hasta que la temperatura alcance alrededor de 650°C. El tiempo requerido para enfriar a 80°C es de aproximadamente 60 minutos. La etapa de enfriamiento puede avanzarse junto con la etapa de elevación de temperatura descrita anteriormente y la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico en paralelo.

Es preferible que la etapa de suministro de partículas de grafito que se va a llevar a cabo después de la etapa de transporte de material de carbono del electrodo negativo se lleve a cabo rápidamente antes de que la temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico disminuya, preferiblemente cuando la temperatura sea de 650°C a 1200°C.

En el método de fabricación de acuerdo con la presente invención, después del tratamiento químico de deposición de vapor, el material de carbono de electrodo negativo dentro del horno de deposición de vapor químico se transporta inmediatamente al tanque de enfriamiento, y se lleva a cabo enfriamiento en el tanque de enfriamiento. Por lo tanto, la temperatura dentro del horno de deposición de vapor químico se mantiene alta, de modo que cuando el material de carbono de electrodo negativo se fabrica en sucesión, el tiempo requerido para la etapa de aumento de temperatura para el segundo lote o después es corto. De esta forma, el tiempo requerido para la fabricación por lote puede acortarse en comparación con el convencional.

En el método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la presente invención, la etapa de tratamiento de deposición de vapor químico se conoce convencional y públicamente. En otras palabras, la fuente de deposición de vapor de carbono entra en contacto con la superficie de las partículas de carbón fluidas dentro del horno de deposición de vapor químico por el flujo de aire causado por las palas de agitación y un gas inerte suministrado al interior del horno de deposición de vapor químico, junto con pirolíces, de modo que el carbono pirolizado se deposite químicamente en fase de vapor sobre la superficie de las partículas de carbono que fluyen dentro del horno de deposición de vapor químico. La temperatura de tratamiento para la deposición de vapor químico se ajusta preferiblemente entre 650 y 1200°C, particularmente preferiblemente entre 800 y 1050°C. La temperatura adecuada varía de acuerdo con la fuente de deposición de vapor de carbono utilizada para la deposición de vapor químico. Por ejemplo, el uso de acetileno como fuente de deposición de vapor de carbono permite la deposición de vapor químico a 650°C. Una temperatura superior a 1200°C no es preferible para el tratamiento con el fin de recubrir la superficie, porque el carbono crece hasta ser filamentosos o hollín, en lugar de crecer hasta ser transparente.

Un ejemplo de la fuente de deposición de vapor de carbono incluye un hidrocarburo aromático que incluye 1 anillo a 3 anillos como benceno, tolueno, xileno, estireno, etilbenceno, difenilmetano, difenilo, naftaleno, fenol, cresol, nitrobenceno, clorobenceno, indeno, cumarona, piridina, antraceno o fenantreno, y un derivado del mismo. Además, también se puede usar un aceite de alquitrán craqueado con petróleo o nafta fraccionado, o un aceite ligero de gas de carbón, aceite de creosota o aceite de antraceno obtenido mediante un proceso de destilación de alquitrán. Además, también se puede usar un hidrocarburo alifático tal como metano, etano, propano, butano, pentano o hexano, o un alcohol que es un derivado del mismo. También se puede usar un compuesto orgánico que tenga un doble enlace tal como acetileno, etileno, propileno, isopropileno o butadieno. Estos pueden usarse solos o como una mezcla. Especialmente, es preferible el benceno que no produce alquitrán en el momento del tratamiento de deposición química de vapor, o tolueno, xileno, estireno y un derivado del mismo.

5 En el tratamiento químico de deposición de vapor, la cantidad de carbono pirolizado depositado sobre la superficie de partículas de carbono se ajusta preferiblemente entre 0,2 y 30% en masa, más preferiblemente entre 3 y 20% en masa, particularmente preferiblemente entre 10 y 18 % en masa con respecto a todo el material de carbono de electrodo negativo. Cuando la cantidad es 0,2% en masa o más, se expresa el efecto de reducción del área de superficie para el material de electrodo negativo. Es indefendible que la cantidad sea más del 30% en masa, debido a que el efecto de mejora para la característica de la célula está casi saturado, y la adhesión entre las partículas llega a ser tan predominante que es fácil que ocurra un engrosamiento de las partículas.

