

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 977 893**

51 Int. Cl.:

H01M 10/54 (2006.01)
H01M 4/139 (2010.01)
H01M 4/36 (2006.01)
H01M 4/62 (2006.01)
H01M 10/052 (2010.01)
H01M 4/1391 (2010.01)
H01M 4/505 (2010.01)
H01M 4/525 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.05.2019** **PCT/KR2019/005507**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.11.2019** **WO19216646**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.05.2019** **E 19799542 (6)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2024** **EP 3709433**

54 Título: **Método de reutilización de material de electrodo positivo**

30 Prioridad:

11.05.2018 KR 20180054474

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
02.09.2024

73 Titular/es:

LG ENERGY SOLUTION, LTD. (100.0%)
Tower 1, 108, Yeoui-daero, Yeongdeungpo-gu
Seoul 07335, KR

72 Inventor/es:

BAEK, JOO YUL;
KIM, WOO HA;
KIM, IN SEONG;
LIM, JUN MUK y
CHOY, SANG HOON

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 977 893 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

Método de reutilización de material de electrodo positivo

5 **Campo técnico**

Esta solicitud reivindica la prioridad a y el beneficio de la solicitud de patente coreana n.º 10-2018-0054474, presentada el 11 de mayo de 2018.

10 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de reutilización de un material de electrodo positivo tal como se define en las reivindicaciones.

15 **Antecedentes de la técnica**

Según el aumento en el desarrollo y la demanda de dispositivos móviles, está aumentando rápidamente la demanda de una batería secundaria como fuente de energía, y entre las baterías secundarias, se ha comercializado y usado ampliamente una batería secundaria de litio que muestra una alta densidad de energía y una alta tensión y tiene una vida útil más larga y una baja tasa de autodescarga.

En general, una batería secundaria de litio se fabrica usando un electrodo positivo y un electrodo negativo, que incluyen materiales activos de electrodo capaces de intercalar/desintercalar iones de litio, y un electrolito, que es un medio para transferir los iones de litio.

Entre estos componentes, el electrodo positivo se fabrica aplicando una suspensión de material activo de electrodo positivo que incluye un material activo de electrodo positivo, un aglutinante y un agente conductor sobre un colector de electrodo positivo, y secando y laminando el colector de electrodo positivo sobre el cual se aplica la suspensión. Después de eso, el electrodo positivo puede usarse en una forma adecuada para aplicarse a un producto, por ejemplo, una forma rectangular.

Recientemente, a medida que un dispositivo móvil se vuelve más delgado, el electrodo positivo puede usarse en diversas formas tales como formas circulares, “⌈” y “⌋”, además de la forma rectangular descrita anteriormente para aplicarse a un producto y, por tanto, la proporción de la parte restante después del uso también es más alta.

Por este motivo, aunque se ha intentado reutilizar el electrodo positivo restante, existe el problema de un procedimiento de reutilización complicado que incluye la separación y el mezclado de una capa de material activo de electrodo positivo y el tratamiento de un disolvente usado en la separación de la capa de material activo de electrodo positivo.

En la publicación de solicitud de patente coreana sin examinar n.º 10-2003-0093583, se divulgan un dispositivo y un método para recuperar un óxido de litio-cobalto a partir de una batería de iones de litio de desecho. El documento EP 2 306 583 A1 se refiere a un método para recuperar un material de batería que contiene óxido, comprendiendo el método las etapas (1) y (2) en este orden: (1) una etapa de sumergir una base extraída de un material de batería de desecho, teniendo la base un material de batería que contiene óxido, en un disolvente que no disuelve sustancialmente el óxido, y desprender de ese modo el material de batería a partir de la base, y (2) una etapa de separar el material de batería a partir de la base. El documento JP 2014 207192 A se refiere a un método para producir una suspensión de material activo de electrodo positivo y un polvo de material activo de electrodo positivo, que recupera y reutiliza el material activo de electrodo positivo a partir del material de electrodo positivo de desecho de una batería secundaria de iones de litio, y a un método para producir una placa de electrodo positivo usando el material activo de electrodo positivo.

Documentos de la técnica anterior55 **Documentos de patente**

Publicación de solicitud de patente coreana sin examinar n.º 10-2003-0093583

Documento EP 2 306 583 A1

Documento JP 2014 207192 A

Divulgación65 **Problema técnico**

La presente invención se refiere a proporcionar un método de reutilización de un material de electrodo positivo, que puede mostrar características de la batería a los mismos niveles que un material activo de electrodo positivo nuevo al tiempo que reutiliza una capa de material activo de electrodo positivo separada a partir de un electrodo positivo fabricado. La invención es tal como se define en la reivindicación independiente 1. Las realizaciones preferidas son tal como se exponen en las reivindicaciones dependientes 2 a 12.

Solución técnica

La presente invención proporciona un método de reutilización de un material de electrodo positivo, y el método incluye más particularmente: introducir un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que incluye un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo positivo formada sobre el colector de corriente y que incluye un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor, en un disolvente, en el que el electrodo positivo para una batería secundaria de litio no está sujeto a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga; separar al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente; añadir polvo de segundo aglutinante al disolvente y realizar mezclado primario de la mezcla resultante; y preparar una suspensión de material de electrodo positivo mediante la adición de un segundo material activo de electrodo positivo y un segundo agente conductor al disolvente y realizar mezclado secundario de la mezcla resultante. En este caso, la razón del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor, que se incluyen en una capa de material activo de electrodo positivo separada, con respecto al peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor oscila desde 8:92 hasta 28:72.

