

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 000 107**

51 Int. Cl.:

C08F 236/12 (2006.01)
C08L 101/02 (2006.01)
H01M 4/13 (2010.01)
H01M 4/62 (2006.01)
H01M 10/052 (2010.01)
C08K 3/20 (2006.01)
C08F 236/06 (2006.01)
C08K 3/04 (2006.01)
C08L 15/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.04.2020** **PCT/JP2020/016127**
87 Fecha y número de publicación internacional: **05.08.2021** **WO21152875**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.04.2020** **E 20916988 (7)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.11.2024** **EP 4098354**

54 Título: **Agente dispersante, dispersión de material conductor y suspensión para película de electrodo**

30 Prioridad:

31.01.2020 JP 2020015256

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.02.2025

73 Titular/es:

ARTIENCE CO., LTD. (50.00%)
2-1, Kyobashi 2-chome Chuo-ku
Tokyo, JP y
TOYOCOLOR CO., LTD. (50.00%)

72 Inventor/es:

AOTANI, YU

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 3 000 107 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

Agente dispersante, dispersión de material conductor y suspensión para película de electrodo

Antecedentes de la invención

Campo técnico

- 5 Las realizaciones de la presente invención se refieren a un dispersante, una composición dispersante, una dispersión de material conductor, una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante, una suspensión para película de electrodo, una película de electrodo y una batería secundaria de electrolito no acuoso.

Técnica relacionada

- 10 Las baterías secundarias de iones de litio se usan ampliamente como baterías para vehículos eléctricos, dispositivos móviles y similares. A medida que se avanza el rendimiento de los vehículos eléctricos y los dispositivos móviles, la demanda de una batería secundaria de iones de litio que tenga alta capacidad, alta salida, menor tamaño y menor peso aumenta año tras año.

- 15 Dado que la capacidad de la batería secundaria de iones de litio depende en gran medida de un material activo de electrodo positivo y un material activo de electrodo negativo que son los materiales principales, se han investigado activamente diversos materiales usados para estos materiales activos de electrodo. Sin embargo, cuando se usa un material activo de electrodo que se ha puesto en uso práctico, la capacidad de carga casi ha alcanzado el valor teórico, y la mejora casi ha alcanzado el límite. Por lo tanto, debido a que la capacidad de carga puede aumentarse simplemente cuando se aumenta la cantidad de llenado de los materiales activos de electrodo en una película de electrodo, se han realizado intentos para reducir las cantidades de materiales conductores y resinas aglutinantes que
- 20 no contribuyen directamente a la capacidad de carga.

- 25 El material conductor desempeña un papel de formar una trayectoria conductora dentro de la película de electrodo o partículas de conexión de los materiales activos de electrodo. Se requiere que la trayectoria conductora o la conexión no se corte fácilmente debido a la expansión y contracción de la película de electrodo. Para mantener la ruta conductora y la conexión con una pequeña cantidad de adición, es eficaz usar nanocarbono que tiene una gran área superficial específica, especialmente nanotubos de carbono (NTC), como material conductor para formar una red conductora eficiente. Sin embargo, debido a que el nanocarbono que tiene una gran área de superficie específica tiene una alta fuerza cohesiva, es difícil dispersar favorablemente el nanocarbono en la suspensión para película de electrodo y/o la película de electrodo.

- 30 En vista de tales antecedentes, se han propuesto diversos procedimientos para producir una dispersión de material conductor usando diversos dispersantes y produciendo una suspensión para película de electrodo a través de la dispersión de material conductor (por ejemplo, véase la bibliografía de patentes 1 a 6).

Bibliografía de la técnica anterior

Bibliografía de patentes

Bibliografía de patentes 1: Patente japonesa Abierta al Público No. 2005-162877

- 35 Bibliografía de patentes 2: Patente japonesa Abierta al Público No. 2014-193986

Bibliografía de patentes 3: Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional No. 2018-522803

Bibliografía de patentes 4: Bibliografía de patentes: Patente japonesa Abierta al Público No. 2015-128012

Bibliografía de patentes 5: Patente Coreana Registrada No. 10-1831562

Bibliografía de patentes 6: Patente japonesa No. 5955496

- 40 COMPENDIO

Problemas por resolver

- 45 Por ejemplo, en la bibliografía de patentes 1 y la bibliografía de patentes 2, se ha propuesto mejorar las características iniciales y la vida útil de una batería mediante el uso de un polímero tal como polivinilpirrolidona o alcohol polivinílico como dispersante y dispersando un material conductor en un disolvente por adelantado. Sin embargo, aunque la polivinilpirrolidona o el alcohol polivinílico se pueden usar para producir una dispersión de material conductor que tiene un buen estado de dispersión, el estado de dispersión se vuelve pobre en el procedimiento de formación de película de electrodo, conduciendo al deterioro de la conductividad.

En la bibliografía de patentes 3 y la bibliografía de patentes 4, se ha propuesto una dispersión de material conductor que usa un caucho de nitrilo hidrogenado como dispersante. Sin embargo, estos cauchos de nitrilo hidrogenados

tienen poca dispersabilidad y, por lo tanto, no son suficientes para formar una buena red conductora. Además, la viscosidad es alta y, por lo tanto, se requiere un tiempo prolongado para producir la dispersión de material conductor, o la dispersión de material conductor se vuelve pobre en fluidez y manejabilidad, lo que hace difícil realizar una aplicación industrial.

- 5 La bibliografía de patentes 5 propone una dispersión de NTC donde la dispersabilidad se mejora añadiendo aminoetanol o similar al caucho de nitrilo hidrogenado. Se considera que, en esta dispersión de NTC, la viscosidad de la dispersión y la acción del dispersante mejoran cambiando la polaridad del disolvente. Sin embargo, sigue siendo insuficiente para formar una buena red conductora.

- 10 La bibliografía de patentes 6 describe una composición aglutinante para un electrodo negativo de batería secundaria que comprende un copolímero que comprende 20-60 % en peso de unidades monoméricas de dieno conjugado alifático, 1-10 % en peso de unidades monoméricas de ácido carboxílico insaturado del sistema de etileno y 30-79 % en peso del peso de otras unidades monoméricas.

- 15 Los inventores han realizado estudios intensivos sobre un procedimiento para dispersar satisfactoriamente un material conductor en una dispersión de material conductor y mantener una buena red conductora incluso en una película de electrodo, para mejorar la salida y la vida útil de ciclo de una batería con una pequeña cantidad de adición del material conductor. Como resultado, los inventores descubrieron que en el procedimiento propuesto en la bibliografía de patentes 1 y la bibliografía de patentes 2 descritas anteriormente, se puede producir de manera fiable una dispersión de material conductor que tiene un buen estado de dispersión, mientras que el fallo de dispersión se produce cuando la dispersión de material conductor se mezcla con los materiales activos de electrodo para preparar la suspensión para película de electrodo. Por consiguiente, no se puede formar una buena red conductora en la película de electrodo, dando como resultado malas características de batería. Los inventores denominan el fenómeno de que se produce un fallo de dispersión en la etapa de preparación de la suspensión para la película de electrodo como fallo de "robustez". La robustez es una propiedad capaz de mantener un buen estado de dispersión.

- 25 Para formar una buena red conductora en la película de electrodo y mejorar la salida y la vida útil de ciclo de la batería con una pequeña cantidad de adición del material conductor, se requieren tanto buena dispersabilidad en la etapa de dispersión del material conductor en la dispersión del material conductor como buena robustez en la etapa de preparación de la suspensión para la película de electrodo.

- 30 Por lo tanto, una realización de la presente invención tiene como objetivo proporcionar un dispersante y una composición dispersante capaces de producir una dispersión de material conductor y una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante capaces de lograr tanto una buena dispersabilidad como una buena robustez. Además, una realización de la presente invención tiene como objetivo proporcionar una dispersión de material conductor y una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante capaces de lograr tanto una buena dispersabilidad como una buena robustez. Además, una realización de la presente invención tiene como objetivo proporcionar una suspensión para película de electrodo que tiene buena dispersabilidad. Además, una realización de la presente invención tiene como objetivo proporcionar una película de electrodo capaz de mejorar la salida y la vida útil de una batería secundaria de electrolito no acuoso, y una batería secundaria de electrolito no acuoso que tiene alta salida y buena vida útil.

Medios para resolver problemas

- 40 Como resultado de estudios intensivos por los inventores, usando un copolímero que contiene una unidad estructural específico en una relación específica y que tiene un peso molecular específico como dispersante, el material conductor se dispersa satisfactoriamente en el disolvente, y el buen estado de dispersión del material conductor se mantiene incluso durante la preparación de la suspensión para la película de electrodo y durante la producción de la película de electrodo, y por consiguiente puede formarse una buena red conductora en el electrodo. En consecuencia, las características de velocidad y las características de ciclo de la batería pueden mejorarse incluso con una pequeña cantidad de adición del material conductor.

Es decir, la presente invención se define en las reivindicaciones adjuntas. Las realizaciones de la presente invención no se limitan a lo siguiente.

- 50 La invención define un dispersante que contiene un copolímero que incluye una unidad estructural de hidrocarburo alifático, una unidad estructural que contiene un grupo nitrilo y una unidad estructural que contiene un grupo carbamoilo no sustituido,

en donde la unidad estructural de hidrocarburo alifático incluye una unidad estructural de alquileo,

- 55 el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático es del 40 % en masa o más y menos del 85 % en masa basado en la masa del copolímero, el contenido de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo es del 15 % en masa o más y del 50 % en masa o menos basado en la masa del copolímero, y el contenido de la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo no sustituido es del 10 % en masa o menos basado en la masa del copolímero, un contenido total de la unidad estructural de hidrocarburo alifático, la unidad estructural que contiene grupo nitrilo, y la

unidad estructural que contiene grupo carbamoilo no sustituido es del 80 % en masa o más y del 100 % en masa o menos basado en la masa del copolímero, y

el peso molecular medio ponderado del copolímero es 5.000 o más y 400.000 o menos.

Efecto

- 5 Según una realización de la presente invención, se pueden proporcionar un dispersante y una composición dispersante capaces de producir una dispersión de material conductor y una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante que pueden lograr tanto una excelente dispersabilidad como una excelente robustez. Además, según una realización de la presente invención, se pueden proporcionar una dispersión de material conductor y una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante capaces de lograr tanto una excelente dispersabilidad como una excelente robustez. Además, según una realización de la presente invención, puede proporcionarse una suspensión para película de electrodo que tiene excelente dispersabilidad. Además, según una realización de la presente invención, se puede proporcionar una película de electrodo capaz de mejorar la salida y la vida útil de una batería secundaria de electrolito no acuoso, y una batería secundaria de electrolito no acuoso que tiene alta salida y buena vida útil.

15 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La FIG. 1 es el espectro infrarrojo del Copolímero 1, Dispersante 1 y Dispersante 3 en un análisis espectroscópico infrarrojo por reflexión total atenuada.

La FIG. 2 son espectros cuantitativos de ¹³C-RMN del Dispersante 1 y el Dispersante 3 obtenidos mediante un aparato de resonancia magnética nuclear.

- 20 La FIG. 3 es una fotografía (1.000 veces) de una película de electrodo positivo 1a sobre la superficie de una película de electrodo positivo bajo observación con microscopio electrónico de barrido.

La FIG. 4 es una fotografía (ampliación, 5.000 veces) de una película de electrodo positivo 1a sobre la superficie de una película de electrodo positivo bajo observación con microscopio electrónico de barrido.

- 25 La FIG. 5 es una fotografía (1.000 veces) de una película de electrodo positivo comparativa 3a sobre la superficie de una película de electrodo positivo bajo observación con microscopio electrónico de barrido.

La FIG. 6 es una fotografía (ampliación 1, 5.000 veces) de una película de electrodo positivo comparativa 3a sobre la superficie de una película de electrodo positivo bajo observación con microscopio electrónico de barrido.

La FIG. 7 es una fotografía (ampliación 2, 5.000 veces) de una película de electrodo positivo comparativa 3a sobre la superficie de una película de electrodo positivo bajo observación con microscopio electrónico de barrido.

30 DESCRIPCIÓN DE LAS REALIZACIONES

- En lo sucesivo, se describen en detalle un dispersante, una dispersión de material conductor, una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante, una suspensión para película de electrodo, una película de electrodo y una batería secundaria de electrolito no acuoso según las realizaciones de la presente invención. La presente invención no se limita a las siguientes realizaciones y también incluye realizaciones llevadas a cabo dentro del alcance donde no se cambia el espíritu.

<Dispersante>

- El dispersante contiene un copolímero que incluye una unidad estructural de hidrocarburo alifático, una unidad que contiene un grupo nitrilo y una unidad estructural que contiene un grupo carbamoilo. La unidad estructural de hidrocarburo alifático incluye al menos una unidad estructural de alqueno. El contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático es del 40 % en masa o más y menos del 85 % en masa basado en la masa del copolímero. El contenido de la unidad que contiene grupo nitrilo es del 15 % en masa o más y del 50 % en masa o menos basado en la masa del copolímero. El contenido de la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo es 10 % en masa o menos basado en la masa del copolímero. El peso molecular medio ponderado del copolímero es 5.000 o más y 400.000 o menos. En la presente memoria descriptiva, el copolímero puede denominarse "Copolímero I". Además, en la presente memoria descriptiva, el "grupo carbamoilo no sustituido" puede denominarse "grupo amido".

- La unidad estructural de hidrocarburo alifático es una unidad estructural que incluye una estructura de hidrocarburo alifático y es preferiblemente una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de hidrocarburo alifático. La estructura de hidrocarburo alifático incluye al menos una estructura de hidrocarburo alifático saturado y puede incluir además una estructura de hidrocarburo alifático insaturado. La estructura de hidrocarburo alifático incluye preferiblemente al menos una estructura de hidrocarburo alifático lineal y puede incluir además una estructura de hidrocarburo alifático ramificado.

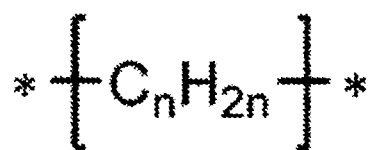
La unidad estructural de hidrocarburo alifático puede ser, por ejemplo, una unidad estructural de alquileo, una unidad estructural de alquenileo, una unidad estructural de alquilo, una unidad estructural de alcanotriilo, una unidad estructural de alcanotetriilo y similares. La unidad estructural de hidrocarburo alifático incluye al menos una unidad estructural de alquileo.

- 5 La unidad estructural de alquileo es una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo y es preferiblemente una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo. La estructura de alquileo es preferiblemente una estructura de alquileo lineal o una estructura de alquileo ramificado.

La unidad estructural alquileo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (1A).