10 En la presente invención, la atmósfera no oxidante significa que la concentración de oxígeno es inferior al 5% en volumen. La menor concentración de oxígeno es preferible. La atmósfera no oxidante está formada principalmente por un gas inerte tal como nitrógeno. Además, el gas inerte se utiliza para descargar oxígeno o la fuente que no ha reaccionado para la deposición de vapor de carbono desde el interior del horno de deposición de vapor químico, mientras que es importante como medio de fluidización para formar un lecho fluido. De acuerdo con lo anterior, la fuente para la deposición de vapor de carbono puede diluirse con un gas inerte tal como nitrógeno para introducirse en el interior del horno de deposición de vapor químico. La concentración molar de la fuente para la deposición de vapor de carbono con respecto a un gas inerte es preferiblemente de 2 a 50%, más preferiblemente de 5 a 33%.

Lista de signos de referencia

- 100, 200, 300: Aparato para fabricar material de carbono de electrodo negativo
- 11: Horno de tratamiento térmico
- 13: Pala de agitación
- 20 15: Motor
- 17: Abertura de suministro de partículas de carbono
- 19: Abertura de recuperación de material de carbono de electrodo negativo
- 21: Válvula de cierre
- 23: Tanque de enfriamiento
- 25 25: Pala de agitación
- 27: Motor
- 28: Válvula de apertura de recuperación
- 29: Apertura de recuperación
- 31: Tanque de precalentamiento
- 30 32: Tubo de suministro
- 33: Válvula de conexión y desconexión
- 211: Caldera de deposición química de vapor
- 900: Aparato para fabricar material de carbono de electrodo negativo
- 91: Horno de deposición química de vapor
- 35 93: Pala de agitación
- 95: Motor
- 97: Abertura de suministro de partículas de carbono
- 99: Abertura de recuperación de material de carbono de electrodo negativo

