

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 026 958**

51 Int. Cl.:

**G01N 11/04** (2006.01)

**H01M 4/02** (2006.01)

**H01M 10/0525** (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.02.2019** **PCT/KR2019/002212**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.08.2019** **WO19164336**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.02.2019** **E 19757523 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2025** **EP 3674684**

54 Título: **Método y aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo**

30 Prioridad:

**23.02.2018 KR 20180021854**

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

**12.06.2025**

73 Titular/es:

**LG ENERGY SOLUTION, LTD. (100.00%)**  
**Tower 1, 108, Yeoui-daero, Yeongdeungpo-gu**  
**Seoul 07335, KR**

72 Inventor/es:

**LIM, GA-HYUN;**  
**SON, JIN-YOUNG;**  
**YANG, HWI-SOO;**  
**SEOL, JONG-HEON;**  
**CHO, HYUNG-SUK y**  
**CHOY, SANG-HOON**

74 Agente/Representante:

**QUIRÓS MARÍN, María**

ES 3 026 958 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 y aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo

5 **Campo técnico**

La presente divulgación se refiere a un método y a un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo.

10 La presente solicitud reivindica prioridad sobre la solicitud de patente coreana n.º 10-2018-0021854 presentada el 23 de febrero de 2018 en la República de Corea.

**Antecedentes de la técnica**

15 En general, un electrodo para una batería secundaria incluye un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo formada sobre el colector de corriente. Una capa de material activo de electrodo de este tipo se obtiene disolviendo o dispersando un material activo de electrodo, un aglutinante, un material conductor y otros aditivos en un disolvente o medio de dispersión predeterminado para formar una suspensión de mezcla de electrodo (incluyendo una forma de pasta o tinta), y transfiriendo y recubriendo la suspensión de mezcla de electrodo sobre un  
20 colector de corriente, seguido de secado.

Un tubo de transferencia a través del cual se transfiere la suspensión de mezcla de electrodo está provisto de un filtro de transferencia y una línea de recubrimiento está provista de un filtro de circulación para retirar los materiales o gránulos no disueltos en la suspensión de mezcla de electrodo negativo, reduciendo así los defectos de recubrimiento en última instancia. Sin embargo, cuando la suspensión de mezcla de electrodo pasa a través del filtro proporcionado en el tubo de transferencia, se aplica una fuerte cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo por el filtro. En el presente documento, cuando la suspensión de mezcla de electrodo tiene una estabilidad de fase  
25 escasa, por ejemplo, cuando la suspensión tiene una dispersabilidad baja o muestra agregación de partículas local, la suspensión experimenta un cambio en las propiedades físicas, tal como un aumento en la viscosidad de la suspensión o un cambio en la elasticidad o estructura interna del material de la suspensión, dando como resultado el bloqueo del filtro. Tal bloqueo del filtro va seguido de defectos de recubrimiento, provocando de ese modo la degradación de la procesabilidad y la productividad. Particularmente, el problema mencionado anteriormente se agrava cuando se usa un material carbonoso como material activo y/o material conductor para una suspensión de  
30 mezcla de electrodo negativo.

35 En estas circunstancias, se ha usado un método para predecir el bloqueo del filtro y la estabilidad de fase según la técnica relacionada con el fin de predecir la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, particularmente la suspensión de mezcla de electrodo negativo. Por ejemplo, el método incluye aplicar un intervalo de número predeterminado de velocidades de cizalladura, tal como una velocidad de cizalladura de 1/s, a la  
40 suspensión de mezcla de electrodo y medir la viscosidad de la suspensión de mezcla de electrodo en ese momento usando un reómetro.

Por ejemplo, se introdujo la suspensión de mezcla de electrodo obtenida de cada uno de los ejemplos de preparación 1 y 2 descritos a continuación en el presente documento en un sistema de reómetro con el fin de  
45 determinar las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo y se midió la viscosidad, mientras se aumentaba la velocidad de cizalladura dentro de un intervalo predeterminado (el primer ciclo), y luego se repitió el mismo procedimiento para el segundo ciclo y el tercer ciclo. Luego, se representaron los valores de viscosidad obtenidos a partir de los mismos en gráficos (figura 2a y figura 2b).

50 Con referencia a la figura 2a, incluso cuando se repite el ciclo de cizalladura, el gráfico de viscosidad obtenido a partir de cada ciclo no muestra ninguna diferencia significativa. Se cree que esto se debe a que la suspensión de mezcla de electrodo tiene alta estabilidad de fase y, por tanto, no experimenta ningún cambio significativo en las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo ni siquiera después de la aplicación de cizalladura. Mientras tanto, con referencia a la figura 2b, a medida que se repite el ciclo de cizalladura, la viscosidad de la  
55 suspensión de mezcla de electrodo negativo tiende a disminuir. Se cree que esto se debe a que la suspensión de mezcla de electrodo tiene una baja estabilidad de fase y, por tanto, experimenta un cambio en las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo después de la aplicación de cizalladura.

60 El método mencionado anteriormente para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo repitiendo ciclos de cizalladura muchas veces dentro de un intervalo predeterminado de velocidades de cizalladura requiere aproximadamente 18 minutos por ciclo. Por tanto, cuando se llevan a cabo 3 ciclos, el método requiere aproximadamente 1 hora, lo que requiere una recopilación de información y un consumo de tiempo no deseados para determinar y analizar las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo negativo.

65 Además, los inventores de la presente divulgación han descubierto que cuando la suspensión de mezcla de electrodo pasa a través de un tubo de transferencia provisto de un filtro tal como se muestra en la figura 3

esquemáticamente, la suspensión de mezcla de electrodo muestra un cambio rápido en la cizalladura en el punto del filtro tal como se muestra en la figura 3 en el transcurso del paso a través del tubo de transferencia, pero un cambio tan rápido en la cizalladura no se aplica a la evaluación reológica convencional.

- 5 La solicitud de patente KR 10-2017-0113791 divulga un método para predecir si se producirá una variación de grosor de una capa de recubrimiento midiendo la tensión de cizalladura y la velocidad de cizalladura.

La solicitud de patente JP 2013-182822 proporciona una mezcla de electrodo para una batería secundaria que se obtiene mezclando una composición de materia prima y un disolvente, que tiene un valor de una razón de viscosidad X de 0,75 a 1,50, siendo  $X=A/B$  y midiéndose la viscosidad A aumentando la velocidad de cizalladura desde 0,01 [s<sup>-1</sup>] hasta 100 [s<sup>-1</sup>] y midiéndose la viscosidad B disminuyendo la velocidad de cizalladura desde 100 [s<sup>-1</sup>] hasta 0,01 [s<sup>-1</sup>].

## Divulgación

### Problema técnico

La presente divulgación se refiere a proporcionar un método y un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, particularmente la suspensión de mezcla de electrodo negativo, dentro de un tiempo disminuido.

La presente divulgación también se refiere a proporcionar un método y un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo simulando una condición de cizalladura aplicada al transferir y/o recubrir en una línea de procesamiento real de manera más similar.

### Solución técnica

Según la primera realización de la presente divulgación, se proporciona un método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, que incluye las etapas de: (S1) introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro; (S2) aplicar una primera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo; (S3) aplicar una segunda velocidad de cizalladura después de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura; (S4) aplicar una tercera velocidad de cizalladura después de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera velocidad de cizalladura; (S5) comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura, en donde el método comprende además una etapa de evaluar la suspensión de mezcla de electrodo como una que tiene estabilidad de fase, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, como resultado de la comparación de la viscosidad de cizalladura en la etapa de comparar las viscosidades de cizalladura, y en donde la velocidad instantánea de cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura tiene un valor absoluto de 100/s<sup>2</sup> o más.

Según la segunda realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en la primera realización, que incluye además al menos una etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura mayor que la tercera velocidad de cizalladura después de aplicar la tercera velocidad de cizalladura.