10 Fórmula general (1A)

[Fórmula Química 1]



En la fórmula general (1A), n representa un número entero de 1 o más. n es preferiblemente un número entero de 2 o más, más preferiblemente un número entero de 3 o más, y particularmente preferiblemente un número entero de 4 o más. n es preferiblemente un número entero de 6 o menos, más preferiblemente un número entero de 5 o menos; en particular, n es preferiblemente 4.

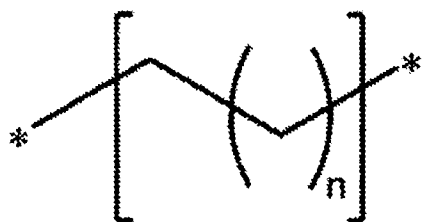
15

En la presente memoria descriptiva, " " representa una porción de unión con otra estructura.

La unidad estructural alquileo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (1B).

Fórmula general (1B)

[Fórmula Química 2]



20

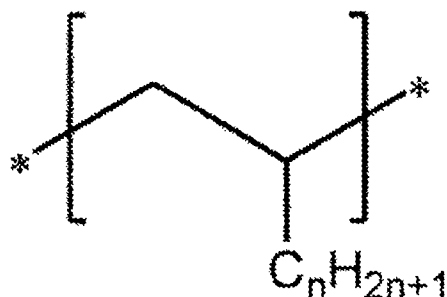
En la fórmula general (1B), n representa un número entero de 1 o más. n es preferiblemente un número entero de 2 o más, y más preferiblemente un número entero de 3 o más. n es preferiblemente un número entero de 5 o menos, y más preferiblemente un número entero de 4 o menos. En particular, n es preferiblemente 3.

La unidad estructural alquileo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (1C).

25

Fórmula general (1C)

[Fórmula Química 3]



En la fórmula general (1C), n representa un número entero de 1 o más. n es preferiblemente un número entero de 4 o menos, más preferiblemente un número entero de 3 o menos, y adicionalmente preferiblemente un número entero de 2 o menos. En particular, n es preferiblemente 2.

- 5 El procedimiento de introducción de la unidad estructural alquileno en el Copolímero I no está particularmente limitado y puede incluir, por ejemplo, el siguiente procedimiento (1a) o (1b).

En el procedimiento (1a), el copolímero se prepara mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que contiene un monómero de dieno conjugado. El copolímero preparado incluye una unidad monomérica derivado del monómero de dieno conjugado. En la presente invención, la "unidad monomérica derivado del monómero de dieno conjugado" puede denominarse "unidad monomérica de dieno conjugado", y lo mismo puede aplicarse a las unidades monoméricas derivados de otros monómeros. Posteriormente, al menos una parte de la unidad monomérica de dieno conjugado se convierte en una unidad estructural de alquileno mediante hidrogenación de la unidad monomérica de dieno conjugado. En lo sucesivo, "hidrogenación" puede denominarse "hidrogenación". El Copolímero I obtenido finalmente incluye la unidad hidrogenada de la unidad monomérica de dieno conjugado como la unidad estructural de alquileno.

Además, la unidad monomérica de dieno conjugado incluye al menos una unidad monomérica que tiene un doble enlace carbono-carbono. Por ejemplo, una unidad monomérica de 1,3-butadieno que es una unidad monomérica de dieno conjugado incluye al menos una unidad monomérica seleccionado del grupo que consiste en una unidad monomérica que tiene una estructura cis-1,4, una unidad monomérica que tiene una estructura trans-1,4 y una unidad monomérica que tiene una estructura 1,2, y también puede incluir dos o más unidades monoméricas. Además, la unidad monomérica de dieno conjugado puede incluir además una unidad monomérica que no tiene doble enlace carbono-carbono y que tiene un punto de ramificación. En la presente memoria descriptiva, el "punto de ramificación" se refiere a un punto de ramificación en un polímero ramificado, y cuando la unidad de monómero de dieno conjugado incluye una unidad de monómero que incluye un punto de ramificación, el copolímero y el copolímero I preparados anteriormente son polímeros ramificados.

En el procedimiento (1b), el copolímero se prepara mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que incluye un monómero de α -olefina. El copolímero preparado incluye una unidad monomérica de α -olefina. El Copolímero I obtenido finalmente incluye la unidad monomérica de α -olefina como la unidad estructural de alquileno.

De los dos procedimientos anteriores, el procedimiento (1a) es preferible porque el copolímero puede producirse fácilmente. El número de carbonos del monómero de dieno conjugado es 4 o más, y preferiblemente 4 o más y 6 o menos. El monómero de dieno conjugado puede ser un compuesto de dieno conjugado tal como 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno y 1,3-pentadieno. En particular, es preferible 1,3-butadieno. La unidad estructural de alquileno incluye preferiblemente una unidad estructural obtenida mediante hidrogenación de la unidad de monómero de dieno conjugado (una unidad de monómero de dieno conjugado hidrogenado), y más preferiblemente incluye una unidad estructural obtenida mediante hidrogenación de la unidad de monómero de 1,3-butadieno (una unidad de monómero de 1,3-butadieno hidrogenado). El monómero de dieno conjugado se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

La hidrogenación es preferiblemente un procedimiento capaz de hidrogenar selectivamente la unidad monomérica de dieno conjugado. Los procedimientos de hidrogenación incluyen procedimientos conocidos tales como hidrogenación en capa oleosa o hidrogenación en capa acuosa.

La hidrogenación se puede llevar a cabo de la manera habitual. La hidrogenación se puede realizar, por ejemplo, disolviendo un copolímero que tiene una unidad de monómero de dieno conjugado en un disolvente adecuado y tratando la solución con gas hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación. El catalizador de hidrogenación incluye níquel, paladio, platino, cobre y similares.

En el procedimiento (1b), el número de carbonos del monómero de α -olefina es 2 o más, preferiblemente 3 o más, y más preferiblemente 4 o más. El número de carbonos del monómero de α -olefina es preferiblemente 6 o menos, y más preferiblemente 5 o menos. El monómero de α -olefina puede ser, por ejemplo, un compuesto de α -olefina tal como etileno, propileno, 1-buteno y 1-hexeno. El monómero de α -olefina se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

La unidad estructural de alquileo incluye preferiblemente al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado, más preferiblemente incluye al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo lineal y una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo ramificado, y además preferiblemente incluye al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en la unidad estructural representado por la fórmula (1B), y la unidad estructural representado por la fórmula (1C).

La unidad estructural de alquileo puede incluir una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado. Cuando la unidad estructural de alquileo incluye una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado, el contenido de la unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado es preferiblemente del 70 % en masa o menos y más preferiblemente del 65 % en masa o menos basándose en la masa de la unidad estructural de alquileo (es decir, tomando la masa de la unidad estructural de alquileo como del 100 % en masa). En particular, el contenido es preferiblemente del 20 % en masa o menos, más preferiblemente del 18 % en masa o menos, y más preferiblemente del 15 % en masa o menos. Cuando el copolímero I incluye una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado, el contenido de la unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado puede ser, por ejemplo, del 1 % en masa o más, del 5 % en masa o más, e incluso del 10 % en masa o más basado en la masa de la unidad estructural de alquileo (es decir, tomando la masa de la unidad estructural de alquileo como del 100 % en masa).

En la unidad estructural de hidrocarburo alifático, el contenido de la unidad estructural de alquileo es preferiblemente del 60 % en masa o más, más preferiblemente del 70 % en masa o más, más preferiblemente del 80 % en masa o más, y particularmente preferiblemente del 90 % en masa o más basándose en la masa total de las unidades estructurales de hidrocarburo alifático (es decir, tomando la masa de la unidad estructural de hidrocarburo alifático como del 100 % en masa). El contenido de la unidad estructural de alquileo es, por ejemplo, menor que 100 % en masa y puede ser 99,5 % en masa o menos, 99 % en masa o menos, o 98 % en masa o menos basado en la masa total de las unidades estructurales de hidrocarburo alifático (es decir, tomando la masa de las unidades estructurales de hidrocarburo alifático como 100 % en masa). El contenido de la unidad estructural alquileo puede ser del 100 % en masa.

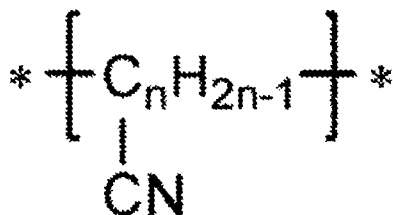
El contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático es preferiblemente del 40 % en masa o más, más preferiblemente del 50 % en masa o más, y más preferiblemente del 60 % en masa o más basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). El contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático es preferiblemente menor que 85 % en masa, más preferiblemente 75 % en masa o menos, y adicionalmente preferiblemente 70 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como 100 % en masa).

La unidad estructural que contiene un grupo nitrilo es una unidad estructural que incluye un grupo nitrilo, y preferiblemente incluye una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo sustituida por un grupo nitrilo, y más preferiblemente incluye una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo sustituida por un grupo nitrilo. La estructura de alquileo es preferiblemente una estructura de alquileo lineal o ramificado. La unidad estructural que contiene un grupo nitrilo puede incluir además una unidad estructural que incluye (o que consiste únicamente en) una estructura alquilo sustituida por un grupo nitrilo. El número del grupo nitrilo contenido en la unidad estructural que contiene el grupo nitrilo es preferiblemente uno.

La unidad estructural que contiene un grupo nitrilo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (2A).

Fórmula general (2A)

[Fórmula Química 4]

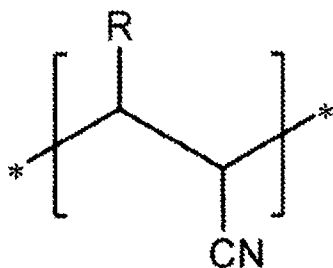


En la fórmula general (2A), n representa un número entero de 2 o más. n es preferiblemente un número entero de 6 o menos, más preferiblemente un número entero de 4 o menos, y adicionalmente preferiblemente un número entero de 3 o menos. En particular, n es preferiblemente 2.

- 5 La unidad estructural que contiene un grupo nitrilo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (2B).

Fórmula general (2B)

[Fórmula Química 5]



- 10 En la fórmula general (2B), R representa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo. R es preferiblemente un átomo de hidrógeno.

El procedimiento para introducir la unidad estructural que contiene un grupo nitrilo en el Copolímero I no está particularmente limitado, y se puede usar preferiblemente el procedimiento (procedimiento 2a) para preparar el copolímero mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que contiene un monómero que contiene un grupo nitrilo. El copolímero I obtenido finalmente incluye la unidad monomérica que contiene el grupo nitrilo como la unidad estructural que contiene el grupo nitrilo. El monómero que contiene un grupo nitrilo capaz de formar la unidad estructural que contiene un grupo nitrilo puede ser un monómero que incluye un doble enlace carbono-carbono polimerizable y un grupo nitrilo, por ejemplo, un compuesto que contiene un grupo α , β -etilénicamente insaturado que tiene un grupo nitrilo. Específicamente, el monómero que contiene un grupo nitrilo puede ser acrilonitrilo, metacrilonitrilo y similares. En particular, el monómero que contiene un grupo nitrilo incluye preferiblemente acrilonitrilo desde el punto de vista de potenciar la fuerza intermolecular entre los copolímeros I y/o entre el copolímero I y el material que va a dispersarse (un material que va a adsorberse). El monómero que contiene grupo nitrilo se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

El contenido de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo es preferiblemente del 15 % en masa o más, más preferiblemente del 20 % en masa o más, y más preferiblemente del 30 % en masa o más basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). El contenido de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo es preferiblemente del 50 % en masa o menos, más preferiblemente del 46 % en masa o menos, y aún más preferiblemente del 40 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). Ajustando el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo nitrilo en el intervalo anterior, puede controlarse la adsortividad al material que va a dispersarse y la afinidad por el medio de dispersión, y el material que va a dispersarse puede estar presente de manera estable en el medio de dispersión. Adicionalmente, puede controlarse la afinidad del copolímero I por la disolución electrolítica, y pueden evitarse problemas tales como un aumento en la resistencia de la disolución electrolítica debido a la disolución del copolímero I en la disolución electrolítica en la batería.

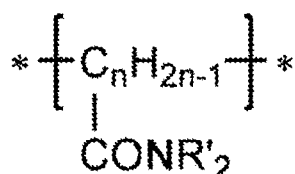
- 35 La unidad estructural que contiene un grupo amida es una unidad estructural que incluye un grupo amida, y preferiblemente incluye una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo sustituida por un grupo amida, y más preferiblemente incluye una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo

sustituida por un grupo amida. La estructura de alquileo es preferiblemente una estructura de alquileo lineal o ramificado. La unidad estructural que contiene un grupo amida puede incluir además una unidad estructural que incluye (o que consiste únicamente en) una estructura alquilo sustituida por un grupo amida. El número del grupo amida contenido en la unidad estructural que contiene el grupo amida es preferiblemente uno. El grupo amida es un grupo carbamilo sustituido o no sustituido, y el sustituyente puede ser un grupo alquilo, un grupo hidroxialquilo, y similares. La unidad estructural que contiene grupo amida está contenida en el copolímero I, y de este modo la adsorptividad al material a dispersar puede mejorarse significativamente, y la dispersabilidad y la robustez pueden mejorarse. Además, el grupo amida puede formar un enlace de hidrógeno fuerte, y por tanto puede introducirse una estructura reticulada formada por un enlace de hidrógeno en la molécula de copolímero I conteniendo la unidad estructural que contiene grupo amida en el copolímero I. El copolímero I que tiene una estructura reticulada introducida en el mismo puede adsorberse tridimensionalmente al material que va a dispersarse, de modo que pueden mejorarse adicionalmente la dispersabilidad y la robustez.

La unidad estructural que contiene un grupo amida incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (3A).

Fórmula general (3A)

[Fórmula Química 6]

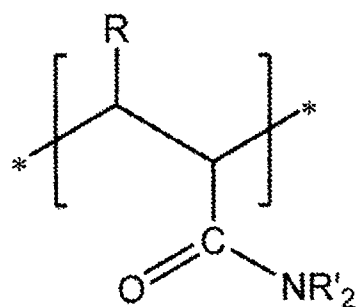


En la fórmula general (3A), n representa un número entero de 2 o más. n es preferiblemente un número entero de 6 o menos, más preferiblemente un número entero de 4 o menos, y adicionalmente preferiblemente un número entero de 3 o menos. En particular, n es preferiblemente 2. R' es cada uno independientemente un átomo de hidrógeno.

La unidad estructural que contiene un grupo amida incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (3B).

Fórmula general (3B)

[Fórmula Química 7]



En la fórmula general (3B), R representa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo. R es preferiblemente un átomo de hidrógeno. R' es cada uno independientemente un átomo de hidrógeno.

El procedimiento para introducir la unidad estructural que contiene un grupo amida en el Copolímero I no está particularmente limitado e incluye, por ejemplo, el siguiente procedimiento (3a) o (3b).