Efectos ventajosos

Según un método de reutilización de un material de electrodo positivo según la presente invención, a medida que un material activo de electrodo positivo, un aglutinante y un agente conductor se añaden adicionalmente a un material activo de electrodo positivo, un aglutinante y un agente conductor, que derivan de una capa de material activo de electrodo positivo separada a partir de un colector de corriente de electrodo positivo, en una razón específica, y luego se mezclan juntos, puede mostrarse el mismo nivel de rendimiento de la batería que usando un material activo de electrodo positivo nuevo.

Según el método de reutilización de un material de electrodo positivo según la presente invención, se realizan procedimientos de mezclado primario y secundario, y particularmente, en el mezclado primario, en primer lugar puede mezclarse un aglutinante adicional en forma de polvo para dispersarse uniformemente en un disolvente y, por tanto, un electrodo puede tener una excelente fuerza de unión y un excelente rendimiento de la batería.

Descripción detallada de la invención

Los términos y las expresiones usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones no deben interpretarse como limitados a términos generales o de diccionario, y deben interpretarse con el significado y concepto según la idea técnica de la presente invención basándose en el principio de que los inventores pueden definir de manera apropiada los conceptos de términos con el fin de explicar la invención de la mejor manera posible.

Los términos usados en la memoria descriptiva se usan únicamente para explicar ejemplos específicos, no para limitar la presente invención.

El "%" usado en el presente documento significa porcentaje en peso (% en peso) a menos que se indique explícitamente lo contrario.

La presente invención proporciona un método de reutilización de un material de electrodo positivo, y el método incluye más particularmente: (1) introducir un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que incluye un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo positivo formada sobre el colector de corriente y que incluye un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor, en un disolvente, en el que el electrodo positivo para una batería secundaria de litio no está sujeto a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga; (2) separar al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente; (3) añadir polvo de segundo aglutinante al disolvente y realizar mezclado primario de la mezcla resultante; y (4) preparar una suspensión de material de electrodo positivo mediante la adición de un segundo material activo de electrodo positivo y un segundo agente conductor al disolvente y realizar mezclado secundario de la mezcla resultante. En este caso, la razón del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor, que se incluyen en una capa de material activo de electrodo positivo separada, con respecto al peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor oscila desde 8:92 hasta 28:72.

A continuación en el presente documento, se describirán en más detalle las etapas del método de reutilización según la presente invención.

(1) Introducción de un electrodo positivo para una batería secundaria de litio

En primer lugar, se introduce un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que incluye un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo positivo formada sobre el colector de corriente y que incluye un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor, en un disolvente.

El colector de corriente no está particularmente limitado siempre que tenga conductividad sin provocar ningún cambio químico en una batería, y por ejemplo, puede usarse acero inoxidable, aluminio, níquel, titanio, carbono calcinado, o aluminio o acero inoxidable cuya superficie se trata con carbono, níquel, titanio o plata.

La capa de material activo de electrodo positivo se forma sobre el colector de corriente.

La capa de material activo de electrodo positivo puede incluir el primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor.

El primer material activo de electrodo positivo es un compuesto que permite la intercalación y desintercalación reversible de litio, que puede incluir específicamente un óxido compuesto de litio-metal que incluye uno o más tipos de metales seleccionados de cobalto, manganeso, níquel y aluminio, y litio. Más específicamente, el óxido compuesto de litio-metal puede ser un óxido a base de litio-manganeso (por ejemplo, LiMnO_2 , LiMn_2O_4 , etc.), un óxido a base de litio-cobalto (por ejemplo, LiCoO_2 , etc.), un óxido a base de litio-níquel (por ejemplo, LiNiO_2 , etc.), un óxido a base de litio-níquel-manganeso (por ejemplo, $\text{LiNi}_{1-Y}\text{Mn}_Y\text{O}_2$ (donde $0 < Y < 1$), $\text{LiMn}_{2-Z}\text{Ni}_Z\text{O}_4$ (donde $0 < Z < 2$), etc.), un óxido a base de litio-níquel-cobalto (por ejemplo, $\text{LiNi}_{1-Y1}\text{Co}_{Y1}\text{O}_2$ (donde $0 < Y1 < 1$), etc.), un óxido a base de litio-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{LiCo}_{1-Y2}\text{Mn}_{Y2}\text{O}_2$ (donde $0 < Y2 < 1$), $\text{LiMn}_{2-Z1}\text{Co}_{Z1}\text{O}_4$ (donde $0 < Z1 < 2$), etc.), un óxido a base de litio-níquel-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_p\text{Co}_q\text{Mn}_{r1})\text{O}_2$ (donde $0 < p < 1$, $0 < q < 1$, $0 < r1 < 1$, $p+q+r1=1$) o $\text{Li}(\text{Ni}_{p1}\text{Co}_{q1}\text{Mn}_{r2})\text{O}_4$ (donde $0 < p1 < 2$, $0 < q1 < 2$, $0 < r2 < 2$, $p1+q1+r2=2$), etc.) o un óxido de litio-níquel-cobalto-metal de transición (M) (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{p2}\text{Co}_{q2}\text{Mn}_{r3}\text{M}_{s2})\text{O}_2$ (donde M se selecciona del grupo que consiste en Al, Fe, V, Cr, Ti, Ta, Mg y Mo, cada uno de p2, q2, r3 y s2 es la fracción atómica de un elemento independiente, y $0 < p2 < 1$, $0 < q2 < 1$, $0 < r3 < 1$, $0 < s2 < 1$, $p2+q2+r3+s2=1$), etc.), que puede usarse solo o en combinación de dos o más de los mismos. Entre estos, para aumentar la característica de capacidad y la estabilidad de una batería, el óxido compuesto de litio-metal puede ser LiCoO_2 , LiMnO_2 , LiNiO_2 , un óxido de litio-níquel-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{0.3}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$ o $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1})\text{O}_2$, etc.) o un óxido de litio-níquel-cobalto-aluminio (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05})\text{O}_2$, etc.), y teniendo en cuenta el movimiento significativo provocado por el control del tipo y la razón de contenido de un elemento constituyente para formar un óxido compuesto de litio-metal, el óxido compuesto de litio-metal puede ser $\text{Li}(\text{Ni}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{0.3}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.7}\text{Mn}_{0.15}\text{Co}_{0.15})\text{O}_2$ o $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1})\text{O}_2$, que puede usarse solo o en una mezcla de dos o más de los mismos.