Según la tercera realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en la segunda realización, en donde la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura se lleva a cabo al menos dos veces, y el método incluye además una etapa de aplicar la misma velocidad de cizalladura que la primera velocidad de cizalladura entre las etapas de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura.

Según la cuarta realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en una cualquiera de las realizaciones primera a tercera, en donde cada una de la primera velocidad de cizalladura y la tercera velocidad de cizalladura es de aproximadamente 0,1/s.

Según la quinta realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en una cualquiera de las realizaciones segunda a cuarta, en donde la velocidad de cizalladura en la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura es aproximadamente 10 veces o más superior a la segunda velocidad de cizalladura.

Según la sexta realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en una cualquiera de las realizaciones primera a quinta, en donde el reómetro es un reómetro rotacional.

5 Según la séptima realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en una cualquiera de las realizaciones primera a sexta, en donde la etapa de introducir la suspensión de mezcla de electrodo se lleva a cabo introduciendo 10 ml de suspensión de mezcla de electrodo.

10 Según la octava realización de la presente divulgación, se proporciona el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo tal como se define en una cualquiera de las realizaciones primera a séptima, en donde el tiempo de retención de cada una de la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura y la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura es de 180-260 segundos.

15 Según la novena realización de la presente divulgación, también se proporciona un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, que incluye: un módulo de entrada configurado para introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro; un módulo de aplicación de velocidad de cizalladura configurado para aplicar una primera velocidad de cizalladura, una segunda velocidad de cizalladura y una tercera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo; un módulo de control de velocidad configurado para controlar la primera velocidad de cizalladura, la segunda velocidad de cizalladura y la tercera velocidad de cizalladura de tal manera que pueda llevarse a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura, y pueda llevarse a cabo una etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura después de llevar a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera cizalla, en donde la velocidad instantánea de cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura tiene un valor absoluto de  $100/s^2$  o más; un módulo de comparación configurado para comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura; y un módulo de evaluación configurado para evaluar la suspensión de mezcla de electrodo como una que tiene estabilidad de fase, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura.

#### Efectos ventajosos

40 Según la presente divulgación, es posible evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, particularmente la suspensión de mezcla de electrodo negativo, dentro de un periodo de tiempo disminuido simulando una condición de cizalladura aplicada al transferir y/o recubrir en una línea de procesamiento real y midiendo la viscosidad de cizalladura de la suspensión de mezcla de electrodo en ese momento.

45 Además, dado que sólo se obtienen los datos de prueba requeridos para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, no hay necesidad de analizar los resultados de prueba no deseados generados a partir del método convencional.

Además, es posible evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo con mayor precisión simulando una condición más cercana a la condición de un tubo de transferencia o una línea de recubrimiento real.

#### Descripción de los dibujos

55 Los dibujos adjuntos ilustran una realización preferida de la presente divulgación y, junto con la siguiente divulgación, sirven para proporcionar una comprensión adicional de las características técnicas de la presente divulgación y, por tanto, la presente divulgación no se considera limitada al dibujo. Además, una forma, un tamaño, una escala o una razón de componentes podrían exagerarse para facilitar la explicación.

La figura 1 es un diagrama de flujo que ilustra el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la presente divulgación.

60 La figura 2a y la figura 2b son gráficos que ilustran la velocidad de cizalladura frente a la viscosidad de cizalladura de la suspensión de mezcla de electrodo negativo determinadas usando un reómetro según la técnica relacionada.

65 La figura 3 muestra una realización de un tubo de transferencia provisto de un filtro, a través del cual se transfiere la suspensión de mezcla de electrodo en un procedimiento real, y un gráfico que ilustra la cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo mientras pasa a través del tubo de transferencia.

La figura 4a y la figura 4b son gráficos de tiempo frente a viscosidad de cizalladura que ilustran los resultados de evaluación de las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo negativo según una realización de la presente divulgación.

La figura 5 es una vista esquemática que ilustra el aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la presente divulgación.

### Mejor modo

A continuación en el presente documento, las realizaciones preferidas de la presente divulgación se describirán en detalle con referencia a los dibujos adjuntos. Antes de la descripción, debe entenderse que los términos usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas no deben interpretarse como limitados a significados generales y de diccionario, sino interpretarse basándose en los significados y conceptos correspondientes a los aspectos técnicos de la presente divulgación basándose en el principio de que se permite que el inventor defina términos de manera apropiada para la mejor explicación.

Tal como se usa en el presente documento, la expresión “una parte está conectada a otra parte” cubre no sólo “una parte está conectada directamente a otra parte”, sino también “una parte está conectada eléctricamente a otra parte” por medio del otro elemento interpuesto entre ellas.

A lo largo de la memoria descriptiva, la expresión “una parte “incluye” un elemento” no excluye la presencia de ningún elemento adicional citado explícitamente de otro modo, sino que significa que la parte puede incluir además los otros elementos.

Tal como se usa en el presente documento, los términos “aproximadamente”, “sustancialmente”, o similares, se usan con el significado contiguo desde o hasta el valor numérico indicado, cuando se sugiere un error de material o preparación aceptable único para el significado indicado, y se usan con el propósito de impedir que un invasor irresponsable use indebidamente la divulgación indicada que incluye un valor numérico exacto o absoluto proporcionado para ayudar en la comprensión de la presente divulgación.

Tal como se usa en el presente documento, la expresión “A y/o B” significa “A, B o ambos de ellos”.

En un aspecto de la presente divulgación, se proporciona un método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo simulando la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando fluye a través de un tubo de transferencia y la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando pasa a través de un filtro. Tal como se muestra en el diagrama de flujo de la figura 1, el método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo incluye las etapas de: introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro; aplicar una primera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo; aplicar una segunda velocidad de cizalladura después de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura; aplicar una tercera velocidad de cizalladura después de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera velocidad de cizalladura; y comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura.

Según una realización de la presente divulgación, cuando se simula el flujo de la suspensión de mezcla de electrodo a través de un tubo de transferencia, se entiende que la simulación es una realización en donde el volumen mínimo de 7,53 l de suspensión de mezcla de electrodo fluye a través de un tubo de transferencia que tiene una sección circular con un diámetro de 2,5 pulgadas. Según una realización de la presente divulgación, la suspensión de mezcla de electrodo se introduce en el módulo de entrada de un reómetro en un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo con el fin de simular la realización. Según una realización de la presente divulgación, el volumen de suspensión de mezcla de electrodo introducido en el módulo de entrada de un reómetro es de 10 ml.

A continuación, se aplica la primera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo. La primera velocidad de cizalladura se establece en un valor específico simulando la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando fluye a través de un tubo de transferencia.

Tal como se usa en el presente documento, se pretende que la expresión “se establece en un valor específico” se diferencie de la realización convencional en donde la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cambia con el transcurso del tiempo dentro de un intervalo predeterminado.

Después de aplicar la primera velocidad de cizalladura, se aplica la segunda velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura. La segunda velocidad de cizalladura se establece en un valor específico simulando la velocidad de cizalladura ( $V_1$ ) aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando pasa a través de un filtro.

Después de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, se aplica la tercera velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura puede ser menor que la segunda velocidad de cizalladura. Según una realización de la presente divulgación, la tercera velocidad de cizalladura puede ser sustancialmente la misma que la primera velocidad de cizalladura.