En el procedimiento (3a), el copolímero se prepara mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que contiene un monómero que contiene un grupo amida. El copolímero preparado incluye una unidad monomérica que contiene un grupo amida. El Copolímero I obtenido finalmente incluye la unidad monomérica que contiene el grupo amida como la unidad estructural que contiene el grupo amida.

En el procedimiento (3b), se prepara el copolímero que incluye una unidad estructural que contiene un grupo nitrilo. Posteriormente, hidrolizando el grupo nitrilo contenido en la unidad estructural que contiene grupo nitrilo en una atmósfera básica, al menos una parte de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo se convierte en una unidad estructural que contiene grupo amida. El copolímero que incluye la unidad estructural que contiene grupo nitrilo se puede obtener, por ejemplo, mediante el procedimiento (2a). El copolímero I obtenido finalmente incluye una unidad

obtenida hidrolizando el grupo nitrilo contenido en la unidad estructural que contiene grupo nitrilo como la unidad estructural que contiene grupo amida.

Cuando el Copolímero I se prepara mediante el procedimiento (3b), la introducción de un grupo amida en el Copolímero I puede confirmarse mediante medición de RMN (resonancia magnética nuclear) y/o IR (espectroscopía infrarroja).

- 5 Además, puede confirmarse simplemente mediante un cambio en el peso molecular promedio en peso y/o la viscosidad (viscosidad de la solución) entre el copolímero antes de la hidrólisis y el Copolímero I. El peso molecular promedio en peso del Copolímero I tiende a ser menor que el peso molecular promedio en peso del copolímero antes de la hidrólisis (por ejemplo, 0,05-0,6 veces). Adicionalmente, por ejemplo, la viscosidad de la solución del Copolímero I a una tensión de cizallamiento de 1.000/s tiende a ser menor que la viscosidad de la solución del copolímero antes de la hidrólisis a una tensión de cizallamiento de 1.000/s (por ejemplo, 0,05-0,6 veces). Además, independientemente del procedimiento de preparación del Copolímero I, la introducción del grupo amida en el Copolímero I puede confirmarse de manera similar mediante medición de RMN (resonancia magnética nuclear) y/o IR (espectroscopía infrarroja).

- 15 En el procedimiento (3a), el monómero que contiene un grupo amida puede ser, por ejemplo, (met)acrilamida. El término "(met)acrilato" en la presente memoria descriptiva significa acrilato o metacrilato. En particular, el monómero que contiene un grupo amida incluye preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en acrilamida y metacrilamida. El monómero que contiene un grupo amida se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

- 20 En el procedimiento (3b), al menos un tipo de base seleccionada del grupo que consiste en una base inorgánica y un hidróxido orgánico (base orgánica) se puede usar para crear una atmósfera básica.

- La base inorgánica puede ser, por ejemplo, cloruro, hidróxido, carbonato, nitrato, sulfato, fosfato, tungstato, vanadato, molibdato, niobato o sal de ácido bórico de metal alcalino o metal alcalinotérreo; e hidróxido de amonio y similares. Entre los anteriores, el hidróxido de metal alcalino o el metal alcalinotérreo es preferible desde el punto de vista de suministrar fácilmente cationes. El hidróxido de metal alcalino puede ser, por ejemplo, hidróxido de litio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y similares. El hidróxido de metal alcalinotérreo puede ser, por ejemplo, hidróxido de calcio, hidróxido de magnesio y similares. Entre los anteriores, es más preferible usar al menos un hidróxido seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de litio, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Además, el metal contenido en la base inorgánica puede ser un metal de transición.

- 30 Un hidróxido orgánico es una sal que incluye un catión orgánico y un ion hidróxido. El hidróxido orgánico puede ser, por ejemplo, hidróxido de trimetil-2-hidroxietilamonio, hidróxido de tetrametilamonio, hidróxido de cetiltrimetilamonio, hidróxido de hexadeciltrimetilamonio, hidróxido de trimetilfenilamonio, hidróxido de 3-trifluorometil-feniltrimetilamonio, hidróxido de benciltrimetilamonio y similares. Entre los anteriores, es particularmente preferible usar al menos un hidróxido seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de trimetil-2-hidroxietilamonio e hidróxido de tetrametilamonio.

- 35 La cantidad de la base que se usa es preferiblemente 1 % en masa o más, más preferiblemente 2 % en masa o más, y más preferiblemente 3 % en masa o más, basada en la masa del copolímero. La cantidad de la base que se usa es preferiblemente del 20 % en masa o menos, más preferiblemente del 15 % en masa o menos, y adicionalmente preferiblemente del 10 % en masa o menos basándose en la masa del copolímero. Cuando la cantidad de uso es demasiado pequeña, la modificación del grupo nitrilo inducida por hidrólisis tiende a ser menos probable que ocurra, mientras que demasiado uso puede causar corrosión dentro del dispersor y/o la batería.

- 40 En el procedimiento (3b), la hidrólisis se puede realizar mezclando un copolímero que incluye una unidad estructural de alqueno y una unidad monomérica que contiene un grupo nitrilo, una base y un disolvente. Además, puede mezclarse con cualquier componente. El orden de adición del copolímero, la base y el disolvente al recipiente y el procedimiento de mezclado no están limitados. El copolímero, la base y el disolvente pueden añadirse al recipiente al mismo tiempo o añadirse por separado al recipiente. De otro modo, uno o ambos del copolímero y la base pueden mezclarse con el disolvente para preparar un líquido que contiene copolímero y/o un líquido que contiene base, y el líquido que contiene copolímero y/o el líquido que contiene base se añaden/añaden al recipiente. En particular, en términos de ser capaz de modificar eficazmente el grupo nitrilo, es preferible añadir el líquido de dispersión de base donde la base se dispersa en el disolvente a la solución de copolímero donde el copolímero se disuelve en el disolvente, mientras se agita la mezcla. Se puede usar un dispersor, un homogeneizador o similares para la agitación. El disolvente mencionado en la descripción de la composición dispersante descrita más adelante se puede usar como disolvente.

- 45 No hay limitación en la temperatura durante la mezcla, pero la modificación puede acelerar calentando a 30 °C o más. Adicionalmente, puede añadirse una pequeña cantidad de agua y/o alcohol al recipiente para acelerar la modificación. Se puede añadir agua y/o alcohol al recipiente mientras se mezclan el copolímero y la base, o se puede añadir al recipiente antes de añadir el copolímero y la base al recipiente, o se puede añadir al recipiente simultáneamente o después de la adición del copolímero y la base. Además, cuando la higroscopicidad del copolímero, la base y los componentes opcionales utilizados según sea necesario es alta, se puede añadir agua en forma de agua higroscópica.

La cantidad de agua y/o alcohol es preferiblemente del 0,05 al 20 % en masa, más preferiblemente del 0,05 al 5 % en masa, y más preferiblemente del 0,05 al 1 % en masa basado en la masa del copolímero.

El alcohol puede ser, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, butanol secundario, butanol terciario, alcohol bencílico, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, polipropilenglicol, butilenglicol, hexanodiol, pentanodiol, glicerina, hexanotriol, tiodiglicol y similares. El alcohol se puede usar independientemente o en combinación de dos o más. La hidrólisis se realiza preferiblemente en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol y agua, y de manera particularmente preferente se realiza en presencia de agua.

El contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida es preferiblemente del 10 % en masa o menos, más preferiblemente del 5 % en masa o menos, más preferiblemente del 3 % en masa o menos, particularmente preferiblemente del 1 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). Cuando el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida es igual o menor que el intervalo anterior, puede evitarse la gelificación de la dispersión de material conductor durante el almacenamiento provocada por un enlace de hidrógeno excesivamente fuerte entre los copolímeros I. El contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida es preferiblemente del 0,1 % en masa o más, más preferiblemente del 0,3 % en masa o más, más preferiblemente del 0,5 % en masa o más, particularmente preferiblemente del 0,7 % en masa o más basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). Cuando el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida es igual o mayor que el intervalo anterior, la adsorptividad al material a dispersar puede mejorarse suficientemente, y puede lograrse una buena mejora en la dispersabilidad y la robustez.

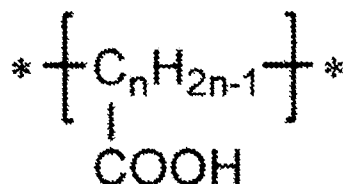
El copolímero I puede incluir una unidad estructural opcional. La unidad estructural opcional puede ser una unidad estructural que contiene un grupo carboxilo y similares. Además, la unidad estructural de hidrocarburo alifático puede ser, por ejemplo, una unidad estructural que incluye un punto de ramificación, tal como una unidad estructural de alquenileno; una unidad estructural de alquilo; una unidad estructural de alcanotriilo, una unidad estructural de alcanotetrailo y similares. La unidad estructural que incluye un punto de ramificación es una unidad estructural diferente de la unidad estructural que incluye una estructura de alquileo ramificado y la unidad estructural que incluye una estructura de alquilo ramificado.

La unidad estructural que contiene un grupo carboxilo es una unidad estructural que incluye un grupo carboxilo, y preferiblemente incluye una unidad estructural que incluye una estructura de alquileo sustituida por un grupo carboxilo, y más preferiblemente incluye una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquileo sustituida por un grupo carboxilo. La estructura de alquileo es preferiblemente una estructura de alquileo lineal o ramificado. La unidad estructural que contiene un grupo carboxilo puede incluir además una unidad estructural que incluye (o que consiste únicamente en) una estructura alquilo sustituida por un grupo carboxilo. El número del grupo carboxilo contenido en la unidad estructural que contiene el grupo carboxilo es preferiblemente 1 o 2. La unidad estructural que contiene grupo carboxilo está contenida en el copolímero I, y de este modo la adsorptividad al material a dispersar puede mejorarse significativamente, la viscosidad de la dispersión de material conductor puede reducirse, y la eficiencia de dispersión puede mejorarse.

La unidad estructural que contiene un grupo carboxilo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (4A).

Fórmula general (4A)

[Fórmula Química 8]

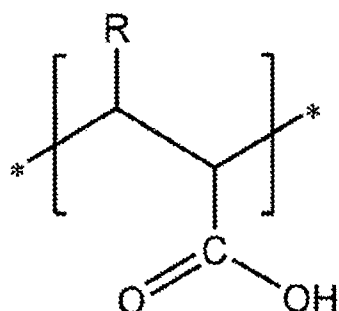


En la fórmula general (4A), n representa un número entero de 2 o más. n es preferiblemente un número entero de 6 o menos, más preferiblemente un número entero de 4 o menos, y adicionalmente preferiblemente un número entero de 3 o menos. En particular, n es preferiblemente 2.

La unidad estructural que contiene un grupo carboxilo incluye preferiblemente una unidad estructural representado por la siguiente fórmula general (4B).

Fórmula general (4B)

[Fórmula Química 9]



En la fórmula general (4B), R representa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo. R es preferiblemente un átomo de hidrógeno.

5 El procedimiento de introducción de la unidad estructural que contiene un grupo carboxilo no está particularmente limitado e incluye, por ejemplo, el siguiente procedimiento (4a) o (4b).

En el procedimiento (4a), el copolímero se prepara mediante una reacción de polimerización usando una composición que contiene un monómero que contiene un grupo carboxilo. El copolímero preparado incluye una unidad monomérica que contiene un grupo carboxilo. El copolímero I obtenido finalmente incluye la unidad monomérica que contiene el grupo carboxilo como la unidad estructural que contiene el grupo carboxilo.

10 En el procedimiento (4b), se prepara el copolímero que incluye una unidad estructural que contiene un grupo amida. Posteriormente, la unidad estructural que contiene un grupo amida se convierte en una unidad estructural que contiene un grupo carboxilo hidrolizando el grupo amida contenido en la unidad estructural que contiene un grupo amida en una atmósfera ácida. El copolímero que incluye la unidad estructural que contiene un grupo amida puede obtenerse, por ejemplo, mediante el procedimiento (3a) o (3b). El Copolímero I obtenido finalmente incluye una unidad obtenida modificando el grupo amida contenido en la unidad estructural que contiene el grupo amida por hidrólisis, como una
15 unidad estructural que contiene el grupo carboxilo.

En el procedimiento (4a), el monómero que contiene grupo carboxilo puede ser, por ejemplo, un ácido monocarboxílico insaturado tal como ácido (met)acrílico, ácido crotónico, ácido isocrotónico y similares; un ácido dicarboxílico insaturado tal como ácido maleico, ácido fumárico, ácido citracónico, ácido mesacónico, ácido glutacónico, ácido itacónico y similares. En particular, el monómero que contiene un grupo carboxilo incluye preferiblemente al menos un
20 ácido seleccionado del grupo que consiste en ácido acrílico y ácido maleico. El monómero que contiene grupo carboxilo se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

En el procedimiento (4b), al menos un ácido seleccionado del grupo que consiste en un ácido inorgánico y un ácido orgánico se puede usar para crear una atmósfera ácida.

25 El ácido inorgánico puede ser ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido bórico, ácido fluorhídrico y similares. El ácido orgánico puede ser ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico, ácido oxálico, ácido succínico, ácido málico, ácido benzoico, ácido bencenosulfónico y similares. Entre los anteriores, son preferibles el ácido succínico y el ácido cítrico.

30 La cantidad del ácido que se usa es preferiblemente del 0,1 % en masa o más, más preferiblemente del 0,5 % en masa o más, y más preferiblemente del 1 % en masa o más basado en la masa del copolímero. La cantidad del ácido que se usa es preferiblemente del 10 % en masa o menos, más preferiblemente del 5 % en masa o menos, y más preferiblemente del 3 % en masa o menos basado en la masa del copolímero. Cuando la cantidad de uso es demasiado pequeña, la modificación del grupo amida inducida por hidrólisis tiende a ser menos probable que ocurra, mientras que demasiado uso puede causar corrosión dentro del dispersor y/o la batería.

35 El contenido de la unidad estructural que contiene grupo carboxilo es preferiblemente menor que 1 % en masa, más preferiblemente 0,5 % en masa o menos, y adicionalmente preferiblemente 0,3 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como 100 % en masa). Cuando el contenido de la unidad estructural que contiene grupo carboxilo es menor que (o igual a o menor que) el intervalo anterior, puede evitarse la gelificación de la dispersión de material conductor (descrita más adelante) durante el almacenamiento provocada por un enlace de hidrógeno excesivamente fuerte entre los copolímeros I. El contenido de la unidad
40 estructural que contiene grupo carboxilo es preferiblemente del 0,01 % en masa o más, más preferiblemente del 0,1 % en masa o más, y más preferiblemente del 0,3 % en masa o más basado en la masa del Copolímero I (es decir, tomando la masa del Copolímero I como el 100 % en masa). Cuando el contenido de la unidad estructural que contiene grupo carboxilo es igual o mayor que el intervalo anterior, la adsorbididad al material a dispersar puede mejorarse suficientemente, la viscosidad de la dispersión de material conductor puede reducirse y la eficiencia de dispersión
45 puede mejorarse.