El primer material activo de electrodo positivo puede incluirse a del 80 al 99 % en peso basado en el peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor.

El primer aglutinante es un componente que ayuda en la unión entre un material activo y un agente conductor y en la unión al colector de corriente, y un ejemplo del primer aglutinante puede ser poli(fluoruro de vinilideno), poli(alcohol vinílico), carboximetilcelulosa (CMC), almidón, hidroxipropilcelulosa, celulosa regenerada, polivinilpirrolidona, politetrafluoroetileno, polietileno, polipropileno, terpolímero de etileno-propileno-dieno (EPDM), EPDM sulfonado, caucho de estireno-butadieno, caucho fluorado o una combinación de dos o más de los mismos.

El primer aglutinante puede incluirse a del 0,5 al 30 % en peso y preferiblemente del 1 al 15 % en peso basado en el peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor.

El primer agente conductor no está particularmente limitado siempre que imparta conductividad sin inducir ningún cambio químico en la batería, y puede ser, por ejemplo, grafito; un material a base de carbono tal como un nanotubo de carbono, negro de carbono, negro de acetileno, negro de Ketjen, negro de canal, negro de horno, negro de lámpara o negro térmico; una fibra conductora tal como una fibra de carbono o una fibra metálica; polvo metálico tal como polvo de fluorocarbono, polvo de aluminio o polvo de níquel; una fibra corta monocristalina conductora, por ejemplo, que consiste en óxido de zinc o titanato de potasio; un óxido de metal conductor tal como óxido de titanio; o un material conductor tal como un derivado de polifenileno. Los ejemplos específicos de agente conductor disponible comercialmente incluyen la serie de negro de acetileno (Chevron Chemical Company, Denka Singapore Private Limited, Gulf Oil Company, etc.), negro de Ketjen, la serie EC (productos de Armac Company y Vulcan XC-72 (Cabot Company)) y Super P (TIMCAL).

El primer agente conductor puede incluirse a del 0,5 al 30 % en peso y preferiblemente del 1 al 15 % en peso basado en el peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor.

La capa de material activo de electrodo positivo puede formarse formando una suspensión de material de electrodo positivo mezclando el primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor descritos anteriormente con un disolvente para formar una suspensión, y recubriendo el colector de corriente con la

suspensión de material de electrodo positivo y luego secando y laminando el producto resultante.

El disolvente para formar una suspensión puede ser, por ejemplo, N-metil-2-pirrolidona (a continuación en el presente documento abreviada como NMP).

El electrodo positivo para una batería secundaria de litio puede ser una porción que queda después de la compresión para dar una forma deseada, tras la formación de una capa de material activo de electrodo positivo sobre el colector de corriente. Según la presente invención, la reutilización del material de electrodo positivo del electrodo positivo, que queda después de la compresión, da como resultado una reducción de costes, y tal como se describirá a continuación, puede lograrse un material de electrodo positivo o un electrodo positivo que muestra un nivel de rendimiento equivalente a un material de electrodo positivo o electrodo positivo nuevo o sin usar sin ningún procedimiento de tratamiento excesivo.

El electrodo positivo para una batería secundaria de litio puede ser un electrodo positivo no sometido a ciclo, que no se ha sometido a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga, y tal como se describirá a continuación, dado que la presente invención usa un material activo de electrodo positivo que no se ha sometido a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga, puede aumentarse la proporción de un material activo de electrodo positivo que va a reutilizarse y no es necesario un procedimiento de inyección de litio adicional, lo que es preferible en cuanto a la reducción de costes y a la mejora de la eficiencia del procedimiento.

(2) Separación de la capa de material activo de electrodo positivo

Después de la introducción del electrodo positivo para una batería secundaria de litio en el disolvente, se separa al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente.

El disolvente puede usarse para recuperar el primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el agente conductor a partir del colector de corriente, y puede servir directamente como disolvente para formar una suspensión en la posterior reutilización de un material de electrodo positivo. Es decir, dado que el disolvente puede servir simultáneamente como disolvente de separación y disolvente para formar una suspensión, es preferible para la reducción de costes y la mejora de la eficiencia del procedimiento.

El disolvente puede ser un disolvente para formar una suspensión convencionalmente usado en la técnica sin limitación, que puede ser el mismo material que el disolvente para formar una suspensión, por ejemplo, NMP.

El disolvente puede prepararse en una cantidad adecuada para la separación de la capa de material activo de electrodo positivo. Específicamente, con el fin de separar fácilmente la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente y aumentar la proporción de una capa de material activo de electrodo positivo separada, el peso de la capa de material activo de electrodo positivo separable puede ser de 0,25 a 0,75 veces y preferiblemente de 0,3 a 0,6 veces el peso del disolvente.

El método para separar la capa de material activo de electrodo positivo no está particularmente limitado y, por ejemplo, para mejorar la eficiencia de separación, al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo puede separarse a partir del colector de corriente a través de ultrasonificación.

La ultrasonificación puede realizarse durante de 5 a 60 minutos y preferiblemente de 7 a 25 minutos con el fin de mejorar la eficiencia de separación y reducir los costes.

Durante la separación, la temperatura del disolvente puede ser de 25 °C o más y menor del punto de ebullición del disolvente. La temperatura del disolvente es preferiblemente de 25 a 100 °C y más preferiblemente de 50 a 80 °C.