Según una realización de la presente divulgación, el método puede incluir además una etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura, en donde se aplica una velocidad de cizalladura que simula la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando pasa a través de un filtro. Dicho de otro modo, después de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, el método puede incluir además al menos una etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura, en donde se aplica una velocidad de cizalladura mayor que la segunda velocidad de cizalladura. Además, la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura puede llevarse a cabo al menos dos veces, y el método puede incluir adicionalmente una etapa de aplicar una velocidad de cizalladura (por ejemplo, la misma velocidad de cizalladura que la primera velocidad de cizalladura) menor que la segunda velocidad de cizalladura entre las etapas de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura. Por ejemplo, es posible llevar a cabo al menos dos etapas de simular la velocidad de cizalladura aplicada a la suspensión de mezcla de electrodo cuando pasa a través de un filtro. En el presente documento, la velocidad de cizalladura en cada etapa puede establecerse en  $V_{f1}$ ,  $V_{f2}$ ,  $V_{f3}$ , ...,  $V_{fy+1}$  (y es un número natural de 1 o más), y las velocidades de cizalladura  $V_{f1}$ ,  $V_{f2}$ ,  $V_{f3}$ , ...,  $V_{fy+1}$  pueden satisfacer la relación de  $V_{f1} < V_{f2} < V_{f3} < \dots < V_{fy+1}$ .  $V_{fy+1}$  puede tener un valor de velocidad de cizalladura al menos 10 veces superior a  $V_{fy}$ . Por ejemplo,  $V_{f2}$  puede establecerse para tener una velocidad de cizalladura 10 veces superior a  $V_{f1}$ ,  $V_{f3}$  puede establecerse para tener una velocidad de cizalladura 10 veces superior a  $V_{f2}$ , y  $V_{fy+1}$  puede establecerse para tener una velocidad de cizalladura 10 veces superior a  $V_{fy}$ .

Un cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, un cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o un cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura se realiza instantáneamente. En el presente documento, "instantáneamente" se usa para diferenciar claramente un cambio de este tipo en la velocidad de cizalladura de un cambio gradual en la velocidad de cizalladura según la técnica relacionada. En el presente documento, no se tiene en cuenta la inercia de la propia suspensión provocada por la velocidad de cizalladura aplicada en la etapa anterior ni la limitación del propio sistema mecánico, tal como un reómetro. La velocidad instantánea de cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura tiene un valor absoluto de  $100/s^2$  o más. Cuando la velocidad de cizalladura cambia con el transcurso del tiempo tal como se muestra en la figura 2a y la figura 2b, no es posible evaluar si la viscosidad de la suspensión de mezcla de electrodo se recupera o no después de un cambio rápido en la velocidad de cizalladura, y así evaluar la estabilidad de fase de la suspensión.

El tiempo de retención de cada una de la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura y la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura puede determinarse teniendo en cuenta un filtro que va a simularse, la estructura de un tubo de transferencia, o similares. Por ejemplo, el tiempo de retención de cada una de la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura y la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura puede ser de 180-260 segundos.

Luego, se compara la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura.

Tal como se usa en el presente documento, la "viscosidad de cizalladura" puede obtenerse estableciendo el intervalo entre los discos giratorios circulares de un reómetro en un valor predeterminado a 23 °C, introduciendo la suspensión de mezcla de electrodo en una cantidad correspondiente al volumen con el que se llena el intervalo, y estableciendo un intervalo de velocidad de cizalladura a una frecuencia de 1 Hz para medir la fuerza generada tras la rotación de los discos giratorios. La velocidad de cizalladura puede ser de  $10^{-3}$  a  $10^3$  (1/s), pero no se limita a lo mismo.

Según una realización preferida de la presente divulgación, después de establecer el intervalo entre discos giratorios circulares de un reómetro en un valor predeterminado, se introducen 10 ml de suspensión de mezcla de electrodo negativo correspondientes al volumen con el que se llena el intervalo, se establece una velocidad de cizalladura en un intervalo de  $10^{-1}$  a  $10^3$  (1/s) a una frecuencia de 1 Hz, se aplica una velocidad de cizalladura de modo que puede cambiarse según  $0,1/s \rightarrow 10/s \rightarrow 0,1/s \rightarrow 100/s \rightarrow 0,1/s \rightarrow 1.000/s$ , y se establece el tiempo de retención de cada velocidad de cizalladura en 180-260 segundos para medir la viscosidad de cizalladura.

Luego, se compara la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura. Además, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  o dentro de  $\pm 10\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, como resultado de la comparación de la viscosidad de cizalladura, puede entenderse que se recupera la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura y la suspensión de mezcla de electrodo tiene estabilidad de fase.

Según una realización preferida tal como se muestra en la figura 4a, la velocidad de cizalladura cambia según  $0,1/s \rightarrow 10/s \rightarrow 0,1/s \rightarrow 100/s \rightarrow 0,1/s \rightarrow 1.000/s$ , y el tiempo de retención de cada velocidad de cizalladura se establece en 180-260 segundos. En este caso, cuando la viscosidad de cizalladura en el segundo  $0,1/s$  o en el tercer  $0,1/s$  se recupera hasta un nivel de viscosidad de cizalladura dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura en el primer  $0,1/s$ , puede predecirse que la suspensión de mezcla de electrodo no experimenta bloqueo de filtro o inestabilidad de fase mientras pasa a través de un tubo de transferencia o una línea de recubrimiento.

Sin embargo, tal como se muestra en la figura 4b, cuando la viscosidad de cizalladura a  $0,1/s$  tal como se muestra en el círculo rojo no se recupera hasta un nivel de la viscosidad de cizalladura en el primer  $0,1/s$ , puede predecirse que la suspensión de electrodo experimenta bloqueo de filtro o tiene estabilidad de fase anómala.

Dado que la viscosidad de cizalladura se mide mientras se cambia instantáneamente la velocidad de cizalladura según la presente divulgación, es posible reducir significativamente el tiempo requerido para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, a diferencia del método para medir la viscosidad de cizalladura mientras se cambia gradualmente la velocidad de cizalladura según la técnica relacionada. Por ejemplo, es posible evaluar la estabilidad de fase de la mezcla de electrodo en aproximadamente 20 minutos según la presente divulgación.

El aparato usado para evaluar la suspensión de mezcla de electrodo según la presente divulgación se caracteriza porque está diseñado para simular una condición de cizalladura aplicada a un tubo de transferencia y a un filtro de transferencia y/o circulación de modo que las propiedades físicas de la suspensión de mezcla de electrodo puedan evaluarse sustancialmente.

Según una realización de la presente divulgación, se proporciona un aparato para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo. Tal como se muestra en la figura 5, el aparato 10 para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo incluye: un módulo 100 de entrada configurado para introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro; un módulo 200 de aplicación de velocidad de cizalladura configurado para aplicar una primera velocidad de cizalladura, una segunda velocidad de cizalladura y una tercera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo; un módulo 300 de control de velocidad configurado para controlar la primera velocidad de cizalladura, la segunda velocidad de cizalladura y la tercera velocidad de cizalladura de tal manera que pueda llevarse a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura, y pueda llevarse a cabo una etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura después de llevar a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera velocidad de cizalladura; un módulo 400 de comparación configurado para comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura; y un módulo 500 de evaluación configurado para evaluar la suspensión de mezcla de electrodo como una que tiene estabilidad de fase, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura.

Según una realización de la presente divulgación, la tercera velocidad de cizalladura puede ser sustancialmente la misma que la primera velocidad de cizalladura.

El reómetro puede ser un reómetro rotacional y puede usarse un cilindro concéntrico como componente parcial del mismo. Por ejemplo, el reómetro puede incluir Discovery HR disponible de TA Instruments Korea.

La suspensión de mezcla de electrodo usada en la presente divulgación puede ser una suspensión de mezcla de electrodo positivo o una suspensión de mezcla de electrodo negativo, y la suspensión de mezcla de electrodo negativo es más preferida ya que requiere más mejora en el bloqueo del filtro.

La suspensión de mezcla de electrodo que puede usarse en la presente divulgación no está particularmente limitada. Por ejemplo, pueden considerarse la suspensión de mezcla de electrodo descrita a continuación en el presente documento y una batería secundaria que incluye la misma.