La unidad estructural alquenileno es una unidad estructural que incluye una estructura alquenileno y es preferiblemente una unidad estructural que consiste solamente en una estructura alquenileno. La estructura de alquenileno es preferiblemente una estructura de alquenileno lineal o una estructura de alquenileno ramificado.

5 La unidad estructural de alquenileno incluye preferiblemente al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que incluye una estructura de alquenileno lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquenileno ramificado, y más preferiblemente incluye al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que consiste sólo en una unidad estructural de alquenileno lineal y una unidad estructural que consiste sólo en una estructura de alquenileno ramificado.

10 Por ejemplo, cuando el Copolímero I se obtiene mediante el procedimiento (1a), una unidad monomérica de dieno conjugado que tiene un doble enlace carbono-carbono en la unidad puede permanecer en la molécula del Copolímero I sin hidrogenarse. El Copolímero I obtenido finalmente puede incluir la unidad monomérica de dieno conjugado que tiene un doble enlace carbono-carbono en la unidad como la unidad estructural alquenileno.

15 La unidad estructural de alquilo es una unidad estructural que incluye una estructura de alquilo (sin embargo, es una unidad estructural que no cae bajo otros unidades estructurales de hidrocarburo alifático tales como unidades estructurales de alquilo ramificado, unidades estructurales que contienen grupo nitrilo, unidades estructurales que contienen grupo amida y unidades estructurales que contienen grupo carboxilo), y es preferiblemente una unidad estructural que consiste únicamente en una estructura de alquilo. La estructura de alquilo es preferiblemente una estructura de alquilo lineal o una estructura de alquilo ramificado.

20 La unidad estructural de alquilo incluye preferiblemente al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que incluye una estructura de alquilo lineal y una unidad estructural que incluye una estructura de alquilo ramificado, y más preferiblemente incluye al menos una unidad estructural seleccionado del grupo que consiste en una unidad estructural que consiste solo en una estructura de alquilo ramificado y una unidad estructural que consiste solo en una estructura de alquilo lineal.

25 Por ejemplo, cuando el Copolímero I se obtiene mediante el procedimiento (1a) o (1b), es preferible que al menos una unidad monomérica de dieno conjugado hidrogenado o una unidad monomérica de α -olefina se introduzca en el Copolímero I como grupo terminal del Copolímero I. El Copolímero I finalmente obtenido puede incluir estas unidades monoméricas como unidad estructural de alquilo.

30 La unidad estructural de alcanotriilo es una unidad estructural que incluye una estructura de alcanotriilo y es preferiblemente una unidad estructural que consiste solo en una estructura de alcanotriilo. La unidad estructural de alcanotetrailo es una unidad estructural que incluye una estructura de alcanotetrailo y es preferiblemente una unidad estructural que consiste solo en una estructura de alcanotetrailo.

35 Por ejemplo, cuando el Copolímero I se obtiene mediante el procedimiento (1a), la unidad monomérica de dieno conjugado puede introducirse en la molécula del Copolímero I como una unidad monomérica que no tiene doble enlace carbono-carbono en la unidad y que contiene un punto de ramificación. En este caso, el Copolímero I obtenido finalmente es un polímero ramificado, y puede incluir la unidad monomérica de dieno conjugado como la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene un punto de ramificación, tal como una unidad estructural de alcanotriilo y una unidad estructural de alcanotetrailo. Cuando la unidad estructural de hidrocarburo alifático incluye una unidad estructural que incluye un punto de ramificación, el Copolímero I es un polímero ramificado. El polímero ramificado puede ser un polímero de red. El copolímero I que incluye una unidad estructural que incluye un punto de ramificación puede adsorberse tridimensionalmente al material que va a dispersarse, y por tanto puede potenciarse adicionalmente la dispersabilidad y la robustez.

40 Según la invención, en el Copolímero I, el contenido total de la unidad estructural de hidrocarburo alifático, la unidad estructural que contiene grupo nitrilo y la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo contenidos en el Copolímero I es 80 % en masa o más y 100 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I. El contenido total es preferiblemente 90 % en masa o más, más preferiblemente 95 % en masa o más, y aún más preferiblemente 98 % en masa o más. Lo siguiente es listado como aspectos preferibles del Copolímero ml.

45

- Copolímero I que incluye además la unidad estructural que contiene grupo carboxilo donde el contenido total de la unidad estructural de hidrocarburo alifático, la unidad estructural que contiene grupo nitrilo, la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo y la unidad estructural que contiene grupo carboxilo contenida en el Copolímero I es del 80 % en masa o más y del 100 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I. El contenido total es preferiblemente del 90 % en masa o más, más preferiblemente del 95 % en masa o más, y más preferiblemente del 98 % en masa o más.

50

- Copolímero I que incluye la unidad estructural representado por la fórmula general (1A), la unidad estructural representado por la fórmula general (2A) y la unidad estructural representado por la fórmula general (3A) y puede incluir la unidad estructural representado por la fórmula general (4A) como una unidad estructural opcional, y donde el contenido total de las unidades estructurales es del 80 % en masa o más y del 100 % en

55

masa o menos basado en la masa del copolímero I. El contenido total es preferiblemente del 90 % en masa o más, más preferiblemente del 95 % en masa o más, y aún más preferiblemente del 98 % en masa o más.

- Copolímero I que incluye la unidad estructural representado por la fórmula general (1A), la unidad estructural representado por la fórmula general (2B) y la unidad estructural representado por la fórmula general (3B) y puede incluir la unidad estructural representado por la fórmula general (4B) como una unidad estructural opcional, y donde el contenido total de las unidades estructurales es del 80 % en masa o más y del 100 % en masa o menos basado en la masa del copolímero I. El contenido total es preferiblemente del 90 % en masa o más, más preferiblemente del 95 % en masa o más y, además, preferiblemente del 98 % en masa o más.
- Copolímero I que incluye la unidad estructural representado por la fórmula general (1B), la unidad estructural representado por la fórmula general (2B) y la unidad estructural representado por la fórmula general (3B) y puede incluir la unidad estructural representado por la fórmula general (4B) como una unidad estructural opcional, y donde el contenido total de las unidades estructurales es del 80 % en masa o más y del 100 % en masa o menos basado en la masa del copolímero I. El contenido total es preferiblemente del 90 % en masa o más, más preferiblemente del 95 % en masa o más y, además, preferiblemente del 98 % en masa o más.

En la presente memoria descriptiva, el contenido de la unidad estructural puede obtenerse usando la cantidad del monómero que se usa, medición de RMN (resonancia magnética nuclear) y/o IR (espectroscopía infrarroja).

Lo siguiente se enumera como aspectos preferidos del procedimiento para producir el Copolímero I.

- El procedimiento para producir el copolímero I que incluye: preparar un copolímero mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que contiene un monómero de dieno conjugado y un monómero que contiene un grupo nitrilo (procedimientos (1a) y (2a)); hidrogenar la unidad monomérica de dieno conjugado contenido en el copolímero (procedimiento (1a)); y modificar la unidad estructural que contiene un grupo nitrilo contenida en el copolímero mediante hidrólisis (procedimiento (3b)).

En este procedimiento, una parte o la totalidad de la unidad monomérica de dieno conjugado se hidrogena. Adicionalmente, una parte (no toda) de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo se modifica por hidrólisis de modo que la unidad estructural que contiene grupo nitrilo está contenida en el Copolímero I.

- El procedimiento para producir el Copolímero I que incluye: preparar un copolímero mediante una reacción de polimerización usando una composición monomérica que contiene un monómero de dieno conjugado, un monómero que contiene un grupo nitrilo y un monómero que contiene un grupo amida (procedimientos (1a), (2a) y (3a)); e hidrogenar la unidad monomérica de dieno conjugado contenida en el copolímero (procedimiento (1a)).

En este procedimiento, una parte o la totalidad de la unidad monomérica de dieno conjugado se hidrogena.

En el procedimiento de producción según los aspectos anteriores, la composición de monómero puede incluir además un monómero que contiene un grupo carboxilo. Alternativamente, el procedimiento de producción según los aspectos anteriores puede incluir además modificar la unidad estructural que contiene un grupo amida por hidrólisis (procedimiento (4b)). En este procedimiento, una parte (no toda) de la unidad estructural que contiene un grupo amida se modifica por hidrólisis.

El copolímero I producido por el procedimiento (3b) se puede usar como dispersante en el estado de una mezcla (líquido que contiene dispersante) que contiene el copolímero I, la base y el disolvente después de la hidrólisis. Alternativamente, el Copolímero I producido por el procedimiento (3b) se puede usar como dispersante en el estado de una mezcla (líquido que contiene dispersante) que contiene el Copolímero I y el disolvente después de extraer y retirar la base de la mezcla (líquido que contiene dispersante) que contiene el Copolímero I, la base y el disolvente después de la hidrólisis. El procedimiento para extraer y eliminar la base no está particularmente limitado y puede incluir, por ejemplo, un procedimiento para gotear la mezcla (líquido que contiene dispersante) en un disolvente de lavado que es un buen disolvente para la base, pero un mal disolvente para el copolímero I, y recoger el copolímero precipitado I. Cuanto más disolvente de lavado se añada, mayor se vuelve la eficacia de eliminación. Además, la eficacia de eliminación también puede aumentarse redisolviendo el copolímero precipitado I y lavando repetidamente el copolímero I. El lavado puede realizarse de la misma manera después de que un disolvente que es un buen disolvente tanto para la base como para el copolímero I se mezcle suficientemente con la mezcla (líquido que contiene dispersante).

La reacción de polimerización usada para la preparación del copolímero es preferiblemente una reacción de polimerización en emulsión, y se puede usar un procedimiento de polimerización en emulsión común. El agente de polimerización, tal como un emulsionante (tensioactivo), un iniciador de polimerización, un agente quelante, un eliminador de oxígeno y un modificador de peso molecular, usado para la polimerización en emulsión puede ser un agente conocido convencionalmente y no está particularmente limitado. Por ejemplo, se usan típicamente un emulsionante aniónico o un emulsionante aniónico y un emulsionante no iónico como emulsionante.

El emulsionante aniónico puede ser, por ejemplo, una sal de ácido graso tal como potasio de ácido graso de sebo, potasio de ácido graso de sebo parcialmente hidrogenado, oleato de potasio y oleato de sodio; una sal de ácido de resina tal como rosinato de potasio, rosinato de sodio, rosinato de potasio hidrogenado y rosinato de sodio hidrogenado; un sulfonato de alquilbenceno tal como dodecilbencenosulfonato de sodio; y similares. El emulsionante no iónico puede ser, por ejemplo, un emulsionante de éster de polietilenglicol, un emulsionante de éster de polipropilenglicol, un emulsionante plurónico tal como un copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno, y similares.

El iniciador de polimerización puede ser, por ejemplo, un iniciador térmicamente descomponible tal como persulfato tal como persulfato de potasio y persulfato de amonio; un peróxido orgánico tal como hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de diisopropilbenceno, peróxido de octanoilo, peróxido de 3,5,5-trimetilhexanoilo; un compuesto azo tal como azobisisobutironitrilo; un iniciador redox que consiste en el iniciador anterior y un agente reductor tal como ion de hierro divalente. Entre los anteriores, es preferible el iniciador redox. La cantidad del iniciador que se usa está, por ejemplo, en el intervalo del 0,01 al 10 % en masa con respecto a la cantidad total de los monómeros.

La reacción de polimerización en emulsión puede ser de tipo continuo o de tipo discontinuo. La temperatura de polimerización puede ser cualquiera de una temperatura baja a una temperatura alta, y es preferiblemente de 0 °C a 50 °C, más preferiblemente de 0 °C a 35 °C. Además, el procedimiento de adición del monómero (adición colectiva, adición dividida y similares), el tiempo de polimerización, la tasa de conversión de polimerización y similares no están particularmente limitados. La tasa de conversión es preferiblemente del 85 % en masa o más, y más preferiblemente del 90 % en masa o más.

El peso molecular medio en peso del copolímero I es preferiblemente 5.000 o más, más preferiblemente 10.000 o más, y aún más preferiblemente 50.000 o más. El peso molecular promedio en peso del copolímero I es preferiblemente de 400.000 o menos, más preferiblemente de 350.000 o menos, y aún más preferiblemente de 300.000 o menos. Cuando el peso molecular medio en peso del copolímero I es 5.000 o más y 400.000 o menos, la adsorptividad al material a dispersar y la afinidad al medio de dispersión son excelentes, y la estabilidad de la dispersión mejora. El peso molecular medio en peso es un peso molecular medio en peso equivalente de poliestireno y puede medirse mediante cromatografía de permeación en gel (GPC). Específicamente, puede medirse mediante el procedimiento descrito en los ejemplos.

El dispersante contiene al menos el Copolímero I. El dispersante puede contener además cualquier polímero, cualquier copolímero y similares. El contenido de copolímero I en el dispersante es preferiblemente del 50 % en masa o más, más preferiblemente del 80 % en masa o más, y aún más preferiblemente del 90 % en masa o más. El contenido de Copolímero I en el dispersante puede ser 100 % en masa, en cuyo caso el dispersante consiste únicamente en Copolímero I.

<Composición del dispersante>

La composición del dispersante contiene un dispersante, una base de 1 % en masa o más y 20 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I, y un disolvente. Es decir, la composición del dispersante contiene el Copolímero I, una base de 1 % en masa o más y 20 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I, y un disolvente. Cuando el copolímero I se obtiene mediante el procedimiento (3b), la composición del dispersante puede contener la base usada en el procedimiento (3b). El contenido de la base es del 1 % en masa o más, preferiblemente del 2 % en masa o más, y más preferiblemente del 3 % en masa o más basado en la masa del Copolímero I. Desde el punto de vista de prevenir la gelificación, el espesamiento con el tiempo y la corrosión dentro del dispositivo de dispersión y/o la batería, el contenido de la base es del 20 % en masa o menos, preferiblemente del 15 % en masa o menos, y más preferiblemente del 10 % en masa o menos basado en la masa del Copolímero I. La composición del dispersante puede contener un componente opcional tal como un ácido.

La composición de dispersante contiene un disolvente. El disolvente es preferiblemente un disolvente capaz de disolver el copolímero I, y más preferiblemente un disolvente que consiste en uno cualquiera de disolventes orgánicos solubles en agua, o un disolvente mixto que consiste en dos o más cualesquiera de disolventes orgánicos solubles en agua.