La capa de material activo de electrodo positivo separada a partir del colector de corriente puede ser al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo antes de la separación. Específicamente, la capa de material activo de electrodo positivo separada puede ser el 70 % en peso o más y preferiblemente el 75 % en peso o más basado en el peso total de la capa de material activo de electrodo positivo antes de la separación. Cuando el contenido de la capa de material activo de electrodo positivo separada está en el intervalo anterior, es preferible en cuanto a reducción de costes. El intervalo anterior de la capa de material activo de electrodo positivo se separa preferiblemente ajustando las condiciones para la ultrasonificación.

Después de la separación de al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente, el colector de corriente puede retirarse a partir del disolvente y, por tanto, los componentes de la capa de material activo de electrodo positivo separada pueden mezclarse bien con un segundo material activo de electrodo positivo, polvo de segundo aglutinante y un segundo agente conductor, que se describirán a continuación.

(3) Mezclado primario

Después de la separación de la capa de material activo de electrodo positivo, se añade polvo de segundo

aglutinante al disolvente para el mezclado primario.

El polvo de segundo aglutinante se añade al disolvente en forma de polvo.

5 En general, un aglutinante no se disuelve bien en un disolvente, y se añade a un material de electrodo positivo o a una suspensión de material de electrodo positivo en forma de una dispersión disuelta en un disolvente. Sin embargo, cuando el aglutinante se usa en forma de una dispersión, debido a un disolvente añadido en la dispersión, se aumenta excesivamente la cantidad total del disolvente, se reduce la viscosidad de la suspensión, reduciendo de ese modo la fuerza adhesiva, y se disminuye en gran medida el contenido de sólidos en la suspensión, lo que no es preferible para la formación de la batería.

10

Alternativamente, cuando se añade un aglutinante en forma de polvo, el aglutinante no se disuelve fácilmente en un disolvente, y existe la posibilidad de que el aglutinante se disperse de manera no uniforme en el disolvente. Como resultado, puede reducirse la fuerza adhesiva del material activo de electrodo positivo o puede ser difícil separar la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente.

15

Sin embargo, en el método de reutilización de un material de electrodo positivo según la presente invención, antes de la adición de un segundo material activo de electrodo positivo y un segundo agente conductor, el polvo de segundo aglutinante puede añadirse previamente y someterse a mezclado primario, y de ese modo el polvo de segundo aglutinante puede dispersarse y disolverse previamente de manera uniforme en el disolvente. Además, cuando se añade adicionalmente un aglutinante en forma de una dispersión, se reduce el contenido de sólidos del disolvente debido a la adición adicional del disolvente y, por tanto, existe la posibilidad de una fuerza adhesiva más baja cuando se aplica el material de electrodo positivo reutilizado en la fabricación de un electrodo positivo. Sin embargo, en el método de reutilización de un material de electrodo positivo según la presente invención, se usa un segundo material aglutinante en forma de polvo y se disuelve previamente sin usar ningún disolvente adicional. Por tanto, pueden garantizarse niveles deseados del contenido de sólidos y de la viscosidad, y puede mejorarse fácilmente la fuerza adhesiva de un material de electrodo positivo reutilizado sin ningún procedimiento innecesario y complicado tal como la eliminación del disolvente.

20

25

Después de la adición del polvo de segundo aglutinante, durante el mezclado primario, puede pulverizarse la capa de material activo de electrodo positivo separada. Por consiguiente, el polvo de segundo aglutinante puede mezclarse con los componentes de la capa de material activo de electrodo positivo pulverizada.

30

El polvo de segundo aglutinante puede ser poli(fluoruro de vinilideno), poli(alcohol vinílico), carboximetilcelulosa (CMC), almidón, hidroxipropilcelulosa, celulosa regenerada, polivinilpirrolidona, politetrafluoroetileno, polietileno, polipropileno, terpolímero de etileno-propileno-dieno (EPDM), EPDM sulfonado, caucho de estireno-butadieno, caucho fluorado o una mezcla de dos o más de los mismos.

35

El polvo de segundo aglutinante puede ser el mismo que o diferente del primer aglutinante.

40

El polvo de segundo aglutinante puede tener un tamaño de partícula promedio (D_{50}) de 100 a 300 μm , preferiblemente de 150 a 250 μm , y cuando el tamaño de partícula promedio (D_{50}) está en el intervalo anterior, el polvo de segundo aglutinante puede dispersarse más fácilmente en un disolvente durante el mezclado primario.

45

El polvo de segundo aglutinante puede introducirse en un disolvente a del 0,5 al 30 % en peso, preferiblemente del 1 al 15 % en peso, con respecto al peso total de un segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y un segundo agente conductor, que se describirán a continuación.

50

En el mezclado primario, para disolver y mezclar eficazmente el polvo de segundo aglutinante, específicamente, la temperatura del disolvente puede ser de 25 °C o más y menor del punto de ebullición del disolvente, preferiblemente de 25 a 100 °C y más preferiblemente de 50 a 85 °C.

55

El mezclado primario puede realizarse durante de 30 a 600 minutos, preferiblemente de 120 a 480 minutos, y mientras se realiza el mezclado primario durante el tiempo mencionado anteriormente, puede facilitarse la disolución del polvo de segundo aglutinante.

(4) Mezclado secundario

Después del mezclado primario, se prepara una suspensión de material de electrodo positivo mediante la adición de un segundo material activo de electrodo positivo y un segundo agente conductor al disolvente y la realización del mezclado secundario.

60

Una suspensión de material de electrodo positivo puede prepararse realizando mezclado secundario del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor, que se separan a partir de la capa de material activo de electrodo positivo, con el polvo de segundo aglutinante disuelto en un disolvente durante el mezclado primario y el segundo material activo de electrodo positivo y el segundo agente conductor añadidos en

65

un disolvente.