101: Válvula de conexión y desconexión

103: Contenedor

a: abertura de suministro de fuente de deposición de vapor de carbono

b: abertura de suministro de gas inerte

5 c: abertura de escape de gas

d: abertura de suministro de gas inerte

e: abertura de suministro de gas inerte

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un aparato (100, 200, 300) de tipo por lotes para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio por tratamiento térmico de partículas de carbón mientras hace fluir las partículas de carbón dentro de un horno de tratamiento térmico, aparatos (100, 200, 300) para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio que comprende:
- un horno (11, 211) de tratamiento térmico provisto de una abertura (17) de suministro de partículas de carbono para suministrar las partículas de carbono a una abertura (19) de recuperación de material de carbono de electrodo negativo interior, para extraer el material de carbono de electrodo negativo desde el interior, un calentador para calentar el interior del horno (11) de tratamiento térmico a una temperatura predeterminada prevista a lo largo de la periferia exterior del horno (11) de tratamiento térmico, y palas (13) de agitación accionadas por un motor (15) y configurado para provocar una condición de flujo de partículas de carbón suministradas al horno por medio de un gas inerte suministrado al interior del horno (11, 211); y
- 15 un tanque (23) de enfriamiento conectado herméticamente a través de una válvula (21) de conexión/desconexión a la abertura de recuperación de material de carbono del electrodo (19) negativo del horno (11) de tratamiento térmico, que permite el interior del tanque (11) a enfriar en una atmósfera no oxidante, y provisto de una camisa de refrigeración para refrigerar el interior del tanque (23) de enfriamiento mediante un refrigerante y palas (25) de agitación accionadas por un motor (27).
- 20 2. El aparato (100, 200, 300) para fabricar un material de carbono de electrodo negativo de acuerdo con la reivindicación 1, donde el horno de tratamiento térmico es un horno (11) de carbonización o un horno (211) de deposición de vapor químico.
3. El aparato (100, 200, 300) para fabricar material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de ion de litio de acuerdo con la reivindicación 1, en la que a la abertura de suministro de partículas de carbón (17), un tanque (31) de precalentamiento provisto de un medio para calentar preliminarmente las partículas de carbono bajo una atmósfera no oxidante está conectado a través de una válvula (33) de conexión/desconexión.
- 25 4. Un método por lotes para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio, que comprende:
- una etapa de suministro de partículas de carbono para suministrar partículas de carbono al interior de un horno (11, 211) de tratamiento térmico;
- 30 una etapa de tratamiento térmico para tratar térmicamente las partículas de carbono a 650°C o más mientras se hace que las partículas fluyan dentro del horno (11, 211) de tratamiento térmico para producir el material de carbono de electrodo negativo;
- una etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo para transportar el material de carbono de electrodo negativo producido en la etapa de tratamiento térmico desde el interior del horno (11, 211) de tratamiento térmico a un tanque (23) de enfriamiento a través de una válvula de cierre (21), y
- 35 una etapa de enfriamiento que permite que el interior del tanque (23) de enfriamiento se enfríe bajo una atmósfera no oxidante,
- el método que repite las etapas secuencialmente, en donde
- la etapa de suministro de partículas de carbono llevada a cabo después de la etapa de transporte de material de carbono de electrodo negativo suministra partículas de carbono al interior del horno de tratamiento térmico que tiene una temperatura de 650°C o superior.
- 40 5. El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la etapa de tratamiento térmico es una etapa de carbonización de carbonizar las partículas de carbono a 800 a 1200°C provocando las partículas de carbono que fluyen dentro del horno (11, 211) de tratamiento térmico.
- 45 6. El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de ion de litio de acuerdo con la reivindicación 4, donde la etapa de tratamiento térmico es una etapa de tratamiento de deposición de vapor químico para poner en contacto una fuente de deposición de vapor de carbono con una superficie de las partículas de carbono mientras hacen que las partículas de carbón fluyan dentro del horno (11, 211) de tratamiento térmico, junto con la pirolización de la fuente de deposición de vapor de carbono de 650 a 1200°C para depositar en vapor un carbono pirolizado sobre la superficie de partículas de carbono.
- 50

7. El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de ion de litio de acuerdo con la reivindicación 4, en el que las partículas de carbono suministradas al interior del horno (11, 211) de tratamiento térmico en la etapa de suministro de partículas de carbono son partículas de carbono preliminarmente calentadas de 100 a 1200°C.

5 8. El método para fabricar un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de iones de litio de acuerdo con la reivindicación 4, en el que las partículas de carbono se seleccionan de:

una resina fenólica, una resina de ácido naftalensulfónico, cloruro de polivinilideno, carboximetilcelulosa, una resina de poliacrilonitrilo, cloruro de polivinilo y un coque de gilsonita;

10 un paso de mesofase de petróleo o una etapa de mesofase de carbón, y un coque de petróleo o un coque de brea de carbón obtenido carbonizando la etapa de mesofase a 300 a 500°C; y

un grafito natural y un grafito artificial.

[FIG. 1]