El disolvente orgánico soluble en agua puede ser un disolvente amida (N-metil-2-pirrolidona (NMP), N-etil-2-pirrolidona (NEP), N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, N,N-diethylacetamida, N-metilcaprolactama y similares), un disolvente heterocíclico (ciclohexilpirrolidona, 2-oxazolidona, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona, γ-butirolactona y similares), un disolvente sulfóxido (dimetilsulfóxido y similares), un disolvente sulfona (hexametilfosforotriamida, sulfolano y similares), un disolvente cetona inferior (acetona, metil etil cetona y similares), así como tetrahidrofurano, urea, acetonitrilo y similares. El disolvente orgánico soluble en agua incluye preferiblemente un disolvente orgánico amida, y más preferiblemente incluye al menos un disolvente seleccionado del grupo que consiste en N-metil-2-pirrolidona y N-etil-2-pirrolidona.

Desde el punto de vista de obtener una concentración suficiente del material conductor y/o el material activo de electrodo en la dispersión de material conductor, la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante

y la suspensión para película de electrodo, el contenido de copolímero I en la composición dispersante es preferiblemente del 2 % en masa o más y más preferiblemente del 5 % en masa o más basado en la masa de la composición dispersante. Cuando la concentración del material conductor y/o el material activo de electrodo es suficiente, puede obtenerse capacidad de recubrimiento, y puede evitarse un aumento en el coste de fabricación debido a un aumento en el tiempo de secado y el coste de transferencia. Desde el punto de vista de prevenir la generación de materia insoluble, el contenido de copolímero I es preferiblemente del 15 % en masa o menos, y más preferiblemente del 10 % en masa o menos basado en la masa de la composición dispersante.

La mezcla (líquido que contiene dispersante) que se obtiene mediante el procedimiento (3b) y contiene copolímero I, la base y el disolvente puede usarse como la composición dispersante. Además, la mezcla (líquido que contiene dispersante) que se obtiene mediante los procedimientos (3b) y (4b) y contiene copolímero I, la base, el ácido y el disolvente puede usarse como una composición dispersante.

<Dispersión de material conductor>

La dispersión de material conductor contiene el dispersante y el disolvente, o contiene la composición dispersante y el material conductor. Es decir, la dispersión de material conductor contiene al menos el dispersante, el disolvente y el material conductor, o contiene al menos la composición dispersante (que contiene el disolvente) y el material conductor. En otras palabras, la dispersión de material conductor contiene al menos el copolímero I, el disolvente y el material conductor, y puede contener además cualquier componente tal como una base y un ácido.

Como material conductor puede usarse un material capaz de dopar o intercalar irreversiblemente iones de litio. El material conductor es una sustancia (material) diferente del material activo de electrodo descrito más adelante.

Según la invención, el material conductor se elige de un polvo metálico de oro, plata, cobre, polvo de cobre chapado con plata, polvo compuesto de plata-cobre, aleación de plata-cobre, cobre amorfo, níquel, cromo, paladio, rodio, rutenio, indio, silicio, aluminio, tungsteno, molibdeno, platino y similares; un polvo inorgánico recubierto con estos metales; y un material conductor a base de carbono. El material conductor a base de carbono puede ser diversos negros de carbono tales como negro de acetileno disponible comercialmente, negro de horno, negro de carbono hueco, negro de canal, negro térmico y negro de Ketjen. Adicionalmente, el material conductor a base de carbono también puede ser un negro de carbono oxidado comúnmente usado, negro de carbono grafitado, negro de carbono mesofásico; un material carbonoso amorfo tal como carbono blando y carbono duro; nanotubo de carbono o nanofibra de carbono que es carbono fibroso, y fibra de carbono tal como fibra de carbono desarrollada en vapor. El material conductor puede usarse independientemente o en combinación de dos o más. El material conductor incluye preferiblemente el material conductor basado en carbono, incluye preferiblemente al menos uno seleccionado del grupo que consiste en negro de carbono y fibra de carbono, y particularmente preferiblemente incluye al menos uno seleccionado del grupo que consiste en negro de acetileno y nanotubos de carbono.

La pureza de carbono del material conductor a base de carbono se representa por la tasa de contenido (% en masa) de los átomos de carbono en el material conductor a base de carbono. La pureza del carbono es preferiblemente del 90 % en masa o más, más preferiblemente del 95 % en masa o más, y más preferiblemente del 98 % en masa o más basado en la masa del material conductor basado en carbono (tomando la masa del material conductor basado en carbono como el 100 % en masa).

El nanotubo de carbono tiene una estructura donde el grafito plano está enrollado en una forma cilíndrica. El nanotubo de carbono incluye preferiblemente un nanotubo de carbono de paredes múltiples, y también puede incluir un nanotubo de carbono de paredes múltiples y un nanotubo de carbono de paredes individuales. El nanotubo de carbono de paredes múltiples tiene una estructura donde se enrollan dos o más capas de grafito. El nanotubo de carbono de pared única tiene una estructura donde se enrolla una capa de grafito. La pared lateral del nanotubo de carbono no es necesariamente una estructura de grafito. Por ejemplo, un nanotubo de carbono provisto de una pared lateral que tiene una estructura amorfa también puede usarse como material conductor.

La forma del nanotubo de carbono no está limitada. La forma del nanotubo de carbono puede ser, por ejemplo, diversas formas, tales como una forma de aguja, una forma de tubo cilíndrico, una forma de hueso de pescado (tipo laminado de hueso de pescado o copa), una forma de naípe (plaqueta), una forma de espiral y similares. De las formas anteriores, el nanotubo de carbono tiene preferiblemente una forma de aguja o una forma de tubo cilíndrico. Los nanotubos de carbono que tienen la misma forma pueden usarse independientemente, o pueden usarse en combinación dos o más tipos de nanotubos de carbono que tienen diferentes formas.

La forma del nanotubo de carbono incluye, pero no se limita a, un bigote de grafito, un carbono filamentos, una fibra de grafito, un tubo de carbono ultrafino, un tubo de carbono, una fibrilla de carbono, un microtubo de carbono y una nanofibra de carbono. Los nanotubos de carbono que tienen la misma forma pueden usarse independientemente, o pueden usarse en combinación dos o más tipos de nanotubos de carbono que tienen diferentes formas.

El diámetro exterior del nanotubo de carbono es preferiblemente de 1 a 30 nm, y más preferiblemente de 1 a 20 nm.

El área superficial específica BET del material conductor es preferiblemente de 20 a 1.000 m²/g, y más preferiblemente de 30 a 500 m²/g.

El contenido de copolímero I contenido en la dispersión de material conductor es preferiblemente del 0,1 al 200 % en masa, más preferiblemente del 1 al 100 % en masa, y más preferiblemente del 2 al 50 % en masa basado en la masa del material conductor (tomando la masa del material conductor como el 100 % en masa).

5 El contenido del material conductor contenido en la dispersión de material conductor es preferiblemente del 0,05 % en masa o más, más preferiblemente del 0,1 % en masa o más basado en la masa de la dispersión de material conductor (tomando la masa de la dispersión de material conductor como el 100 % en masa). El contenido del material conductor es preferiblemente del 30 % en masa o menos, y más preferiblemente del 20 % en masa o menos basado en la masa de la dispersión de material conductor (tomando la masa de la dispersión de material conductor como el 100 % en masa).

10 Por ejemplo, desde el punto de vista de lograr tanto una excelente dispersabilidad como robustez, el contenido del material conductor puede ser del 10 % en masa o menos, preferiblemente del 8 % en masa o menos, más preferiblemente del 5 % en masa o menos, y adicionalmente preferiblemente del 3 % en masa o menos. En particular, cuando se usa un material conductor (tal como NTC) que tiene un área superficial específica alta como material conductor, el contenido del material conductor está preferiblemente en el intervalo anterior. Alternativamente, por
15 ejemplo, en términos de lograr tanto excelente dispersabilidad como robustez por el Copolímero I incluso cuando la concentración del material conductor es alta, el contenido del material conductor puede ser más del 10 % en masa, preferiblemente el 12 % en masa o más, y más preferiblemente el 15 % en masa o más.

La dispersión de material conductor incluye un disolvente. El disolvente no está particularmente limitado; por ejemplo, se puede usar el disolvente ejemplificado en la descripción de la composición dispersante. Además, es preferible usar
20 el mismo disolvente que el disolvente contenido en la composición dispersante.

El procedimiento para producir la dispersión de material conductor no está particularmente limitado. La dispersión de material conductor se puede obtener, por ejemplo, mezclando el dispersante, el disolvente y el material conductor y dispersando el material conductor en el disolvente. Además del dispersante, el disolvente y el material conductor, se puede mezclar cualquier componente. Alternativamente, la dispersión de material conductor puede obtenerse, por
25 ejemplo, mezclando la composición dispersante (incluyendo el disolvente) y el material conductor y dispersando el material conductor en el disolvente. Además de la composición dispersante y el material conductor, se puede mezclar cualquier componente tal como un disolvente. Cuando se mezcla un disolvente, el disolvente es preferiblemente el mismo disolvente que el disolvente contenido en la composición dispersante. El orden de adición del dispersante o la composición dispersante y el material conductor al recipiente no está particularmente limitado. Es preferible que el
30 dispersante exista junto con el material conductor en cualquier punto del procedimiento de dispersión del material conductor.

Por ejemplo, cuando la unidad estructural que contiene un grupo amida se introduce en el copolímero I mediante el procedimiento (3b), el material conductor puede mezclarse con y dispersarse en la mezcla (líquido que contiene dispersante) que contiene el copolímero I, la base y el disolvente después de la hidrólisis. Alternativamente, el material
35 conductor puede mezclarse con el copolímero, la base y el disolvente antes de la hidrólisis, y el material conductor puede dispersarse después de la hidrólisis. Alternativamente, antes de la hidrólisis, el material conductor puede mezclarse con el copolímero, la base y el disolvente para avanzar la hidrólisis y dispersión. Además, después de que el material conductor se dispersa mediante un procedimiento de dispersión en húmedo o en seco, el copolímero o copolímero I antes o después de la hidrólisis se puede mezclar con un disolvente según sea necesario y dispersarlo
40 adicionalmente.

El procedimiento que usa diversos dispositivos de dispersión tales como un dispersador, un homogeneizador, un mezclador Silverson, una amasadora, un molino de dos rodillos, un molino de tres rodillos, un molino de bolas, un molino de arena horizontal, un molino de arena vertical, un molino de perlas anulares, una moledora, un mezclador planetario o un homogeneizador de alta presión puede usarse como el procedimiento de dispersión.

45 La dispersabilidad del material conductor en la dispersión de material conductor puede evaluarse mediante el módulo elástico complejo y el ángulo de fase obtenido mediante la medición de viscoelasticidad dinámica. El módulo elástico complejo de la dispersión de material conductor es menor cuando la dispersabilidad del material conductor es mejor y la viscosidad de la dispersión de material conductor es menor. Adicionalmente, el ángulo de fase significa el desplazamiento de fase de la onda de tensión cuando la deformación aplicada a la dispersión de material conductor se establece como una onda sinusoidal. Cuando la dispersión de material conductor es un cuerpo elástico puro, el
50 ángulo de fase es 0° porque la onda de deformación se convierte en una onda sinusoidal que tiene la misma fase que la deformación aplicada. Por otro lado, cuando la dispersión de material conductor es un material viscoso puro, la onda de tensión avanza 90°. En la muestra de medición de viscoelasticidad usada generalmente, el ángulo de fase es una onda sinusoidal mayor que 0° y menor que 90°, y cuando la dispersabilidad del material conductor en la dispersión de
55 material conductor es buena, el ángulo de fase se acerca a 90° que es el ángulo de fase de un material viscoso puro.

Es preferible que la dispersión de material conductor tenga un módulo elástico complejo de menos de 20 Pa y un ángulo de fase de 19° o más. El módulo elástico complejo de la dispersión de material conductor es preferiblemente menor que 20 Pa, más preferiblemente 10 Pa o menos, y aún más preferiblemente 5 Pa o menos. El módulo elástico complejo de la dispersión de material conductor es preferiblemente de 0,01 Pa o más, más preferiblemente de 0,05

Pa o más, y aún más preferiblemente de 0,1 Pa o más. El ángulo de fase de la dispersión de material conductor es preferiblemente de 19° o más, más preferiblemente 30° o más, y aún más preferiblemente 45° o más. El ángulo de fase de la dispersión de material conductor es preferiblemente 90° o menos, más preferiblemente 85° o menos, y aún más preferiblemente 80° o menos. El módulo elástico complejo y el ángulo de fase pueden medirse mediante los procedimientos descritos en los ejemplos.

<Dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante>

La dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante contiene una resina aglutinante y la dispersión de material conductor. Es decir, la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante contiene al menos el dispersante, el disolvente, el material conductor y la resina aglutinante. En otras palabras, la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante contiene al menos el copolímero I, el disolvente, el material conductor y la resina aglutinante, y puede contener además cualquier componente tal como una base y un ácido. La dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante puede producirse mezclando la resina aglutinante y la dispersión de material conductor. Cualquier componente puede mezclarse adicionalmente con la resina aglutinante y la dispersión de material conductor. En la presente memoria descriptiva, la "dispersión de material conductor" y la "dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante" pueden denominarse colectivamente "dispersión de material conductor".

La resina aglutinante es una resina capaz de unir sustancias tales como un material activo de electrodo y un material conductor. En la presente memoria descriptiva, la resina aglutinante es diferente del copolímero I. Es decir, la resina aglutinante se selecciona de las resinas excluyendo el copolímero I. La resina aglutinante puede ser, por ejemplo, un polímero o un copolímero que incluye etileno, propileno, cloruro de vinilo, acetato de vinilo, alcohol vinílico, ácido maleico, ácido acrílico, éster de ácido acrílico, ácido metacrílico, éster de ácido metacrílico, acrilonitrilo, estireno, vinil butiral, vinil acetal, vinilpirrolidona y similares como unidad estructural; una resina tal como una resina de poliuretano, una resina de poliéster, una resina fenólica, una resina epoxídica, una resina fenoxi, una resina de urea, una resina de melamina, una resina alquídica, una resina acrílica, una resina de formaldehído, una resina de silicona, una resina fluorada y similares; una resina de celulosa tal como carboximetilcelulosa; un caucho tal como un caucho de estireno-butadieno y un fluorocaucho; una resina conductora tal como polianilina y poliacetileno; y similares. Además, la resina aglutinante también puede ser un producto modificado, una mezcla o un copolímero de las resinas anteriores. Entre los anteriores, cuando la resina aglutinante se usa para una película de electrodo positivo, un polímero o copolímero que tiene un átomo de flúor en la molécula, tal como fluoruro de polivinilideno, fluoruro de polivinilo, tetrafluoroetileno y similares, es preferible en términos de resistencia. Además, cuando la resina aglutinante se usa para una película de electrodo negativo, son preferibles carboximetilcelulosa, caucho de estireno-butadieno, ácido poliacrílico y similares que tienen buena adhesión.