Tal como se describió anteriormente, dado que el polvo de segundo aglutinante se dispersa y disuelve de manera uniforme en el disolvente a través del mezclado primario, la suspensión de material de electrodo positivo preparada puede tener una excelente fuerza adhesiva.

Además, dado que el disolvente usado para separar la capa de material activo de electrodo positivo se usa como disolvente para formar una suspensión, pueden reducirse los costes y puede mejorarse la eficiencia del procedimiento.

El segundo material activo de electrodo positivo es un compuesto que permite la intercalación y desintercalación reversible de litio, que incluye específicamente un óxido compuesto de litio-metal que incluye uno o más metales tales como cobalto, manganeso, níquel y aluminio, y litio. Más específicamente, el óxido compuesto de litio-metal puede ser un óxido a base de litio-manganeso (por ejemplo, LiMnO_2 , LiMn_2O_4 , etc.), un óxido a base de litio-cobalto (por ejemplo, LiCoO_2 , etc.), un óxido a base de litio-níquel (por ejemplo, LiNiO_2 , etc.), un óxido a base de litio-níquel-manganeso (por ejemplo, $\text{LiNi}_{1-Y}\text{Mn}_Y\text{O}_2$ (donde $0 < Y < 1$), $\text{LiMn}_{2-Z}\text{Ni}_Z\text{O}_4$ (donde $0 < Z < 2$), etc.), un óxido a base de litio-níquel-cobalto (por ejemplo, $\text{LiNi}_{1-Y1}\text{Co}_{Y1}\text{O}_2$ (donde $0 < Y1 < 1$), etc.), un óxido a base de litio-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{LiCo}_{1-Y2}\text{Mn}_{Y2}\text{O}_2$ (donde $0 < Y2 < 1$), $\text{LiMn}_{2-Z1}\text{Co}_{Z1}\text{O}_4$ (donde $0 < Z1 < 2$), etc.), un óxido a base de litio-níquel-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_p\text{Co}_q\text{Mn}_{r1})\text{O}_2$ (donde $0 < p < 1$, $0 < q < 1$, $0 < r1 < 1$, $p+q+r1=1$) o $\text{Li}(\text{Ni}_{p1}\text{Co}_{q1}\text{Mn}_{r2})\text{O}_4$ (donde $0 < p1 < 2$, $0 < q1 < 2$, $0 < r2 < 2$, $p1+q1+r2=2$), etc.) o un óxido de litio-níquel-cobalto-metal de transición (M) (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{p2}\text{Co}_{q2}\text{Mn}_{r3}\text{M}_{s2})\text{O}_2$ (donde M se selecciona del grupo que consiste en Al, Fe, V, Cr, Ti, Ta, Mg y Mo, y $p2$, $q2$, $r3$ y $s2$ son las fracciones atómicas de los elementos independientes, respectivamente, y $0 < p2 < 1$, $0 < q2 < 1$, $0 < r3 < 1$, $0 < s2 < 1$, $p2+q2+r3+s2=1$), etc.), que puede usarse solo o como una combinación de dos o más de los mismos. Entre estos, para aumentar la capacidad y la estabilidad de una batería, el óxido compuesto de litio-metal puede ser LiCoO_2 , LiMnO_2 , LiNiO_2 , un óxido de litio-níquel-manganeso-cobalto (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{0.3}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$ o $\text{Li}(\text{Ni}_{0.6}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1})\text{O}_2$, etc.) o un óxido de litio-níquel-cobalto-aluminio (por ejemplo, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05})\text{O}_2$, etc.), y teniendo en cuenta una mejora considerable según el control de los tipos y la razón de contenido de los elementos constituyentes que forman un óxido compuesto de litio-metal, el óxido compuesto de litio-metal puede ser $\text{Li}(\text{Ni}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{0.3}\text{Co}_{0.2})\text{O}_2$, $\text{Li}(\text{Ni}_{0.7}\text{Mn}_{0.15}\text{Co}_{0.15})\text{O}_2$ o $\text{Li}(\text{Ni}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1})\text{O}_2$, que puede usarse solo o como una mezcla de dos o más de los mismos.

El segundo material activo de electrodo positivo puede ser el mismo que o diferente del primer material activo de electrodo positivo.

El segundo material activo de electrodo positivo puede añadirse a del 80 al 99 % en peso con respecto al peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor.

El segundo agente conductor puede ser grafito; un material a base de carbono tal como negro de carbono, negro de acetileno, negro de Ketjen, negro de canal, negro de horno, negro de lámpara, negro térmico o una fibra de carbono; polvo metálico o fibra metálica que consiste en cobre, níquel, aluminio o plata; una fibra corta monocristalina conductora, por ejemplo, que consiste en óxido de zinc o titanato de potasio; un óxido de metal conductor tal como óxido de titanio; o un material conductor tal como un derivado de polifenileno. Los ejemplos específicos de agente conductor disponible comercialmente incluyen la serie de negro de acetileno (Chevron Chemical Company, Denka Singapore Private Limited, Gulf Oil Company, etc.), negro de Ketjen, la serie EC (productos de Aramak Company y Vulcan XC-72 (Cabot Company)) y Super P (TIMCAL).

El segundo agente conductor puede ser el mismo que o diferente del primer agente conductor descrito anteriormente.

El segundo agente conductor puede añadirse a del 0,5 al 30 % en peso y preferiblemente del 1 al 15 % en peso con respecto al peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor.

La razón del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor y el peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor puede ser de 8:92 a 28:72 y preferiblemente de 10:90 a 25:75. El intervalo anterior es preferible porque pueden reducirse los costes debido a la reutilización del primer material activo de electrodo positivo, y pueden garantizarse niveles deseados de características de la batería.