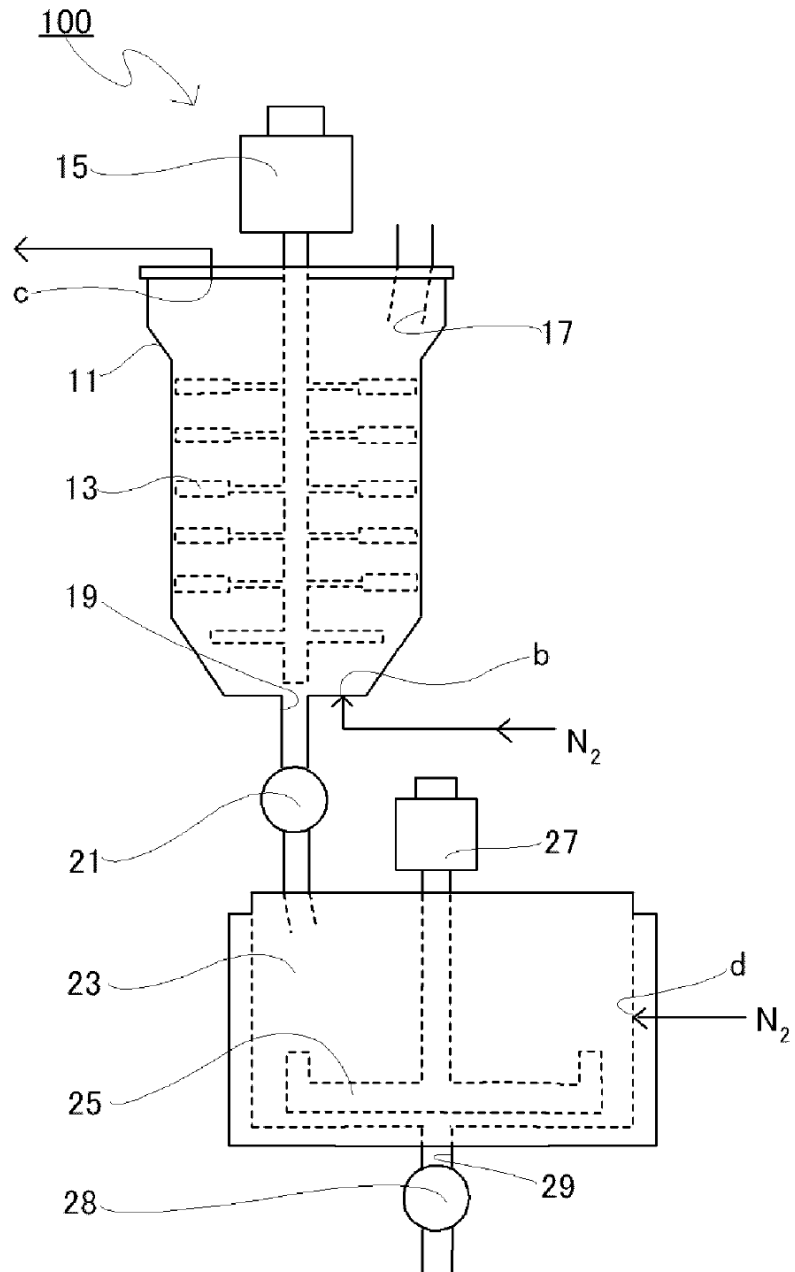


Fig.1

[FIG. 2]