El peso molecular promedio en peso de la resina aglutinante es preferiblemente de 10.000 a 2.000.000, más preferiblemente de 100.000 a 1.000.000, y aún más preferiblemente de 200.000 a 1.000.000.

El contenido de copolímero I contenido en la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante es preferiblemente del 0,1 al 200 % en masa, más preferiblemente del 1 al 100 % en masa, y más preferiblemente del 2 al 50 % en masa basado en la masa del material conductor (tomando la masa del material conductor como el 100 % en masa).

El contenido del material conductor contenido en la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante es preferiblemente del 0,05 al 30 % en masa, y más preferiblemente del 0,1 al 20 % en masa basado en la masa de la dispersión de material conductor (tomando la masa de la dispersión de material conductor como el 100 % en masa).

El contenido de la resina aglutinante contenida en la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante es preferiblemente del 0,05 al 25 % en masa, y más preferiblemente del 0,1 al 15 % en masa basado en la masa de la dispersión de material conductor (tomando la masa de la dispersión de material conductor como el 100 % en masa).

La dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante incluye un disolvente. El disolvente no está particularmente limitado; por ejemplo, se puede usar el disolvente ejemplificado en la descripción de la composición dispersante. Además, es preferible usar el mismo disolvente que el disolvente contenido en la composición dispersante.

<Suspensión para la película de electrodo>

La suspensión para la película de electrodo contiene la dispersión de material conductor o la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante y un material activo de electrodo. Es decir, la suspensión para la película de electrodo contiene al menos la dispersión de material conductor y el material activo de electrodo, o al menos la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante y el material activo de electrodo. En otras palabras, la suspensión para la película de electrodo contiene al menos el copolímero I, el material conductor, el disolvente y el material activo de electrodo, y puede contener además cualquier componente tal como una resina aglutinante, una base y un ácido. En la presente memoria descriptiva, la "suspensión" puede denominarse "suspensión de mezcla".

El material activo del electrodo es un material que es una base para la reacción de la batería. El material activo de electrodo se clasifica en un material activo de electrodo positivo y un material activo de electrodo negativo en base a la fuerza electromotriz.

El material activo del electrodo positivo no está particularmente limitado y puede ser un material capaz de dopar o intercalar reversiblemente iones de litio. Por ejemplo, el material activo de electrodo positivo puede ser un compuesto metálico tal como un óxido metálico, un sulfuro metálico y similares. Específicamente, el material activo de electrodo positivo puede ser un compuesto inorgánico tal como un óxido de un metal de transición tal como Fe, Co, Ni y Mn, un óxido compuesto con litio, un sulfuro de metal de transición y similares. Específicamente, el material activo de electrodo positivo puede ser un polvo de un óxido de metal de transición tal como MnO , V_2O_5 , V_6O_{13} , y TiO_2 ; un polvo de un óxido compuesto de litio y un metal de transición tal como óxido de litio y níquel, óxido de litio y cobalto y manganato de litio que tiene una estructura estratificada, y manganato de litio que tiene una estructura de espinela; un material de fosfato de litio y hierro que es un compuesto de fosfato que tiene una estructura de olivino; un polvo de un sulfuro de metal de transición tal como TiS_2 y FeS ; y similares. El material activo de electrodo positivo es preferiblemente un material que contiene al menos Ni. El material activo de electrodo positivo se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

Un material capaz de dopar o intercalar de manera reversible iones litio puede usarse como material activo de electrodo negativo. Por ejemplo, el material activo del electrodo negativo puede ser Li metálico y una aleación de Li, tal como una aleación de estaño, una aleación de silicio, una aleación de plomo; un óxido metálico, tal como $\text{Li}_x\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{Li}_x\text{Fe}_3\text{O}_4$, Li_xWO_2 (x es un número tal que $0 < x < 1$), titanato de litio, vanadato de litio y silicato de litio; un polímero conductor tal como poliacetileno y poli-p-fenileno; polvo carbonoso tal como un grafito artificial como un material de carbono altamente grafitado y grafito natural; un material a base de carbono tal como un material de carbono calcinado con resina. El material activo de electrodo negativo se puede usar independientemente o en combinación de dos o más.

El contenido de copolímero I en la suspensión para película de electrodo es preferiblemente del 0,01 al 10 % en masa, y más preferiblemente del 0,05 al 5 % en masa basado en la masa del material activo de electrodo (tomando la masa del material activo de electrodo como el 100 % en masa).

El contenido del material conductor en la suspensión para película de electrodo es preferiblemente del 0,01 al 10 % en masa, más preferiblemente del 0,02 al 5 % en masa, y más preferiblemente del 0,03 al 3 % en masa basado en la masa del material activo de electrodo (tomando la masa del material activo de electrodo como el 100 % en masa).

Cuando la suspensión para película de electrodo contiene una resina aglutinante, el contenido de la resina aglutinante en la suspensión para película de electrodo es preferiblemente del 0,1 al 30 % en masa, más preferiblemente del 0,5 al 20 % en masa, y más preferiblemente del 1 al 10 % en masa basado en la masa del material activo de electrodo (tomando la masa del material activo de electrodo como el 100 % en masa).

El contenido de sólidos de la suspensión para película de electrodo de la presente realización es preferiblemente del 30 al 90 % en masa, más preferiblemente del 30 al 80 % en masa, y más preferiblemente del 40 al 75 % en masa basado en la masa de la suspensión para película de electrodo (tomando la masa de la suspensión para película de electrodo como el 100 % en masa).

La suspensión para la película de electrodo se puede producir mediante diversos procedimientos conocidos convencionalmente. Los procedimientos incluyen un procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo añadiendo un material activo de electrodo a la dispersión de material conductor; un procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo añadiendo una resina aglutinante a la dispersión de material conductor y a continuación añadiendo un material activo de electrodo; un procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo añadiendo un material activo de electrodo a la dispersión de material conductor y a continuación añadiendo una resina aglutinante; un procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo añadiendo un material activo de electrodo a la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante; y similares.

El procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo es preferiblemente el procedimiento donde se añade una resina aglutinante a la dispersión de material conductor y a continuación se añade y dispersa adicionalmente un material activo de electrodo. El dispositivo de dispersión usado para la dispersión no está particularmente limitado. La suspensión para la película de electrodo se puede obtener usando los dispositivos de dispersión mencionados en la descripción de la dispersión de material conductor. Debido a que el copolímero I también puede funcionar como aglutinante, la suspensión para la película de electrodo se puede obtener sin añadir una resina aglutinante. Por lo tanto, el procedimiento para producir la suspensión para película de electrodo también es preferiblemente el procedimiento donde se añade y dispersa un material activo de electrodo sin añadir una resina aglutinante a la dispersión de material conductor.

<Película de electrodo>

La película de electrodo incluye al menos una película seleccionada del grupo que consiste en una película formada usando la dispersión de material conductor, una película formada usando la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante y una película formada usando la suspensión para película de electrodo. La película de

electrodo puede incluir además un colector de corriente. Por ejemplo, la película de electrodo se puede obtener aplicando la suspensión para la película de electrodo en un colector de corriente y secando la suspensión, e incluye el colector de corriente y la película. En la presente memoria descriptiva, la "película formada usando la suspensión para película de electrodo" puede denominarse "capa de mezcla de electrodos".

El material y la forma del colector de corriente usados para formar la película de electrodo no están particularmente limitados, y el material y la forma adecuados para diversas baterías secundarias pueden seleccionarse apropiadamente. Por ejemplo, el material del colector de corriente puede ser un metal o una aleación, tal como aluminio, cobre, níquel, titanio, inoxidable y similares. Además, en cuanto a la forma, se usa típicamente una lámina sobre una lámina plana, y también se puede usar un colector de corriente que tiene una superficie rugosa, un colector de corriente en forma de lámina perforada o un colector de corriente de malla.

El procedimiento para aplicar la dispersión de material conductor, la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante o la suspensión en el colector de corriente no está particularmente limitado, y se puede usar un procedimiento conocido. Específicamente, el procedimiento puede ser un procedimiento de recubrimiento con matriz, un procedimiento de recubrimiento por inmersión, un procedimiento de recubrimiento con rodillo, un procedimiento de recubrimiento con rasqueta, un procedimiento de recubrimiento con cuchilla, un procedimiento de recubrimiento por pulverización, un procedimiento de recubrimiento por grabado, un procedimiento de serigrafía, un procedimiento de recubrimiento electrostático y similares. El procedimiento de secado puede incluir, pero no se limita particularmente a, secado natural o secado usando un secador de ventilador, un secador de aire caliente, un calentador de infrarrojos, un calentador de infrarrojos lejanos y similares.

Después del recubrimiento, se puede realizar un tratamiento de laminación usando una prensa litográfica, un rodillo de calandra o similar. El grosor de la película resultante es, por ejemplo, de 1 μm o más y 500 μm o menos, y preferiblemente de 10 μm o más y 300 μm o menos.

La película formada usando la dispersión de material conductor o la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante también puede usarse como una capa base de la capa de mezcla de electrodos para mejorar la adhesión entre la capa de mezcla de electrodos y el colector de corriente o para mejorar la conductividad de la película de electrodos.

<Batería secundaria de electrolito no acuoso>

La batería secundaria de electrolito no acuoso incluye un electrodo positivo, un electrodo negativo y un electrolito, y al menos un electrodo seleccionado del grupo que consiste en el electrodo positivo y el electrodo negativo incluye la película de electrodo.

Como electrodo positivo, por ejemplo, se puede usar una película de electrodo formada aplicando la suspensión para la película de electrodo que contiene un material activo de electrodo positivo en el colector de corriente y secando la suspensión para formar una película.

Como electrodo negativo, por ejemplo, se puede usar una película de electrodo formada aplicando la suspensión para la película de electrodo que contiene un material activo de electrodo negativo en un colector de corriente y secando la suspensión para formar una película.

El electrolito puede incluir diversos electrolitos conocidos convencionalmente donde los iones son capaces de moverse. El electrolito puede incluir, pero no se limita a, por ejemplo, LiBF_4 , LiClO_4 , LiPF_6 , LiAsF_6 , LiSbF_6 , LiCF_3SO_3 , $\text{Li}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}$, $\text{LiC}_4\text{F}_9\text{SO}_3$, $\text{Li}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_3\text{C}$, LiI , LiBr , LiCl , LiAlCl_4 , LiHF_2 , LiSCN , LiBPh_4 (donde Ph es un grupo fenilo) y similares, que contienen una sal de litio. Preferiblemente, el electrolito se disuelve en un disolvente no acuoso y se usa como una solución electrolítica.

El disolvente no acuoso no está particularmente limitado y puede ser, por ejemplo, un disolvente de carbonato tal como carbonato de etileno, carbonato de propileno, carbonato de butileno, carbonato de dimetilo, carbonato de etilmetilo y carbonato de dietilo; un disolvente de lactona tal como γ -butirolactona, γ -valerolactona y lactona γ -octanoica; un disolvente de glima tal como tetrahidrofurano, 2-metiltetrahidrofurano, 1,3-dioxolano, 4-metil-1,3-dioxolano, 1,2-metoxietano, 1,2-etoxietano y 1,2-dibutoxietano; un disolvente de éster tal como formiato de metilo, acetato de metilo y propionato de metilo; un disolvente de sulfóxido tal como dimetilsulfóxido y sulfolano; y un disolvente de nitrilo tal como acetonitrilo. Estos disolventes pueden usarse independientemente o en combinación de dos o más.

La batería secundaria de electrolito no acuoso incluye preferiblemente un separador. El separador puede incluir, pero no se limita a, tela no tejida de polietileno, tela no tejida de polipropileno, tela no tejida de poliamida y tela no tejida obtenida sometiendo la tela anterior a un tratamiento hidrófilo.

La estructura de la batería secundaria de electrolito no acuoso de la presente realización no está particularmente limitada, y generalmente incluye un electrodo positivo y un electrodo negativo, y un separador según sea necesario, y la forma puede ser una forma de papel, una forma cilíndrica, una forma de botón, una forma laminada y similares correspondientes al propósito previsto.

Ejemplos

En lo sucesivo, la presente invención se describe más específicamente con referencia a los ejemplos. La presente invención no se limita a los siguientes ejemplos siempre que esté dentro del espíritu de la presente invención. Además, a menos que se mencione lo contrario, "parte" representa "parte en masa" y "%" representa "% en masa". Además, en los ejemplos, "Copolímero I" puede denominarse "dispersante", y la composición que contiene el copolímero y el disolvente (por ejemplo, los Ejemplos 1-13) también puede denominarse "líquido que contiene dispersante (composición dispersante)".

<Preparación de muestra para medir el peso molecular promedio en peso (Mw)>

El copolímero se separa y se recoge del líquido que contiene dispersante (composición dispersante) que contiene el copolímero, la base y el disolvente mediante el siguiente procedimiento para obtener una muestra de medición. El líquido que contiene dispersante se vierte gota a gota en agua purificada para precipitar el copolímero, y el precipitado se recoge por filtración con un embudo Buchner. El precipitado se rocía directamente y se enjuaga con agua purificada en el embudo Buchner, y después se disuelve en tetrahidrofurano (THF) para obtener una solución. La solución obtenida se vierte gota a gota de nuevo en agua purificada, se filtra y se enjuaga con agua purificada, y el precipitado se redisuelve en THF para obtener una muestra de medición. Además, el material conductor se separa por centrifugación de la dispersión de material conductor que contiene el copolímero, la base, el disolvente y el material conductor, después el sobrenadante separado se somete a las mismas etapas anteriores y se prepara una muestra de medición.

<Medición del peso molecular promedio en peso (Mw)>

El peso molecular medio en peso (Mw) del copolímero se mide mediante un cromatógrafo de permeación en gel (GPC) equipado con un detector de RI. Se usa HLC-8320GPC (fabricado por Tosoh Corporation) como dispositivo, se conectan tres columnas de separación en serie y se usan "TSK-GEL SUPER AW-4000", "AW-3000" y "AW-2500" fabricados por Tosoh Corporation como cargas en orden. Se usa una solución de N,N-dimetilformamida de trietilamina 30 mM y LiBr 10 mM como eluyente, y la medición se realiza bajo una temperatura de horno de 40 °C y un caudal de 0,6 ml/min. La concentración de la muestra de medición se ajusta al 1 % usando un disolvente que consiste en el eluyente anterior, y se inyectan 20 microlitros de la muestra de medición. El peso molecular medio en peso es un valor equivalente de poliestireno.