Además, la presente invención puede ser para la reutilización del electrodo positivo para una batería secundaria de litio que no se ha sometido a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga y, por tanto, es preferible porque, incluso cuando se usan altos contenidos del primer material activo de electrodo positivo reutilizado, el primer aglutinante y el primer agente conductor, pueden mostrarse excelentes características de la batería y no se requiere un procedimiento de inyección adicional de litio independiente.

Con respecto al 100 % en peso del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante,

el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor, cuando el peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor es menor del 8 % en peso, no es preferible en cuanto a la reducción de los costes resultantes de la reutilización del primer material activo de electrodo positivo, y cuando el peso total es mayor del 28 % en peso, la cantidad del primer material activo de electrodo positivo que podría dañarse a través de un procedimiento de formación de una capa de material activo de electrodo positivo tal como laminación es excesiva y, por tanto, no pueden mostrarse niveles deseados de características de la batería.

El peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor puede ser de 2,25 a 6 veces y preferiblemente de 2,4 a 4 veces el peso del disolvente. En el intervalo anterior, puede garantizarse un nivel deseado de viscosidad de la suspensión de material de electrodo positivo y, por tanto, cuando se aplica a la fabricación de un electrodo positivo, puede mostrarse un excelente nivel de fuerza adhesiva.

La viscosidad de la suspensión de material de electrodo positivo puede ser, a 25 °C, de 1.000 a 30.000 cP y preferiblemente de 1.500 a 25.000 cP, y cuando se satisface el intervalo de viscosidad anterior, es preferible en cuanto a un suministro y a un recubrimiento estables de la suspensión durante el recubrimiento.

Un electrodo positivo para una batería secundaria de litio puede fabricarse recubriendo un colector de corriente con la suspensión de material de electrodo positivo y luego secando y laminando el producto resultante. La suspensión de material de electrodo positivo o el electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que se fabrica mediante el método de reutilización de un material de electrodo positivo de la presente invención, puede tener una fuerza adhesiva y características de la batería que son iguales o superiores a las de un electrodo positivo fabricado a partir de un material de electrodo positivo nuevo o sin usar.

En el mezclado secundario, la temperatura del disolvente no está particularmente limitada, y específicamente, para una buena disolución del segundo material activo de electrodo positivo y el segundo agente conductor, la temperatura del disolvente puede ser de 20 °C o más y menor del punto de ebullición del disolvente, y preferiblemente de 22 a 100 °C.

El mezclado secundario puede realizarse durante de 30 a 240 minutos y preferiblemente de 60 a 120 minutos, y cuando se realiza el mezclado secundario durante el tiempo anterior, puede facilitarse la disolución del segundo material activo de electrodo positivo y el segundo agente conductor, lo que es preferible en cuanto a la eficiencia del procedimiento.

A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá en más detalle con referencia a ejemplos específicos.

Ejemplo 1

Se preparó una suspensión de primer material de electrodo positivo (viscosidad de 3.800 cP) mezclando 187,50 g de una mezcla (razón en peso de 97,5:1,5:1) de 182,81 g de LiCoO_2 como primer material activo de electrodo positivo, 2,81 g de PVdF (KF9700, Kureha) como primer aglutinante, 1,88 g de negro de carbono (FX-35L, Denka) como primer agente conductor con 56,31 g de N-metil-2-pirrolidona (NMP) como disolvente para formar una suspensión. Se aplicó la suspensión de primer material de electrodo positivo sobre una superficie de un colector de corriente de aluminio que tenía un grosor de 20 μm , se secó a 130 °C y luego se laminó, fabricando de ese modo un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que incluía un colector de corriente de aluminio y una capa de material activo de electrodo positivo formada sobre el colector de corriente de aluminio.

Se separó la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente de aluminio introduciendo 187,50 g de la capa de material activo de electrodo positivo para una batería secundaria de litio preparada anteriormente en 300 g de NMP como disolvente y realizando ultrasonificación (temperatura del disolvente: 60 °C) durante 10 minutos. En este caso, se desprendieron 150 g de la capa de material activo de electrodo positivo, que es el 80 % en peso del peso total de la misma, a partir del colector de corriente de aluminio, y en la capa de material activo de electrodo positivo separada (150 g), había 146,25 g del primer material activo de electrodo positivo, 2,25 g del primer aglutinante y 1,50 g del primer agente conductor. Se retiró el colector de corriente de aluminio separado a partir del disolvente.

Después de eso, se añadieron 12,75 g de polvo de KF9700 al disolvente como polvo de segundo aglutinante (tamaño de partícula promedio (D_{50}): 160 μm) y se dispersaron en el disolvente a través del mezclado primario (homodispersor: 2.000 rpm, temperatura del disolvente: 70 °C) durante 420 minutos. En este caso, se sometió la capa de material activo de electrodo positivo separada a través del mezclado primario a un procedimiento de pulverización.

Posteriormente, se preparó la suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo 1 introduciendo 828,75 g de un segundo material activo de electrodo positivo y 8,50 g de un segundo agente conductor en un disolvente a través

del mezclado secundario (homodispersor: 3.000 rpm, temperatura del disolvente: 25 °C) durante 75 minutos.

En este caso, la razón del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor y el peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de 15:85. El peso total (1000 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 3,33 veces el peso del disolvente (300 g).

Ejemplo 2

Se preparó una suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo 2 mediante el mismo método que el descrito en el ejemplo 1, excepto porque se usaron 250 g de NMP como disolvente y se añadieron 6,75 g de polvo de KF9700 (tamaño de partícula promedio (D_{50}) 160 μm) como polvo de segundo aglutinante en el mezclado primario, y se añadieron 438,75 g de un segundo material activo de electrodo positivo y 4,50 g de un segundo agente conductor al disolvente en el mezclado secundario.