La razón de material activo de electrodo en el contenido total de sólidos de la suspensión de mezcla de electrodo es adecuadamente de aproximadamente el 50 % en peso o más y es preferiblemente de aproximadamente el 80-95 % en peso. La razón de material conductor en el contenido total de sólidos puede ser de aproximadamente el 0,1-20 % en peso, preferiblemente de aproximadamente el 2-10 % en peso, y más preferiblemente de aproximadamente el 3-

5 % en peso. Cuando se usa un aglutinante, la razón de aglutinante en el contenido total de sólidos de la suspensión de mezcla de electrodo puede ser de aproximadamente el 0,5-10 % en peso, preferiblemente de aproximadamente el 1-5 % en peso.

5 Un electrodo positivo se obtiene aplicando una suspensión de mezcla de electrodo positivo que es una mezcla de un material activo de electrodo positivo, un disolvente polar, un material conductor y un aglutinante sobre un colector de corriente de electrodo positivo, seguido de secado. Si se desea, la mezcla puede incluir además una carga.

10 El material activo de electrodo positivo puede incluir un compuesto representado por la fórmula química 1, fórmula química 2, fórmula química 3 o fórmula química 4 siguientes, o una combinación de las mismas. Además de los compuestos mencionados anteriormente, el material activo de electrodo positivo puede incluir, pero no se limita a: óxidos de litio-manganeso, tales como  $\text{LiMnO}_3$  y  $\text{LiMn}_2\text{O}_3$ ; óxido de litio-cobre ( $\text{Li}_2\text{CuO}_2$ ); óxidos de vanadio, tales como  $\text{LiV}_3\text{O}_8$ ,  $\text{LiV}_3\text{O}_4$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$  y  $\text{Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ ; óxidos compuestos de litio-manganeso representados por  $\text{Li}_2\text{Mn}_3\text{MO}_8$  (en donde M = Fe, Co, Ni, Cu o Zn); compuestos de disulfuro;  $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$ ; o similares.

15  $\text{Li}_{1+a}\text{A}_{1-x}\text{B}_x(\text{YO}_{4-b}\text{X}_b)$  ( $-0,5 \leq a \leq +0,5$ ,  $0 \leq b \leq +0,1$ ,  $0 \leq x \leq +0,1$ ) (1)

$\text{Li}_{1+a}\text{A}_{2-x}\text{B}_x(\text{YO}_{4-b}\text{X}_b)_3$  ( $-0,5 \leq a \leq +0,5$ ,  $0 \leq b \leq +0,1$ ,  $0 \leq x \leq +0,1$ ) (2)

20  $\text{Li}_{1+a}\text{A}_{1-x}\text{B}_x\text{O}_{2-b}\text{X}_b$  ( $-0,5 \leq a \leq +0,5$ ,  $0 \leq b \leq +0,1$ ,  $0 \leq x \leq +0,1$ ) (3)

$\text{Li}_{1+a}\text{A}_x\text{B}_y\text{C}_{2-x-y}\text{O}_{4-b}\text{X}_b$  ( $-0,5 \leq a \leq +0,5$ ,  $0 \leq b \leq +0,1$ ,  $0 \leq x \leq +2$ ,  $0 \leq y \leq 0,1$ ) (4)

25 En las fórmulas químicas anteriores, A es al menos un elemento seleccionado de metales de transición que tienen una estructura hexadentada;

B es al menos un elemento seleccionado de metales alcalinotérreos y elementos del grupo 3B;

30 C e Y son al menos un elemento seleccionado de metales de transición que tienen una estructura tetradentada; y

X es al menos un elemento seleccionado de elementos de los grupos 5B, 6B y 7B.

En general, el colector de corriente de electrodo positivo se forma para tener un grosor de 3-500  $\mu\text{m}$ . El colector de corriente de electrodo positivo no está particularmente limitado, siempre que no provoque ningún cambio químico en la batería correspondiente y tenga alta conductividad. Los ejemplos particulares del colector de corriente de electrodo positivo pueden incluir acero inoxidable, aluminio, níquel, titanio, carbono cocido, aluminio o acero inoxidable cuya superficie se ha tratado con carbono, níquel, titanio o plata, o similares. Además, pueden formarse irregularidades superficiales finas sobre la superficie del colector de corriente de electrodo positivo para aumentar la adhesión del material activo de electrodo positivo. El colector de corriente de electrodo positivo puede tener diversas formas, tales como una película, una lámina, una hoja, una red, un cuerpo poroso, un cuerpo espumado, un cuerpo no tejido, o similares.

45 El material conductor se añade generalmente en una cantidad del 1-50 % en peso basándose en el peso total de la mezcla que incluye el material activo de electrodo positivo. El material conductor no está particularmente limitado, siempre que no provoque ningún cambio químico en la batería correspondiente y tenga conductividad. Los ejemplos particulares del material conductor incluyen: grafito, tal como grafito natural o grafito artificial; negro de carbono, tal como negro de carbono, negro de acetileno, negro de Ketjen, negro de canal, negro de horno, negro de lámpara o negro térmico; fibras conductoras, tales como fibras de carbono o fibras metálicas; fluorocarbono; polvo metálico, tal como polvo de aluminio o níquel; fibras cortas monocristalinas conductoras, tales como óxido de zinc o titanato de potasio; óxido de metal conductor, tal como óxido de titanio; y materiales conductores, tales como derivados de polifenileno.

50 El aglutinante es un componente que ayuda en la unión entre el material activo de electrodo y el material conductor y en la unión al colector de corriente de electrodo positivo. En general, el aglutinante se añade en una cantidad del 1-50 % en peso basándose en el peso total de la mezcla que incluye el material activo de electrodo positivo. Los ejemplos particulares del aglutinante incluyen 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-butireno, caucho fluorado, diversos copolímeros, o similares.

60 La carga es un componente que inhibe el hinchamiento del electrodo positivo y se usa opcionalmente. La carga no está particularmente limitada, siempre que no provoque ningún cambio químico en la batería correspondiente y sea un material fibroso. Los ejemplos particulares de la carga incluyen polímeros olefínicos, tales como polietileno o polipropileno; y materiales fibrosos, tales como fibras de vidrio o fibras de carbono.

65 El electrodo negativo se obtiene aplicando una mezcla de electrodo negativo que incluye un material activo de



electrodo negativo sobre un colector de corriente de electrodo negativo, seguido de secado y prensado. Si se desea, la mezcla de electrodo negativo puede incluir además opcionalmente el material conductor, el aglutinante, la carga, o similares mencionados anteriormente.

- 5 Los ejemplos particulares del material activo de electrodo negativo incluyen: carbono tal como carbono no grafitizable o carbono a base de grafito; óxidos compuestos de metal, tales como  $\text{Li}_x\text{Fe}_2\text{O}_3$  ( $0 \leq x \leq 1$ ),  $\text{Li}_x\text{WO}_2$  ( $0 \leq x \leq 1$ ),  $\text{Sn}_x\text{Me}_{1-x}\text{Me}'_y\text{O}_z$  (Me: Mn, Fe, Pb, Ge; Me': Al, B, P, Si, elementos del grupo 1, 2 ó 3 de la tabla periódica, halógeno;  $0 < x \leq 1$ ;  $1 \leq y \leq 3$ ;  $1 \leq z \leq 8$ ); metal de litio; aleación de litio; aleación a base de silicio; aleación a base de estaño; óxidos de metal, tales como  $\text{AuO}$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{PbO}_2$ ,  $\text{Pb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pb}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sb}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Sb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{GeO}$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_4$  y  $\text{Bi}_2\text{O}_5$ ; polímeros conductores, tales como poliacetileno; materiales de tipo Li-Co-Ni; óxido de titanio; óxido de litio-titanio; o similares.