<Medición de la viscosidad de la solución de copolímero y el líquido que contiene dispersante>

El copolímero se disuelve en una solución que usa NMP como disolvente y tiene una concentración del 8 %, y la solución obtenida se usa como muestra de medición de viscosidad. El líquido que contiene dispersante (composición dispersante) se diluye con NMP en una solución que tiene una concentración del 8 % para preparar una muestra de medición de viscosidad. La muestra de medición de viscosidad se establece en una mesa de muestra, y la viscosidad se mide continuamente, a una temperatura de 25 °C y una tensión de cizallamiento de 1/s a 1.000/s, usando un reómetro (reómetro rotatorio RheoStress1 fabricado por Thermo Fisher Scientific Co., Ltd.) en un cono que tiene un diámetro de 60 mm y un ángulo de 2°.

<Análisis espectroscópico infrarrojo por reflexión total atenuada>

El copolímero sólido se usa directamente para la medición. El líquido que contiene dispersante (composición dispersante) se trata con aire caliente a 100 °C durante 10 horas para secarlo suficientemente, y el copolímero sólido obtenido se usa como muestra de medición. El IR de la muestra de medición se mide usando un espectrofotómetro de infrarrojos (espectrómetro Nicolet iS5 FT-IR fabricado por Thermo Fisher Scientific Co., Ltd.).

<Medición de la velocidad de hidrogenación del copolímero>

La velocidad de hidrogenación se obtiene realizando una medición de IR con el mismo procedimiento que el análisis espectroscópico infrarrojo mediante la reflexión total atenuada. El doble enlace derivado de la unidad monomérica de dieno conjugado tiene un pico a 970 cm⁻¹, el enlace sencillo hidrogenado presenta un pico a 723 cm⁻¹ y la velocidad de hidrogenación se calcula a partir de la relación de las alturas de los dos picos.

<Medición del contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida>

Cuando la unidad estructural que contiene un grupo amida se introduce en el copolímero hidrolizando la unidad estructural que contiene un grupo nitrilo, el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida se obtiene calculando la tasa de modificación (relación molar) del grupo nitrilo mediante la fórmula $[A]/([A] + [B])$ a partir de espectro cuantitativo de ¹³C-RMN medido mediante un aparato de resonancia magnética nuclear (ADVANCE400Nanobay: fabricado por Bruker Japan Co. Ltd., usando CDCl₃ como disolvente de medición, y usando un tubo de RMN de 10 mm), y convirtiendo la tasa de modificación en la razón de composición (% en masa) en el copolímero completo. La "cantidad de grupo amida" en la tabla descrita más adelante significa "el contenido (% en masa) de la unidad estructural que contiene el grupo amida".

[A]: área del pico a un valor de desplazamiento químico de 180,5-183,5 ppm

[B]: área del pico a un valor de desplazamiento químico de 121,5-123,0 ppm

Sin embargo, la medición por ^{13}C -RMN tiene baja sensibilidad cuantitativa y, por lo tanto, el contenido no se puede detectar cuando el contenido de la unidad estructural que contiene el grupo amida es menor del 1 %. Por consiguiente, para el copolímero donde los picos son de aproximadamente 1570 cm^{-1} y aproximadamente 1650 cm^{-1} , derivado del grupo amida, puede detectarse mediante medición de IR con el mismo procedimiento que el análisis espectroscópico infrarrojo mediante reflexión total atenuada, se determina que una unidad estructural que contiene un grupo amida está contenida en el copolímero, y el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida es menor del 1 %. Además, debido a que el pico puede detectarse mediante medición de IR tal como se describió anteriormente, puede determinarse que el contenido de la unidad estructural que contiene grupo amida es del 0,3 % o más. Además, cuando la unidad estructural que contiene un grupo amida se introduce a través del procedimiento de preparación de un copolímero usando una composición monomérica que contiene el monómero que contiene un grupo amida, el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida no puede cuantificarse ni cuando el contenido es menor del 1 %, y por tanto el contenido se observa como menor del 1 %. Cuando el contenido es del 1 % o más, la relación de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo y la unidad estructural que contiene grupo amida se confirma mediante espectro cuantitativo de ^{13}C -RMN. Para el copolímero que contiene el 1 % o más de la unidad estructural que contiene grupo amida, se confirma que el contenido es el mismo que el contenido calculado a partir de la cantidad de alimentación del monómero en el momento de la síntesis.

<Medición del contenido de la unidad estructural que contiene el grupo carboxilo>

De manera similar a la medición del contenido de la unidad estructural que contiene un grupo amida, el contenido de la unidad estructural que contiene un grupo carboxilo se puede obtener generalmente a partir del espectro cuantitativo de ^{13}C -RMN medido mediante un aparato de resonancia magnética nuclear. Sin embargo, la cuantificación es difícil cuando el contenido de la unidad estructural que contiene el grupo carboxilo es menor del 1 %. Por tanto, con el mismo procedimiento que el análisis espectroscópico infrarrojo mediante la reflexión total atenuada, un pico a aproximadamente 1710 cm^{-1} derivado de la vibración de estiramiento de $\text{C}=\text{O}$ se detecta mediante medición de IR, y un pico a aproximadamente 1570 cm^{-1} derivado del grupo amida se reduce. Basándose en este hecho, se determina que una parte del grupo amida se hidroliza y se introduce un grupo carboxilo en el copolímero, y el copolímero contiene una unidad estructural que contiene un grupo carboxilo. Además, debido a que el pico puede detectarse mediante medición de IR tal como se describió anteriormente, puede determinarse que el contenido de la unidad estructural que contiene grupo carboxilo es del 0,3 % o más.

<Medición de la humedad de la mezcla>

La humedad de la mezcla se calcula usando un medidor de humedad Karl Fischer (medidor de humedad de coulometría de mesa tipo CA-200: fabricado por Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd.) para medir la muestra mediante el procedimiento de Fischer a una temperatura de $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ y un flujo de gas nitrógeno de 250 ml/min , y calcular el valor como el contenido con respecto a la masa total del copolímero, la base y el disolvente.

<Medición de la viscosidad inicial de la dispersión de material conductor>

La medición del valor de viscosidad se realiza usando un viscosímetro de tipo B ("BL" fabricado por Toki Sangyo Co., Ltd.) a una velocidad de rotación de 60 rpm del rotor del viscosímetro de tipo B inmediatamente después de que la dispersión de material conductor se agite suficientemente con una espátula a una temperatura de $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ de la dispersión de material conductor. El rotor usado para la medición es el rotor No 1 cuando el valor de viscosidad es menor que $100\text{ mPa}\cdot\text{s}$, el rotor No 2 cuando el valor de viscosidad es $100\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más y menor que $500\text{ mPa}\cdot\text{s}$, el rotor No 3 cuando el valor de viscosidad es $500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más y menor que $2.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$, y el rotor No 4 cuando el valor de viscosidad es $2.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más y menor que $10.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$. Cuanto menor sea la viscosidad, mejor será la dispersabilidad, y cuanto mayor será la viscosidad, más pobre será la dispersabilidad. Cuando la dispersión de material conductor obtenida se separa o deposita obviamente, la dispersabilidad es pobre.

Criterios de determinación

⊙: menos de $500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (excelente)

◦: $500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más y menos de $2.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (bueno)

Δ: $2.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más y menos de $10.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (aceptable)

×: $10.000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ o más, sedimentados o separados (pobres)

<Medición del módulo elástico complejo y el ángulo de fase de la dispersión del material conductor>

El módulo elástico complejo y el ángulo de fase de la dispersión de material conductor se evalúan usando un reómetro (reómetro rotatorio RheoStress1 fabricado por Thermo Fisher Scientific Co., Ltd.) en un cono que tiene un diámetro de 60 mm y un ángulo de 2° para realizar la medición de viscoelasticidad dinámica a una temperatura de $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ y una

frecuencia de 1 Hz en un intervalo de tasa de deformación del 0,01 % al 5 %. Cuanto menor sea el módulo elástico complejo obtenido, mejor será la dispersabilidad, y cuanto mayor será la elasticidad compleja obtenida, más pobre será la dispersabilidad. Además, cuanto mayor es el ángulo de fase obtenido, mejor se vuelve la dispersabilidad, y cuanto menor es el ángulo de fase obtenido, más pobre se vuelve la dispersabilidad.

5 Criterios de determinación para el módulo elástico complejo

⊙: menos de 5 Pa (excelente)

◦: 5 Pa o más y menos de 20 Pa (aceptable)

×: 20 Pa o más (pobres)

××: 100 Pa o más (extremadamente pobre)

10 Criterios de determinación para el ángulo de fase

⊙: 45° o más (excelente)

◦: 30° o más y menos de 45° (bueno)

Δ: 19° o más y menos de 30° (aceptable)

×: menos de 19° (pobre)

15 <Evaluación de la estabilidad de la dispersión del material conductor>

La estabilidad de almacenamiento se evalúa basándose en el cambio en las propiedades del líquido después de que la dispersión de material conductor se mantiene inmóvil y se almacena a 50 °C durante 7 días. El cambio en las propiedades del líquido se determina a partir de la facilidad de agitación durante la agitación con una espátula.

Criterios de determinación

20 ◦: sin problemas (bueno)

Δ: viscosidad aumentada pero no gelificada (adecuada)

×: gelificado (extremadamente pobre)

<Evaluación de la conductividad de la capa de mezcla de electrodo positivo>

25 La mezcla en suspensión para el electrodo positivo se aplica a una película de PET (espesor: 100 μm) usando un aplicador que tiene un espacio de 175 μm, se seca en un horno de aire caliente a 70 °C durante 10 minutos y a continuación se seca en el horno de aire caliente a 120 °C durante 15 minutos para obtener una película de electrodo positivo para la evaluación de la conductividad. La resistividad superficial ($\Omega/\square$) de la capa de mezcla de electrodo positivo se mide usando Lorester GP, MCP-T610 fabricado por Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd. Después de la medición, se obtiene la resistividad volumétrica ($\Omega\cdot\text{cm}$) multiplicando la resistividad superficial por el grosor de la capa de mezcla de electrodo positivo formada en la película de PET. El grosor de la capa de mezcla de electrodo positivo se obtiene usando un medidor de grosor de película (DIGIMICRO MH-15M fabricado por NIKON Co., Ltd.) para medir tres puntos en la película de electrodo positivo para obtener el valor promedio de la película de electrodo positivo, y calcular posteriormente la diferencia entre el valor promedio de la película de electrodo positivo y el grosor de película de la película de PET.

35 Criterios de determinación

⊙: la resistividad volumétrica ($\Omega\cdot\text{cm}$) de la capa de mezcla de electrodo positivo es menor que 10 (excelente)

◦: la resistividad volumétrica ($\Omega\cdot\text{cm}$) de la capa de mezcla de electrodo positivo es 10 o más y menos de 20 (buena)

×: resistividad volumétrica ($\Omega\cdot\text{cm}$) de la capa de mezcla de electrodo positivo es 20 o más (pobre)

< Observación con microscopio electrónico de barrido de la superficie de la película de electrodo positivo>

40 La superficie de la película de electrodo positivo se observa usando un microscopio electrónico de barrido (SEM), es decir, JSM-6700F fabricado por JEOL Ltd. La película de electrodo positivo obtenida por el mismo procedimiento que en la evaluación de la conductividad de la capa de mezcla de electrodo positivo se corta en un cuadrado que tiene una longitud lateral de 5 mm con una cuchilla, y posteriormente se une a una mesa de muestras usando una cinta de carbono para obtener una muestra de observación. El material conductor que es un nanomaterial es extremadamente pequeño en tamaño en comparación con las partículas del material activo de electrodo, y por lo tanto el estado de distribución de cada material puede determinarse dependiendo de la diferencia de tamaño entre los materiales.

Criterios de determinación

⊙: un estado donde la superficie es uniforme en conjunto y no tiene agregados ni irregularidades (excelente)

×: un estado donde se produce la agregación o irregularidad (deficiente)

<Evaluación de la característica de velocidad de la batería secundaria de electrolito no acuoso>

- 5 La batería secundaria de electrolito no acuoso se dispone dentro de una cámara termostática que tiene una temperatura de 25 °C, y la medición de carga/descarga se realiza usando un dispositivo de carga/descarga (SM-8 fabricado por Hokuto Denko KK). La carga de voltaje constante de corriente constante (corriente de corte: 1 mA (0,02C)) se realiza a una corriente de carga de 10 mA (0,2C) y un voltaje de fin de carga de 4,3 V. Posteriormente, la
- 10 descarga de corriente constante se realiza a una corriente de descarga de 10 mA (0,2C) y un voltaje de fin de descarga de 3 V. Después de repetir esta operación tres veces, la carga de voltaje constante de corriente constante (corriente de corte: 1 mA (0,02C)) se realiza a la corriente de carga de 10 mA (0,2C) y el voltaje de fin de carga de 4,3 V, la
- 15 descarga de corriente constante se realiza a las corrientes de descarga de 0,2C y 3C respectivamente hasta que el voltajes de fin de descarga alcanza 3,0 V, y se obtienen las capacidades de descarga. La característica de velocidad es una relación de la capacidad de descarga a 0,2C y la capacidad de descarga a 3C y puede representarse por la siguiente Fórmula 1.

(Fórmula 1)

Característica de velocidad = capacidad de descarga a 3C/ tercera capacidad de descarga a 0,2C × 100 (%)

Criterios de determinación

⊙: la característica de velocidad es del 80 % o más (excelente)

- 20 ◦: la característica de velocidad es 60 % o más y menos de 80 % (buena)

×: característica de velocidad es del 30 % o más y menos del 60 % (pobre)

××: característica de velocidad es inferior al 30 % (extremadamente pobre)

<Procedimiento para evaluar la característica de ciclo de la batería secundaria de electrolito no acuoso>

- 25 La batería secundaria de electrolito no acuoso se dispone dentro de una cámara termostática que tiene una temperatura de 25 °C, y la medición de carga/descarga se realiza usando un dispositivo de carga/descarga (SM-8 fabricado por Hokuto Denko KK). La carga de voltaje constante de corriente constante (corriente de corte: 2,5 mA (0,05C)) se realiza a una corriente de carga de 25 mA (0,5C) y un voltaje de fin de carga de 4,3 V. Posteriormente, la
- 30 descarga de corriente constante se realiza a una corriente de descarga de 25 mA (0,5C) y un voltaje de fin de descarga de 3 V. Esta operación se repite 200 veces. La característica de velocidad es una relación de la tercera capacidad de descarga a 0,5C y la 200ª capacidad de descarga a 0,5C a 25 °C y puede representarse por la siguiente Fórmula 2.

(Fórmula 2)

Característica de velocidad = capacidad de descarga a 3C/ tercera capacidad de descarga a 0,2C × 100 (%)

Criterios de determinación

⊙: la característica del ciclo es del 85 % o más (excelente)

- 35 ◦: la característica del ciclo es 80 % o más y menos de 85 % (buena)

×: característica del ciclo es del 60 % o más y menos del 80 % (pobre)

××: la característica del ciclo es inferior al 60 % (extremadamente pobre)

A continuación, los Ejemplos 1-15, 2-15, 3-15 y 5-15 no son según la invención.