En este caso, la razón del peso total de un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor y el peso total de un segundo material activo de electrodo positivo, polvo de segundo aglutinante y un segundo agente conductor fue de 25:75. El peso total (600 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 2,4 veces el peso del disolvente (250 g).

Ejemplo comparativo 1

Se usó la suspensión de primer material de electrodo positivo preparada en el ejemplo 1.

Ejemplo comparativo 2

Se preparó una suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo comparativo 2 mediante el mismo método que el descrito en el ejemplo 1, excepto porque se añadieron 4,18 g de polvo de KF9700 (tamaño de partícula promedio (D_{50}): 160 μm) como polvo de segundo aglutinante en el mezclado primario y se añadieron 271,61 g de un segundo material activo de electrodo positivo y 2,79 g de un segundo agente conductor al disolvente en el mezclado secundario.

En este caso, la razón del peso total de un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor y el peso total de un segundo material activo de electrodo positivo, polvo de segundo aglutinante y un segundo agente conductor fue de 35:65. El peso total (428,57 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 1,43 veces el peso del disolvente (300 g).

Ejemplo comparativo 3

Se preparó una suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo comparativo 3 mediante el mismo método que el descrito en el ejemplo 1, excepto porque se añadieron 212,50 g de una disolución de segundo aglutinante (contenido de sólidos: 6,0 % en peso) preparada dispersando KF9700 en un disolvente de NMP, en lugar del polvo de segundo aglutinante del ejemplo 1, en el mezclado primario.

En este caso, la razón del peso total de un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor y el peso total de un segundo material activo de electrodo positivo, el contenido de sólidos de la disolución de segundo aglutinante y un segundo agente conductor fue de 15:85. El peso total (1000 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el contenido de sólidos de la disolución de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 2 veces el peso total (499,75 g) de la parte de disolvente del disolvente y la disolución de segundo aglutinante.

Ejemplo comparativo 4

Se preparó una suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo comparativo 4 mediante el mismo método que el descrito en el ejemplo 1, excepto porque se añadieron juntos y se mezclaron 12,75 g del polvo de segundo aglutinante del ejemplo 1, 828,75 g de un segundo material activo de electrodo positivo y 8,5 g de un segundo agente conductor en el mezclado primario, y no se realizó mezclado secundario.

En este caso, la razón del peso total de un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor y el peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo

aglutinante y el segundo agente conductor fue de 15:85. El peso total (1000 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 3,33 veces el peso del disolvente (300 g).

Ejemplo comparativo 5

Se preparó una suspensión de material de electrodo positivo del ejemplo comparativo 5 mediante el mismo método que el descrito en el ejemplo 1, excepto porque se añadieron juntos y se mezclaron 212,50 g de la disolución de segundo aglutinante del ejemplo comparativo 3 (contenido de sólidos: 6 % en peso), 828,75 g de un segundo material activo de electrodo positivo y 8,5 g de un segundo agente conductor en el mezclado primario, y no se realizó mezclado secundario.

En este caso, la razón del peso total de un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor y el peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el contenido de sólidos de la disolución de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de 15:85. El peso total (1000 g) del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el contenido de sólidos de la disolución de segundo aglutinante y el segundo agente conductor fue de aproximadamente 2 veces el peso total (499,75 g) de la parte de disolvente del disolvente y la disolución de segundo aglutinante.

Ejemplos experimentales

1. Medición de la fuerza adhesiva

Se fabricó un electrodo positivo aplicando la suspensión de material de electrodo positivo preparada en cada uno de los ejemplos y los ejemplos comparativos sobre un colector de corriente de aluminio, secando a 130 °C y laminando el producto resultante.

Después de eso, se midió la fuerza adhesiva al electrodo usando el electrodo positivo fabricado. Un método de medición específico es el siguiente.

(1) Se comprimió un electrodo hasta un tamaño de 20 mm × 150 mm.

(2) Se unió una cinta de doble cara a una placa de vidrio y se colocó el electrodo sobre la placa de vidrio.

(3) Se realizó la unión laminando cinco veces con un rodillo de 2 kg.

(4) Se midió la fuerza de desprendimiento del electrodo a partir de la placa de vidrio usando un equipo UTM (TA). Se realizó el desprendimiento a una tasa de 100 mm/min y se midió un ángulo de medición entre la placa de vidrio y el electrodo a 90 grados.

El resultado medido según el método se muestra en la tabla 1 a continuación.

[Tabla 1]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5
Fuerza adhesiva al electrodo (gf/cm)	42,8	45,1	40,3	35,8	11,2	24,0	14,7

Haciendo referencia a la tabla 1, puede confirmarse que el material de electrodo positivo y el electrodo positivo de cada uno de los ejemplos fabricados añadiendo previamente un segundo aglutinante en forma de polvo y mezclando con los demás componentes en el mezclado primario muestran una fuerza adhesiva al electrodo igual o superior a la del ejemplo comparativo 1 que no reutiliza un material de electrodo positivo.

Sin embargo, en el ejemplo comparativo 2 en el que la razón de mezclado del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor con respecto al segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor está más allá del intervalo de la presente invención, puede confirmarse que la fuerza adhesiva al electrodo es inferior a las de los ejemplos.

Además, puede confirmarse que el ejemplo comparativo 3 que usa el segundo aglutinante en forma de una dispersión, en lugar de polvo, no tiene un alto contenido de sólidos y tiene una viscosidad deficiente y, por tanto, se

reduce en gran medida la fuerza adhesiva al electrodo.

Además, puede confirmarse que, en el caso del ejemplo comparativo 4 en el que el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor se mezclan de una sola vez sin mezclarse en dos etapas, por ejemplo, procedimiento de mezclado primario y secundario, el polvo de segundo aglutinante ni se dispersa ni se mezcla suficientemente y, por tanto, se reduce la fuerza adhesiva al electrodo.