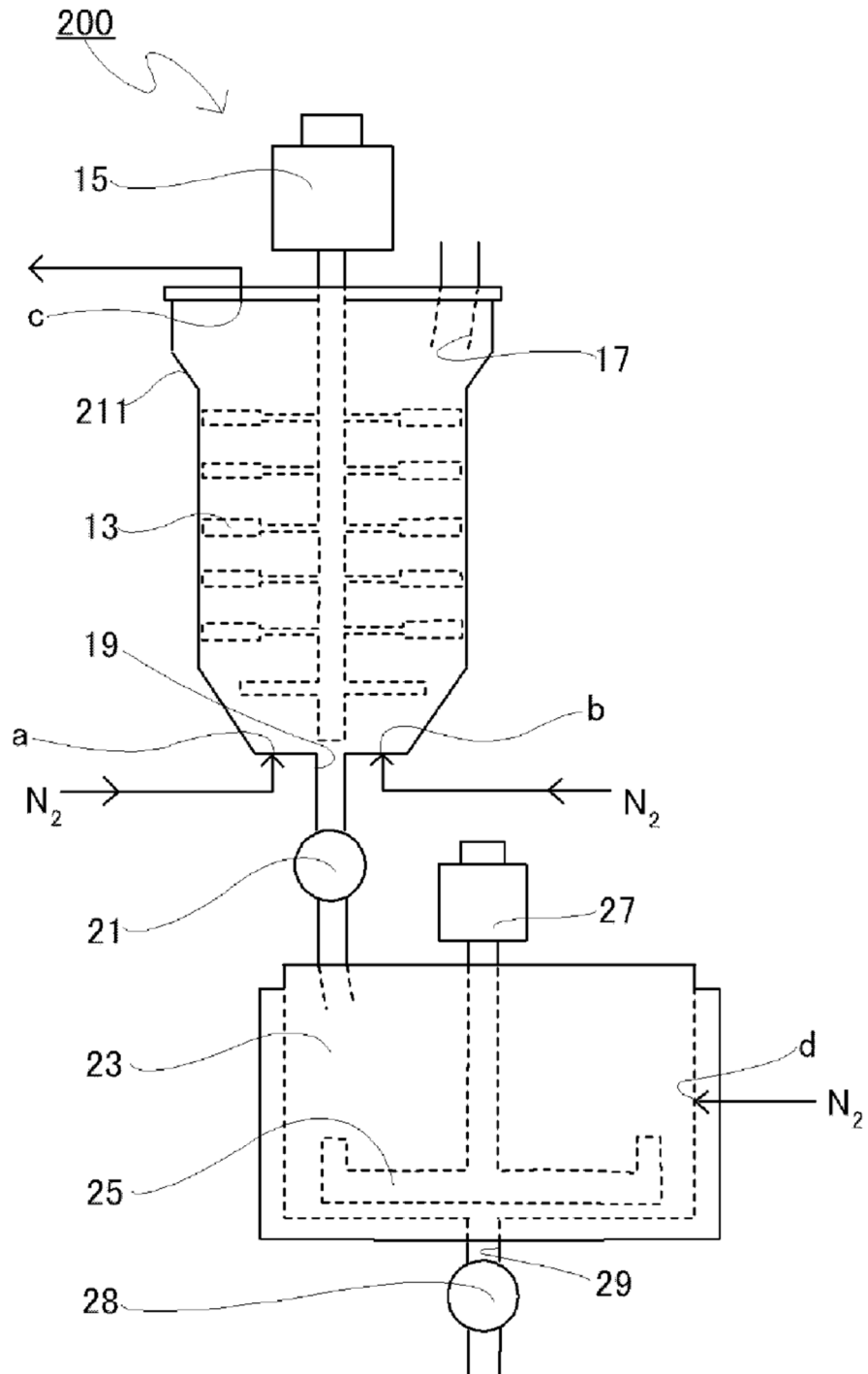


Fig.2

[FIG. 3]