- 15 En general, el colector de corriente de electrodo negativo se forma para tener un grosor de 3-500  $\mu\text{m}$ . El colector de corriente de electrodo negativo no está particularmente limitado, siempre que no provoque ningún cambio químico en la batería correspondiente y tenga conductividad. Los ejemplos particulares del colector de corriente de electrodo negativo pueden incluir cobre, acero inoxidable, aluminio, níquel, titanio, carbono cocido, cobre o acero inoxidable cuya superficie se ha tratado con carbono, níquel, titanio o plata, o similares. Además, de manera similar al colector de corriente de electrodo positivo, es posible aumentar la adhesión de un material activo de electrodo negativo formando irregularidades superficiales finas sobre la superficie de un colector de corriente de electrodo negativo. El colector de corriente de electrodo negativo puede tener diversas formas, tales como una película, una lámina, una hoja, una red, un cuerpo poroso, un cuerpo espumado y un cuerpo de banda no tejida.

- 25 El separador está interpuesto entre el electrodo positivo y el electrodo negativo. Como separador se usa una película delgada aislante que tiene alta permeabilidad iónica y resistencia mecánica. El separador tiene generalmente un diámetro de poro de 0,01-10  $\mu\text{m}$  y un grosor de 5-300  $\mu\text{m}$ . Los ejemplos particulares del separador incluyen, pero no se limitan a: láminas de sustratos poliméricos porosos elaborados de polipropileno que tienen resistencia química y propiedad hidrófoba, o similares; láminas o bandas no tejidas elaboradas de fibras de vidrio o polietileno, o similares; o separadores compuestos que incluyen un sustrato polimérico poroso y una mezcla de partículas inorgánicas con un polímero aglutinante recubierto sobre al menos una superficie del sustrato polimérico poroso. Cuando se usa un electrolito sólido, tal como un polímero, como electrolito, el electrolito sólido también puede funcionar como separador.

- 35 El electrolito no acuoso que contiene sal de litio incluye un electrolito no acuoso y una sal de litio, y el electrolito no acuoso incluye un disolvente orgánico no acuoso, un electrolito sólido orgánico, un electrolito sólido inorgánico, o similares, pero no se limita a los mismos.

- 40 Los ejemplos particulares del disolvente orgánico no acuoso incluyen disolventes apróticos, tales como N-metil-2-pirrolidona, carbonato de propileno, carbonato de etileno, carbonato de butileno, carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo,  $\gamma$ -butirolactona, 1,2-dimetoxietano, tetrahidrofurano, 2-metiltetrahidrofurano, dimetilsulfóxido, 1,3-dioxolano, formamida, dimetilformamida, dioxolano, acetonitrilo, nitrometano, formiato de metilo, acetato de metilo, trifosfato, trimetoximetano, derivados de dioxolano, metilsulfurano, 1,3-dimetil-2-imidazolidiona, derivados de carbonato de propileno, derivados de tetrahidrofurano, éteres, propionato de metilo, propionato de etilo, o similares.

- 45 Los ejemplos particulares del electrolito sólido orgánico pueden incluir derivados de polietileno, derivados de poli(óxido de etileno), derivados de poli(óxido de propileno), polímero de fosfato, polialginato-lisina, sulfuro de poliéster, poli(alcohol vinílico), poli(fluoruro de vinilideno), polímeros que contienen un grupo iónicamente disociable, o similares.

- 50 Los ejemplos particulares del electrolito sólido inorgánico pueden incluir nitruros, haluros y sulfatos de Li, tales como  $\text{Li}_3\text{N}$ ,  $\text{LiI}$ ,  $\text{Li}_5\text{NI}_2$ ,  $\text{Li}_3\text{N-LiI-LiOH}$ ,  $\text{LiSiO}_4$ ,  $\text{LiSiO}_4\text{-LiI-LiOH}$ ,  $\text{Li}_2\text{SiS}_3$ ,  $\text{Li}_4\text{SiO}_4$ ,  $\text{Li}_4\text{SiO}_4\text{-LiI-LiOH}$  y  $\text{Li}_3\text{PO}_4\text{-Li}_2\text{S-SiS}_2$ .

- 55 La sal de litio es un material que puede disolverse en el electrolito no acuoso con facilidad, y los ejemplos particulares de la misma incluyen  $\text{LiCl}$ ,  $\text{LiBr}$ ,  $\text{LiI}$ ,  $\text{LiClO}_4$ ,  $\text{LiBF}_4$ ,  $\text{LiB}_{10}\text{Cl}_{10}$ ,  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiCF}_3\text{SO}_3$ ,  $\text{LiCF}_3\text{CO}_2$ ,  $\text{LiAsF}_6$ ,  $\text{LiSbF}_6$ ,  $\text{LiAlCl}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Li}$ ,  $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{NLi}$ , cloroborato de litio, carboxilato alifático inferior de litio, tetrafenilborato de litio, imida de litio, o similares.

- 60 Además, el electrolito no acuoso que contiene sal de litio puede incluir además piridina, fosfito de trietilo, trietanolamina, éteres cíclicos, etilendiamina, n-glima, hexametilfosfato de triamida, derivados de nitrobenzono, azufre, colorantes de quinona-imina, oxazolidinona N-sustituida, imidazolidina N,N-sustituida, dialquil éter de etilenglicol, sal de amonio, pirrol, 2-metoxietanol y tricloruro de aluminio con el fin de mejorar las características de carga/descarga, la resistencia a la llama, o similares. Opcionalmente, el electrolito puede incluir además un disolvente que contiene halógeno, tal como tetracloruro de carbono o trifluoroetileno, con el fin de conferir incombustibilidad. El electrolito puede incluir además gas de dióxido de carbono con el fin de mejorar las características de almacenamiento a alta temperatura. Además, el electrolito puede incluir además carbonato de fluoroetileno (FEC), propenosulfona (PRS), o similares.

Según una realización, es posible preparar un electrolito no acuoso que contiene sal de litio añadiendo una sal de litio, tal como  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiClO}_4$ ,  $\text{LiBF}_4$  o  $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ , a un disolvente mixto que contiene un carbonato cíclico, tal como EC o PC, como disolvente que tiene alta propiedad dieléctrica, en combinación con un carbonato lineal, tal como DEC, DMC o EMC, como disolvente que tiene baja viscosidad.

En todavía otro aspecto, se proporciona un bloque de baterías que incluye la batería secundaria de litio como celda unitaria, y el bloque de baterías puede usarse como una fuente de alimentación para dispositivos.

Los ejemplos preferidos de los dispositivos incluyen, pero no se limitan a: herramientas eléctricas accionadas por la potencia de un motor eléctrico; coches eléctricos, incluyendo vehículos eléctricos (EV), vehículos híbridos eléctricos (HEV), vehículos híbridos eléctricos enchufables (PHEV), o similares; vehículos eléctricos de dos ruedas, incluyendo bicicletas eléctricas y escúteres eléctricos; carritos de golf eléctricos; sistemas de almacenamiento de energía eléctrica; o similares.

## Modo para la divulgación

A continuación en el presente documento, la presente divulgación se explicará en detalle con referencia a los ejemplos.

### Ejemplo de preparación 1: Preparación de una suspensión de mezcla de electrodo negativo que tiene alta estabilidad de fase

En primer lugar, se mezclaron 96 partes en peso de grafito artificial como material activo de electrodo negativo y 0,5 partes en peso de negro de carbono como material conductor con 100 partes en peso de agua (antes de la introducción de caucho de estireno-butadieno (SBR)). Luego, se introdujeron 3,5 partes en peso de SBR y carboximetilcelulosa como aglutinantes para obtener una suspensión de mezcla de electrodo negativo (después de la introducción de SBR).