Además, en el ejemplo comparativo 5 en el que el segundo aglutinante se usa en forma de una dispersión y el segundo material activo de electrodo positivo, el segundo aglutinante y el segundo agente conductor se mezclan juntos de una sola vez, puede confirmarse que se reduce en gran medida la viscosidad y, por tanto, se redujo la fuerza adhesiva al electrodo.

2. Evaluación del rendimiento de la celda

Se cargaron/descargaron las baterías de los ejemplos 1 y 2 y los ejemplos comparativos 1 a 5 para evaluar la retención de capacidad, y el resultado se muestra en la tabla 2.

Cada batería se cargó/descargó a 0,5 C/0,5 C desde los ciclos 1 a 200 a 45 °C.

Condiciones de carga: corriente constante (CC)/tensión constante (CV) (4,25 V/0,05 C de corte)

Condiciones de descarga: corriente constante (CC), 2,5 V de corte

La retención de capacidad se dedujo mediante la ecuación a continuación.

Retención de capacidad (%) = (capacidad de descarga en el ciclo 200 / capacidad de descarga en el ciclo 1) × 100

[Tabla 2]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5
Retención de capacidad (%)	92,5	91,5	92,8	74,9	82,8	75,2	83,0

Haciendo referencia a la tabla 2, en los ejemplos, dado que el polvo de segundo aglutinante se dispersó previamente de manera uniforme a través del mezclado primario, la adhesión y la formación de la capa de material activo de electrodo positivo son buenas, y dado que el primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor se mezclaron con el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor en una razón en peso preferible, se obtuvo un nivel similar de rendimiento de la batería, en comparación con el ejemplo comparativo 1 que no reutiliza el material de electrodo positivo.

Sin embargo, en el ejemplo comparativo 2 en el que la razón de mezclado en peso del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor con respecto al segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor está más allá del intervalo de la presente invención, puede observarse que se reduce significativamente la retención de capacidad, dando como resultado un rendimiento de la batería deficiente.

Además, en el ejemplo comparativo 3 que usa el segundo aglutinante en forma de una dispersión, en lugar de polvo, la viscosidad y la fuerza adhesiva al electrodo son muy deficientes, lo que no es preferible en cuanto a la producción de la batería, y también se evaluó que el rendimiento de la batería era muy deficiente.

Además, en el ejemplo comparativo 4 en el que el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor se mezclaron juntos de una sola vez sin mezclarse en dos etapas, por ejemplo, mezclado primario y secundario, dado que el polvo de segundo aglutinante no se dispersó ni mezcló suficientemente en la suspensión, se evaluó que un electrodo fabricado de ese modo también mostraba un rendimiento de la batería muy deficiente.

Además, en el ejemplo comparativo 5 en el que el segundo aglutinante se usó en forma de una dispersión y el segundo material activo de electrodo positivo, el segundo aglutinante y el segundo agente conductor se mezclaron juntos de una sola vez, la suspensión tenía una viscosidad muy baja, lo que no es preferible en cuanto a la producción de la batería, y también se evaluó que el rendimiento de la batería era muy deficiente.

REIVINDICACIONES

1. Método de reutilización de un material de electrodo positivo, que comprende:
 - 5 introducir un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que incluye un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo positivo formada sobre el colector de corriente y que incluye un primer material activo de electrodo positivo, un primer aglutinante y un primer agente conductor, en un disolvente, en el que el electrodo positivo para una batería secundaria de litio no está sujeto a ningún procedimiento de ciclo de carga/descarga;
 - 10 separar al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente;
 - añadir polvo de segundo aglutinante al disolvente y realizar mezclado primario de la mezcla resultante; y
 - 15 preparar una suspensión de material de electrodo positivo mediante la adición de un segundo material activo de electrodo positivo y un segundo agente conductor al disolvente y realizar mezclado secundario de la mezcla resultante,
 - 20 en el que la razón del peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante y el primer agente conductor, que se incluyen en una capa de material activo de electrodo positivo separada, con respecto al peso total del segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor oscila desde 8:92 hasta 28:72.
- 25 2. Método según la reivindicación 1, en el que al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo se separa a partir del colector de corriente a través de ultrasonificación.
3. Método según la reivindicación 2, en el que la ultrasonificación se realiza durante de 5 a 60 minutos.
- 30 4. Método según la reivindicación 1, en el que el disolvente es N-metil-2-pirrolidona.
5. Método según la reivindicación 1, en el que el polvo de segundo aglutinante tiene un tamaño de partícula promedio (D_{50}) de 100 a 300 μm .
- 35 6. Método según la reivindicación 1, que comprende además, después de separar al menos una porción de la capa de material activo de electrodo positivo a partir del colector de corriente, retirar el colector de corriente a partir del disolvente.
7. Método según la reivindicación 1, en el que el 70 % en peso o más de la capa de material activo de electrodo positivo se separa a partir del colector de corriente.
- 40 8. Método según la reivindicación 1, en el que el peso de la capa de material activo de electrodo positivo separada es de 0,25 a 0,75 veces el peso del disolvente.
9. Método según la reivindicación 1, en el que el mezclado primario se realiza durante de 30 a 600 minutos.
10. Método según la reivindicación 1, en el que, durante el mezclado primario, se pulveriza la capa de material activo de electrodo positivo separada.
- 50 11. Método según la reivindicación 1, en el que el mezclado secundario se realiza durante de 30 a 240 minutos.
12. Método según la reivindicación 1, en el que el peso total del primer material activo de electrodo positivo, el primer aglutinante, el primer agente conductor, el segundo material activo de electrodo positivo, el polvo de segundo aglutinante y el segundo agente conductor es de 2,25 a 6 veces el peso del disolvente.

55