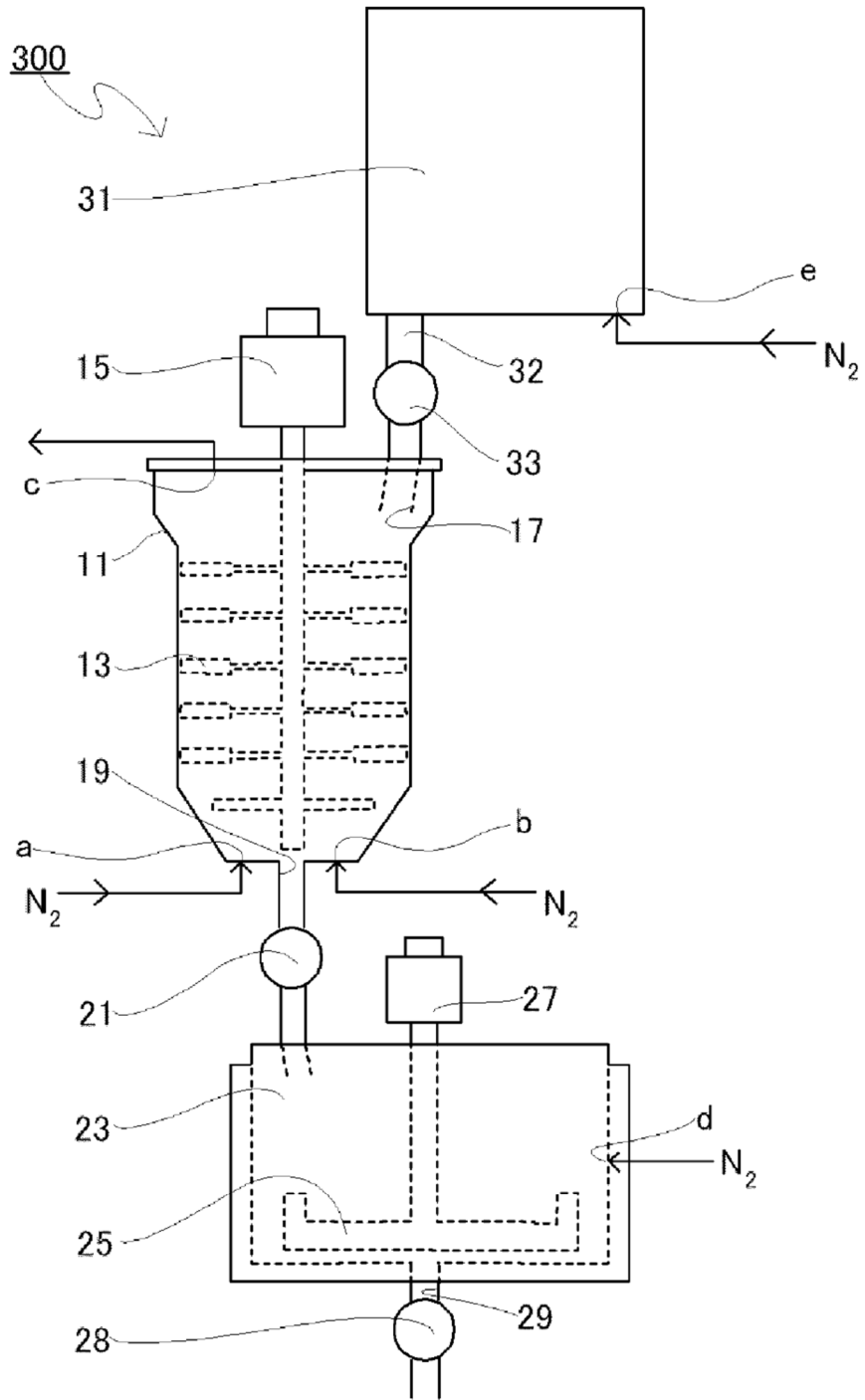


Fig.3

[FIG. 4]

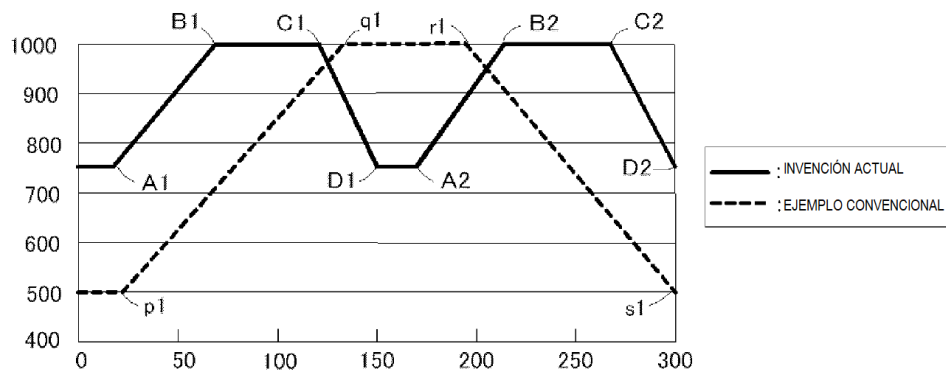


Fig.4

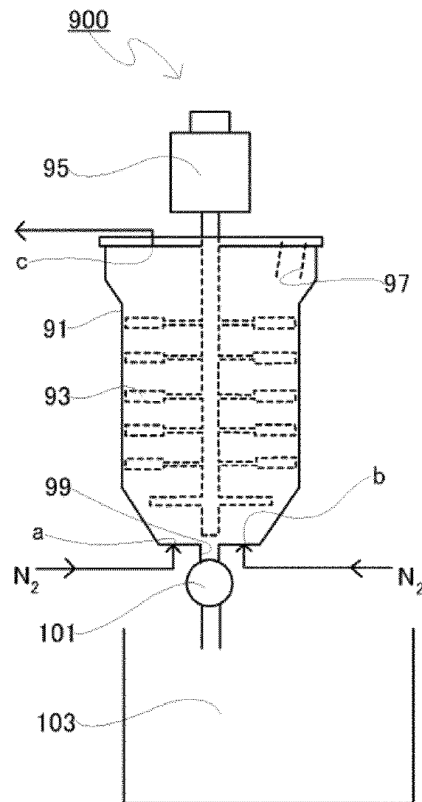


Fig.5