### Ejemplo de preparación 2: Preparación de una suspensión de mezcla de electrodo negativo que tiene baja estabilidad de fase

Se obtuvo una suspensión de mezcla de electrodo negativo de la misma manera que en el ejemplo de preparación 1, excepto porque se usó un tipo diferente de grafito artificial como material de electrodo negativo para reducir la estabilidad de fase mientras se usaba la misma composición de caucho de estireno-butadieno, carboximetilcelulosa y otros componentes.

#### Ejemplo comparativo 1

Se midió la viscosidad de cizalladura de la suspensión obtenida a partir del ejemplo de preparación 1 antes y después de la introducción de SBR a una velocidad de cizalladura de 1/s usando un reómetro (DHR2 disponible de TA Instruments). Los resultados se muestran en la figura 2a. Después de medir la viscosidad de cizalladura, hubo poca diferencia en la viscosidad dependiendo del número de ciclos de cizalladura. Por tanto, se cree que la suspensión tiene estabilidad de fase. Se tardó aproximadamente 1 hora en medir la viscosidad de cizalladura.

#### Ejemplo comparativo 2

Se midió la viscosidad de cizalladura de la suspensión obtenida a partir del ejemplo de preparación 2 antes y después de la introducción de SBR a una velocidad de cizalladura de 1/s usando un reómetro (DHR2 disponible de TA Instruments). Los resultados se muestran en la figura 2b. Después de medir la viscosidad de cizalladura, se generó una diferencia en la viscosidad dependiendo del número de ciclos de cizalladura. Por tanto, se cree que la fase de suspensión no es estable. Se tardó aproximadamente 1 hora en medir la viscosidad de cizalladura.

#### Ejemplo 1

Se midió la viscosidad de cizalladura de la suspensión obtenida a partir del ejemplo de preparación 1 usando un reómetro (DHR2 disponible de TA Instruments) y cambiando la velocidad de cizalladura según  $0,1/\text{s} \rightarrow 10/\text{s} \rightarrow 0,1/\text{s} \rightarrow 100/\text{s} \rightarrow 0,1/\text{s} \rightarrow 1.000/\text{s}$ , mientras se establecía el tiempo de retención de cada velocidad de cizalladura en 180 segundos. Los resultados se muestran en la figura 4a. Después de la medición, la viscosidad de cizalladura en el segundo  $0,1/\text{s}$  o en el tercer  $0,1/\text{s}$  se recuperó hasta un nivel de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura en el primer  $0,1/\text{s}$ . Por tanto, se cree que la suspensión según el ejemplo de preparación 1 tiene estabilidad de fase. Se tardó aproximadamente 20 minutos en medir la viscosidad de cizalladura.

#### Ejemplo 2

Se midió la viscosidad de cizalladura de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se usó la suspensión obtenida en el ejemplo de preparación 2. Los resultados se muestran en la figura 4b. Después de la medición, la

viscosidad de cizalladura en el segundo 0,1/s o en el tercer 0,1/s no se recuperó hasta un nivel de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura en el primer 0,1/s. Por tanto, se cree que la suspensión según el ejemplo de preparación 2 no tiene estabilidad de fase. Se tardó aproximadamente 20 minutos en medir la viscosidad de cizalladura.

# REIVINDICACIONES

1. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, que comprende las etapas de:
  - (S1) introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro;
  - (S2) aplicar una primera velocidad de cizalladura a la suspensión de mezcla de electrodo;
  - (S3) aplicar una segunda velocidad de cizalladura después de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura;
  - (S4) aplicar una tercera velocidad de cizalladura después de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera velocidad de cizalladura; y
  - (S5) comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura,en donde el método comprende además una etapa de evaluar la suspensión de mezcla de electrodo como una que tiene estabilidad de fase, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, como resultado de la comparación de la viscosidad de cizalladura en la etapa de comparar las viscosidades de cizalladura, y en donde la velocidad instantánea de cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura tiene un valor absoluto de  $100/s^2$  o más.
2. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 1, que comprende además al menos una etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura mayor que la tercera velocidad de cizalladura, después de aplicar la tercera velocidad de cizalladura.
3. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 2, en donde la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura se lleva a cabo al menos dos veces, y el método comprende además una etapa de aplicar la misma velocidad de cizalladura que la primera velocidad de cizalladura entre las etapas de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura.
4. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 1, en donde cada una de la primera velocidad de cizalladura y la tercera velocidad de cizalladura es de aproximadamente  $0,1/s$ .
5. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 2, en donde la velocidad de cizalladura en la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura es aproximadamente 10 veces o más superior a la segunda velocidad de cizalladura.
6. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 1, en donde el reómetro es un reómetro rotacional.
7. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 1, en donde la etapa de introducir la suspensión de mezcla de electrodo se lleva a cabo introduciendo 10 ml de suspensión de mezcla de electrodo.
8. Método para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo según la reivindicación 1, en donde el tiempo de retención de cada una de la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura y la etapa de aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura es de 180-260 segundos.
9. Aparato (10) para evaluar la estabilidad de fase de la suspensión de mezcla de electrodo, que comprende:
  - un módulo (100) de entrada configurado para introducir la suspensión de mezcla de electrodo en un reómetro;
  - un módulo (200) de aplicación de velocidad de cizalladura configurado para aplicar una primera velocidad de cizalladura, una segunda velocidad de cizalladura y una tercera velocidad de cizalladura a la suspensión

de mezcla de electrodo;

- 5 un módulo (300) de control de velocidad configurado para controlar la primera velocidad de cizalladura, la segunda velocidad de cizalladura y la tercera velocidad de cizalladura de tal manera que se lleve a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura, en donde la segunda velocidad de cizalladura es mayor que la primera velocidad de cizalladura, y se lleve a cabo una etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura después de llevar a cabo una etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, en donde la tercera velocidad de cizalladura es igual a la primera velocidad de cizalladura, en donde la velocidad instantánea de cambio en la velocidad de cizalladura desde la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura, desde la etapa de aplicar la segunda velocidad de cizalladura hasta la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura, o desde la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura hasta la etapa aplicar adicionalmente una velocidad de cizalladura tiene un valor absoluto de  $100/s^2$  o más;
- 10
- 15 un módulo (400) de comparación configurado para comparar la viscosidad de cizalladura a la primera velocidad de cizalladura con la viscosidad de cizalladura a la tercera velocidad de cizalladura; y
- 20 un módulo (500) de evaluación configurado para evaluar la suspensión de mezcla de electrodo como una que tiene estabilidad de fase, cuando la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la tercera velocidad de cizalladura está dentro de  $\pm 20\%$  de la viscosidad de cizalladura después de llevar a cabo la etapa de aplicar la primera velocidad de cizalladura.

FIG. 1

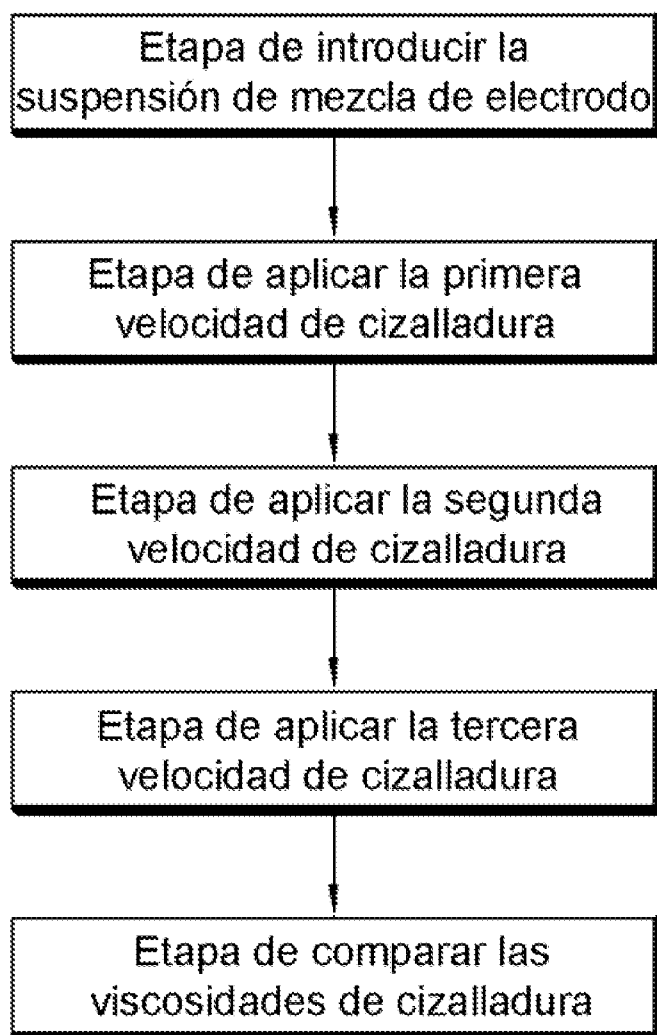


FIG. 2a

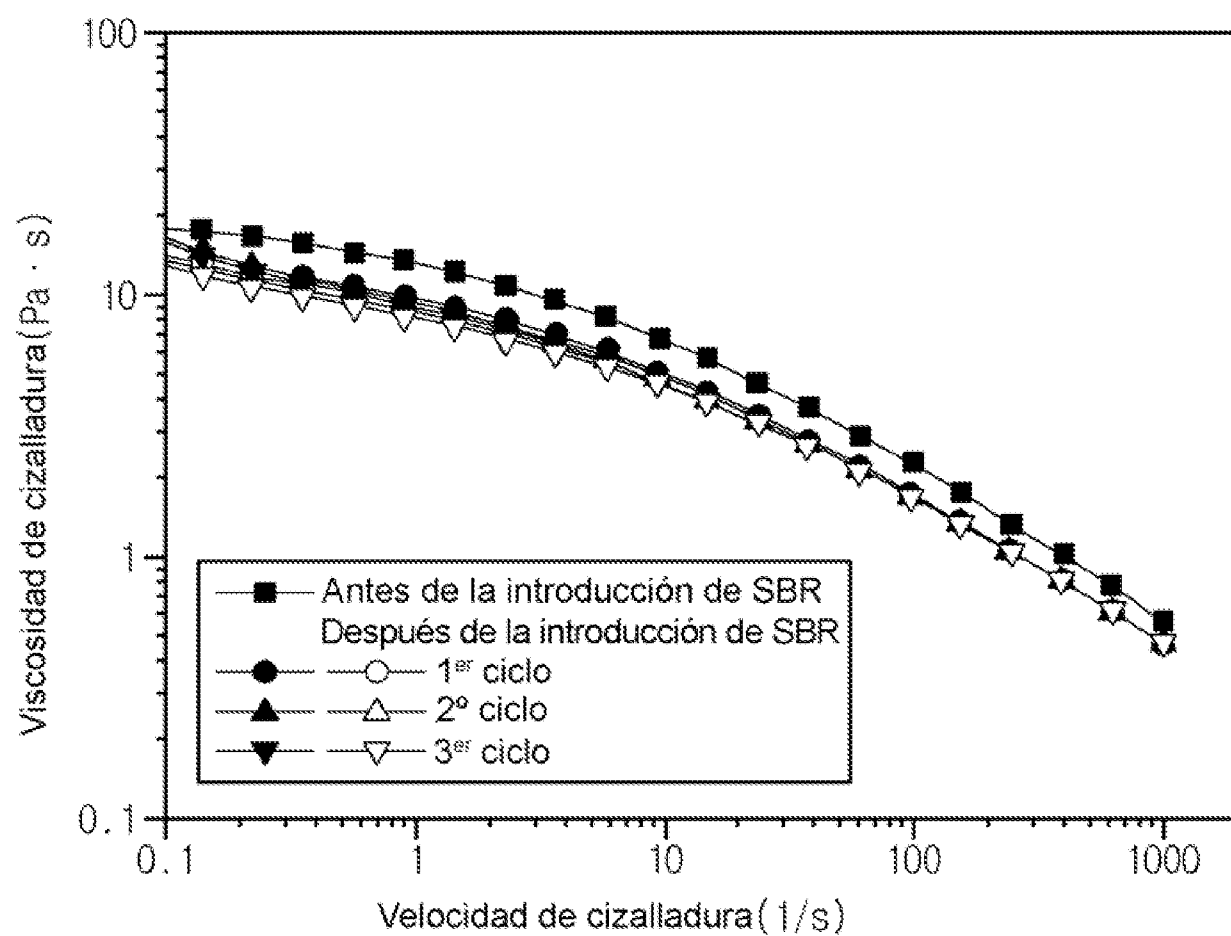


FIG. 2b

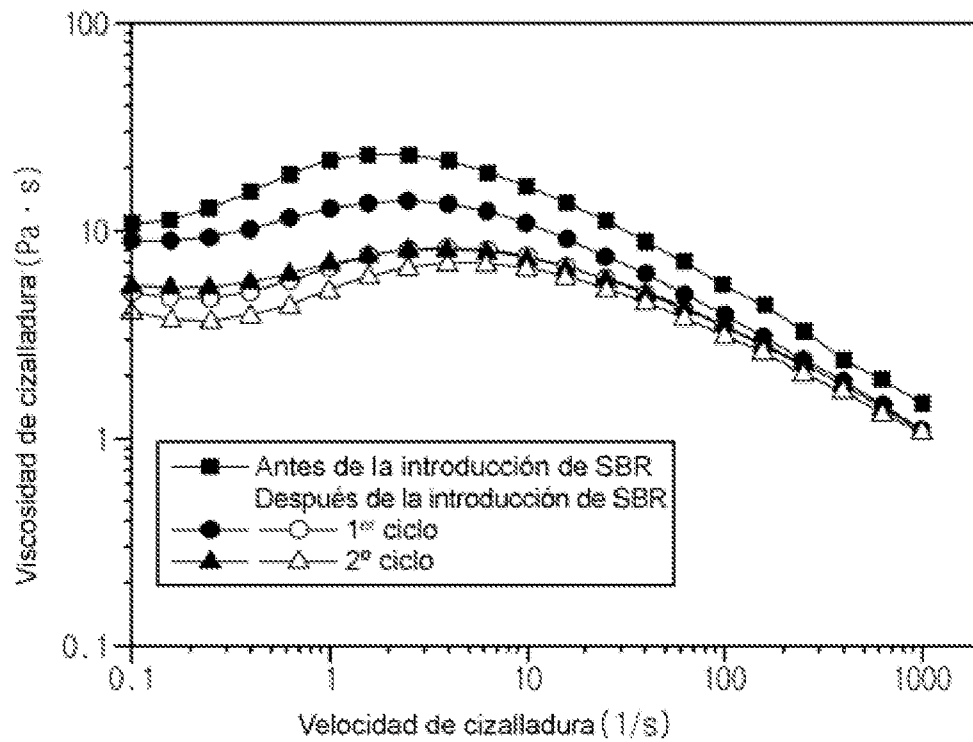


FIG. 3

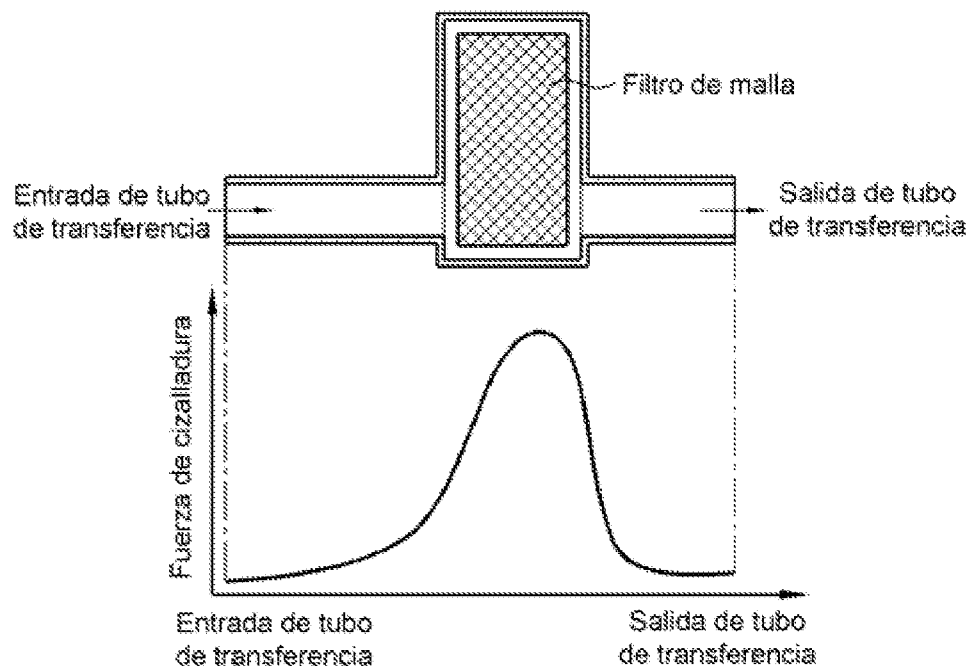




FIG. 4a

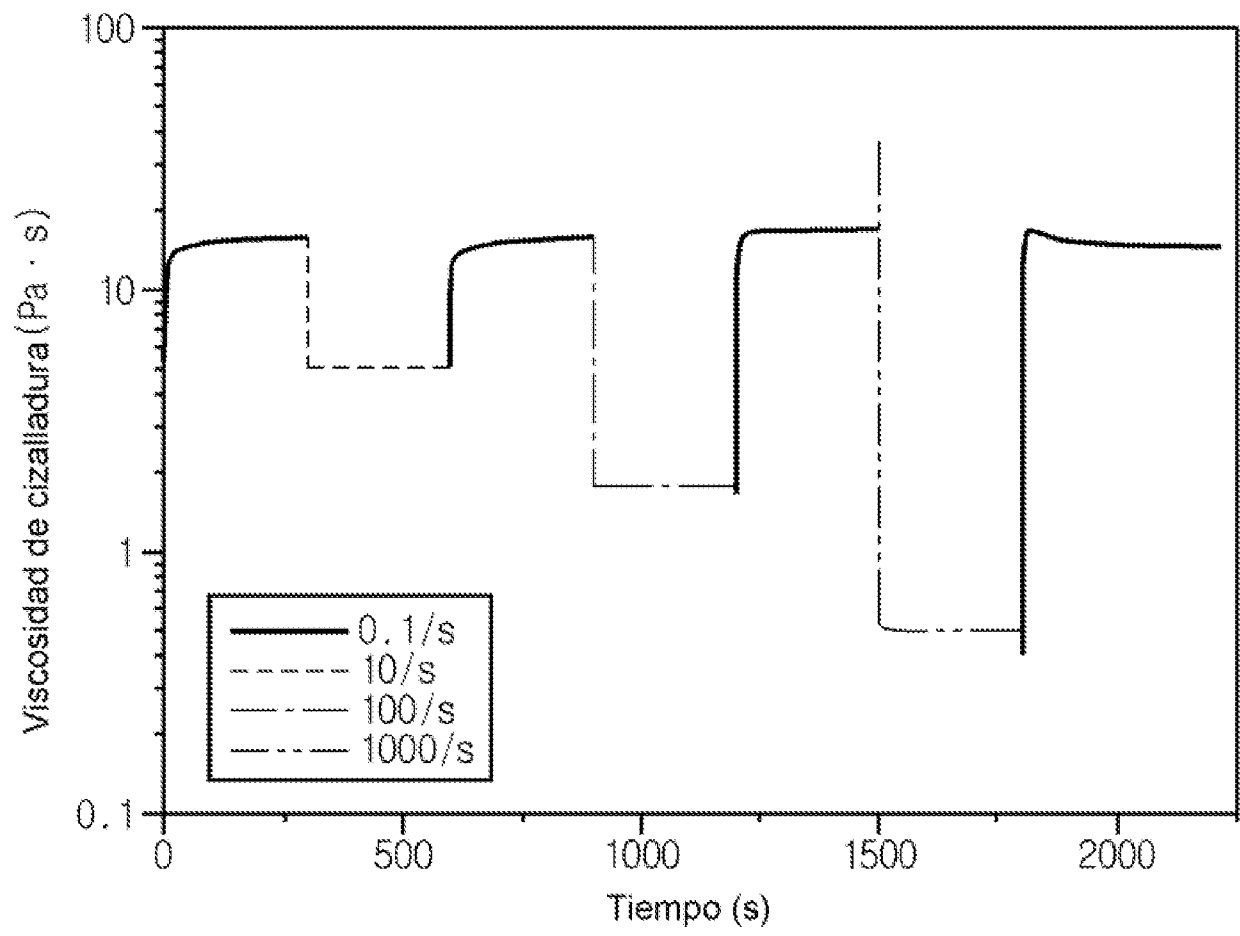


FIG. 4b

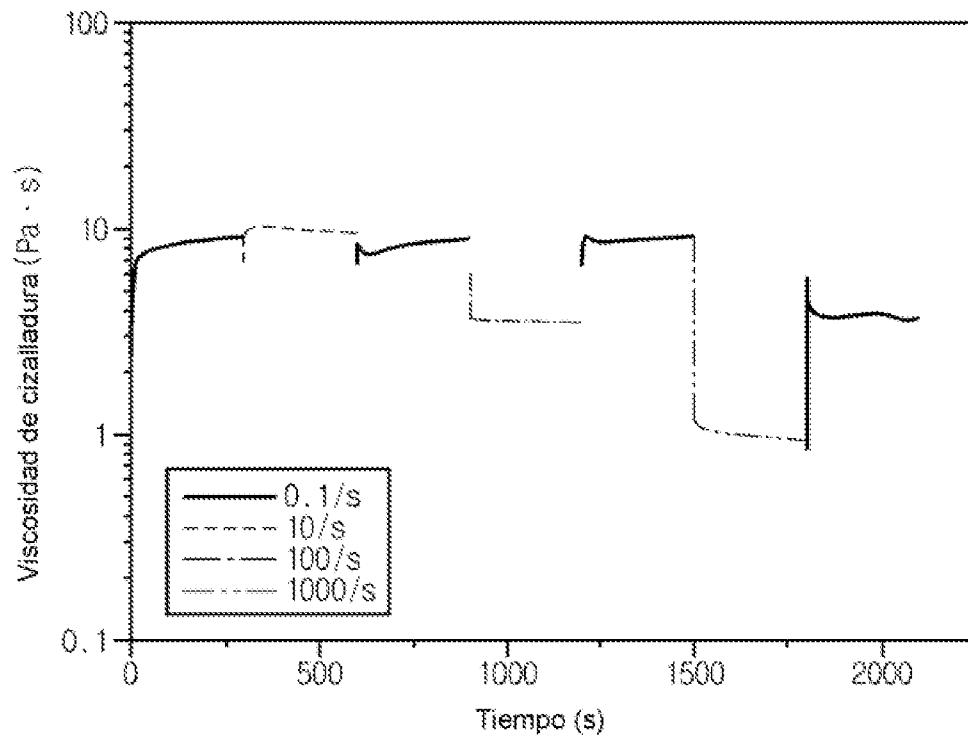


FIG. 5