<Ejemplo de síntesis 1 Producción del copolímero 1>

- 40 Se añaden 30 partes de acrilonitrilo, 70 partes de 1,3-butadieno, 3 partes de oleato potásico, 0,3 partes de azobisisobutironitrilo, 0,6 partes de t-dodecilmercaptano y 200 partes de agua de intercambio iónico a un reactor de polimerización de acero inoxidable. La polimerización se realiza a 45 °C durante 20 horas mientras se agita en una atmósfera de nitrógeno y se completa a una tasa de conversión del 90 %. El monómero sin reaccionar se elimina
- 45 mediante separación a presión reducida, y se obtiene un látex de caucho de acrilonitrilo-dieno conjugado que tiene una concentración de contenido de sólidos de aproximadamente el 30 %. Posteriormente, se añade agua de intercambio iónico al látex para ajustar la concentración total del contenido sólido al 12 %, la mezcla se pone en una autoclave que tiene un volumen de 1 l y está equipado con un agitador, y se hace fluir gas nitrógeno durante 10 minutos

para eliminar el oxígeno disuelto en el contenido. Se disuelven 75 mg de acetato de paladio como catalizador de hidrogenación en 180 ml de agua de intercambio iónico que contiene 4 veces la cantidad molar de ácido nítrico con respecto al paladio, y la solución de catalizador preparada se añade a la autoclave. Después de sustituir el interior de la autoclave dos veces con gas hidrógeno, el contenido de la autoclave se calienta a 50 °C mientras se presuriza con gas hidrógeno a 3 MPa, y la reacción de hidrogenación se realiza durante 6 horas. Posteriormente, después de que el contenido se devuelve a temperatura ambiente y el interior de la autoclave se convierte en una atmósfera de nitrógeno, el contenido sólido se seca para recoger el Copolímero 1. La tasa de hidrogenación del Copolímero 1 es 99,5 % y el peso molecular medio ponderado (Mw) es 200.000. En el caucho de acrilonitrilo-dieno conjugado, el contenido de la unidad monomérica de dieno conjugado es del 70 % y el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es del 30 % basado en la masa del caucho de acrilonitrilo-dieno conjugado. Además, en el Copolímero 1, el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene la unidad estructural de alquileo es del 70 % y el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es del 30 % basado en la masa del Copolímero 1. El contenido de las unidades monoméricas y el contenido de las unidades estructurales se obtienen a partir de la cantidad del monómero que se usa (lo mismo se aplica en lo sucesivo).

<Ejemplo 1-1 Producción del dispersante 1>

Se añaden 16 partes de NaOH y 84 partes de NMP a un recipiente de acero inoxidable 1 y se agita con un homogeneizador durante 1 hora para preparar una suspensión de NaOH. Se añaden 9 partes del copolímero 1 obtenido en el ejemplo de síntesis 1 y 91 partes de NMP a un recipiente de acero inoxidable 2 y se agitan con un homogeneizador durante 1 hora para preparar una disolución de copolímero 1. Posteriormente, la suspensión de NaOH y la solución del Copolímero 1 se ponen en un recipiente de acero inoxidable 3, se añade además NMP para ajustar la concentración de modo que el NaOH y el Copolímero 1 tengan la composición mostrada en la Tabla 1, y se obtiene una mezcla. La humedad de la mezcla es del 0,1 %. La mezcla se agita con un homogeneizador durante 2 horas para modificar una parte del grupo nitrilo del copolímero 1 en un grupo amida, y se obtiene un líquido que contiene dispersante 1 (composición dispersante) que contiene el copolímero que es el dispersante 1 (en el ejemplo, el copolímero modificado 1 puede denominarse "dispersante 1"), NMP y NaOH. El contenido y el peso molecular promedio en peso (Mw) de la unidad estructural que contiene grupo amida del dispersante 1 son como se muestran en la tabla 1. En el dispersante 1, basado en la masa del dispersante 1, el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene la unidad estructural de alquileo es del 70 %, el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es de más del 29 % y menos del 30 %, y el contenido de la unidad estructural que contiene grupo amida es de menos del 1 %. Los contenidos de estas unidades estructurales se obtienen usando la cantidad del monómero que se usa, medición de RMN (resonancia magnética nuclear) y/o IR (espectroscopía infrarroja) (lo mismo se aplica en lo sucesivo).

<Ejemplo de síntesis 2 Producción del copolímero 2>

El copolímero 2 se obtiene de la misma manera que en el Ejemplo de síntesis 1, excepto que el monómero usado se cambia a 20 partes de acrilonitrilo, 40 partes de 1,3-butadieno y 40 partes de 2-metil-1,3-butadieno. La tasa de hidrogenación del Copolímero 2 es 99,0 % y el peso molecular medio en peso (Mw) es 300.000. En el copolímero 2, el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene la unidad estructural de alquileo es del 80 % y el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es del 20 % basado en la masa del copolímero 2.

<Ejemplo 1-2 Producción del dispersante 2>

Se obtiene un líquido que contiene dispersante 2 de la misma manera que en el ejemplo 1-1, excepto que el copolímero usado se cambia a copolímero 2. La humedad de la mezcla de la suspensión de NaOH y la solución que contiene el copolímero 2 es del 1,0 %. El contenido y el peso molecular promedio en peso (Mw) de la unidad estructural que contiene grupo amida del dispersante 2 son como se muestran en la tabla 1. En el dispersante 2, basado en la masa del dispersante 2, el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene la unidad estructural de alquileo es del 80 %, el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es de más del 19 % y menos del 20 %, y el contenido de la unidad estructural que contiene grupo amida es de menos del 1 %.

Además, las abreviaturas en las columnas de monómero y base en la Tabla 1 y la Tabla 2 descritas más adelante se refieren a lo siguiente.

BD: 1,3-butadieno

MBD: 2-metil-1,3-butadieno

AN: acrilonitrilo

AAM: acrilamida

MAAM: metacrilamida

DMAAM: N,N-dimetilacrilamida

AA: ácido acrílico

Colina: hidróxido de trimetil-2-hidroxietilamonio

TMAH: hidróxido de tetrametilamonio

<Ejemplos 1-3 a 1-8 Producción de los dispersantes 3 a 8>

- 5 Los líquidos que contienen los dispersantes 3 a 8 se obtienen respectivamente de la misma manera que en el ejemplo 1-1, excepto que el tipo y/o la cantidad de la base usada se cambian según la tabla 1. El contenido y el peso molecular medio en peso (Mw) de la unidad estructural que contiene el grupo amida de cada dispersante son como se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplos 1-9 Producción del dispersante 9>

- 10 Se añaden H-NBR1 (H-NBR (caucho de acrilonitrilo-butadieno hidrogenado) Therban(R) 3406 fabricado por LANXESS Co., Ltd., contenido de acrilonitrilo: 34 %), NaOH y NMP a una botella de vidrio (M-225, fabricada por Kashiwa Glass Co., Ltd.) según la tabla 1, y se usan perlas de zirconia (diámetro de perla: 0,5 mmφ) como medio y se mezclan con un acondicionador de pintura para modificar una parte del grupo nitrilo en un grupo amida para obtener un líquido que contiene dispersante 9. El contenido y el peso molecular medio en peso (Mw) de la unidad estructural que contiene un grupo amida del dispersante 9 son como se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplos 1-10 Producción del dispersante 10>

- 20 Se añaden H-NBR2 (H-NBR (caucho de acrilonitrilo-butadieno hidrogenado) Zetpole(R) 3300 fabricado por Nippon Zeon Co., Ltd., contenido de acrilonitrilo: 23,6 %), LiOH y NMP a una botella de vidrio (M-225, fabricada por Kashiwa Glass Co., Ltd.) según la tabla 1, y se usan perlas de circonia (diámetro de perla: 0,5 mmφ) como medio y se mezclan con un acondicionador de pintura para modificar una parte del grupo nitrilo en un grupo amida para obtener un líquido que contiene dispersante 10. El contenido y el peso molecular promedio en peso (Mw) de la unidad estructural que contiene grupo amida del dispersante 10 son como se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplos 1-11 Producción del dispersante 11>

- 25 El líquido que contiene el dispersante 1 preparado en el ejemplo 1-1 se gotea en agua purificada y se precipita, y el precipitado se recoge filtrando con un embudo Buchner. Posteriormente, el precipitado recogido en el embudo Buchner se rocía y se enjuaga con agua purificada, y después se disuelve en tetrahidrofurano (THF) para obtener una solución. La solución obtenida se vierte gota a gota de nuevo en agua purificada, se filtra y se lava con agua purificada, y se extrae NaOH y se retira del precipitado. El precipitado se seca con aire caliente a 60 °C para obtener el dispersante 11 del que se elimina el NaOH.

- 30 < Ejemplos 1-12 Producción del dispersante 12>

Se añade además ácido cítrico al líquido que contiene el dispersante 1 preparado en el ejemplo 1-1 en una cantidad del 5 % con respecto al dispersante 1 (copolímero 1) para modificar una parte del grupo amida en un grupo carboxilo. La presencia de grupos carboxilo se confirma mediante un análisis espectroscópico infrarrojo por reflexión total atenuada. Se determina que el dispersante 12 incluye una unidad estructural que contiene un grupo carboxilo.

- 35 <Ejemplos 1-13 Producción del dispersante 13>

- 40 Se añaden a un reactor de polimerización 34,5 partes de acero inoxidable, 65 partes de 1,3-butadieno, 0,5 partes de acrilamida, 3 partes de oleato potásico, 0,3 partes de azobisisobutironitrilo, 0,6 partes de t-dodecilmercaptano y 200 partes de agua de intercambio iónico. La polimerización se realiza a 45 °C durante 20 horas mientras se agita en una atmósfera de nitrógeno y se completa a una tasa de conversión del 90 %. El monómero sin reaccionar se elimina mediante separación a presión reducida, y se obtiene un látex de caucho de acrilonitrilo-dieno conjugado que contiene un grupo amida que tiene una concentración de contenido de sólidos de aproximadamente el 30 %. Posteriormente, se añade agua de intercambio iónico al látex para ajustar la concentración total del contenido sólido al 12 %, la mezcla se añade a una autoclave que tiene un volumen de 1 l y está equipado con un agitador, y se hace fluir gas nitrógeno durante 10 minutos para eliminar el oxígeno disuelto en el contenido. Se disuelven 75 mg de acetato de paladio como catalizador de hidrogenación en 180 ml de agua de intercambio iónico que contiene 4 veces la cantidad molar de ácido nítrico con respecto al paladio, y la solución de catalizador preparada se añade a la autoclave. Después de sustituir el interior de la autoclave dos veces con gas hidrógeno, el contenido de la autoclave se calienta a 50 °C mientras se presuriza con gas hidrógeno a 3 MPa, y la reacción de hidrogenación se realiza durante 6 horas. Posteriormente, después de que el contenido se devuelve a temperatura ambiente y el interior de la autoclave se convierte en una atmósfera de nitrógeno, el contenido sólido se seca para recoger el dispersante 13. La tasa de hidrogenación del dispersante 13 es 99,5 % y el peso molecular medio en peso (Mw) es 200.000. En el copolímero 13 (dispersante 13), basado en la masa del copolímero 13, el contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático que contiene la unidad estructural de alquileo es del 65 %, el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo nitrilo es del 34,5 % y el contenido de la unidad monomérica que contiene grupo amida es del 0,5 %.

<Ejemplos 1-14 a 1-16 Producción de dispersantes 14 a 16>

Los dispersantes 14 a 16 se obtienen de la misma manera que en el Ejemplo 1-13 excepto que el monómero usado y la composición del mismo se cambian según la Tabla 1. La tasa de hidrogenación es 98,5 %, 98,0 % y 99,5 %, respectivamente.

- 5 La FIG. 1 muestra los espectros IR del Copolímero 1, el Dispersante 1 y el Dispersante 3. Comparando los espectros de IR del copolímero 1, el dispersante 1 y el dispersante 3, se puede confirmar que el dispersante 3 tiene picos agudos derivados de grupos amida a aproximadamente 1570 cm^{-1} y aproximadamente 1650 cm^{-1} y el dispersante 1 también tiene picos derivados de grupos amida, aunque la intensidad es baja. Por otro lado, el Copolímero 1 no tiene grupo amida y, por lo tanto, no existe pico. El pico aparece a aproximadamente 1690 cm^{-1} en la proximidad se deriva del
- 10 disolvente NMP. Por consiguiente, se confirma que el grupo amida se introduce definitivamente en el Dispersante 1 y el Dispersante 3. Se determina que el Dispersante 1 y el Dispersante 3 contienen una unidad estructural que contiene un grupo amida. Además, los otros dispersantes se confirman de la misma manera.

- La FIG. 2 muestra espectros de ^{13}C -RMN del Dispersante 1 y del Dispersante 3. El contenido de la unidad estructural que contiene grupo amida y dispersante 3 calculado a partir del espectro de ^{13}C -RMN es menor que 1 % para el
- 15 Dispersante 1 y 3,0 % para el Dispersante 3.

[Tabla 1]

		Copolímero modificado	Monómero							Tipo base	Cantidad de base relativa al copolímero [%]	Cantidad de grupo amida [%]	Peso molecular medio ponderado (Mw)
			BD	MBD	AN	AAm	MAAm	DMAAm	AA				
Ejemplo 1-1	Dispersante 1	Copolímero 1	70		30					NaOH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-2	Dispersante 2	Copolímero 2	40	40	20					NaOH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-3	Dispersante 3	Copolímero 1	70		30					NaOH	20	3	15.000
Ejemplo 1-4	Dispersante 4	Copolímero 1	70		30					LiOH	5	<1	30.000
Ejemplo 1-5	Dispersante 5	Copolímero 1	70		30					KOH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-6	Dispersante 6	Copolímero 1	70		30					Mg(OH) ₂	5	<1	100.000
Ejemplo 1-7	Dispersante 7	Copolímero 1	70		30					Colina	5	<1	60.000
Ejemplo 1-8	Dispersante 8	Copolímero 1	70		30					TMAH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-9	Dispersante 9	H-NBR1								NaOH	5	<1	50.000
Ejemplo 1-10	Dispersante 10	H-NBR2								NaOH	5	<1	20.000
Ejemplo 1-11	Dispersante 11	Copolímero 1	70		30					NaOH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-12	Dispersante 12	Copolímero 1	70		30					NaOH	5	<1	40.000
Ejemplo 1-13	Dispersante 13	-			34,5	0,5						<1	200.000

Ejemplo 1-14	Dispersante 14	-		32		3					3	100.000
Ejemplo 1-15	Dispersante 15	-		27			8				8	300.000
Ejemplo 1-16	Dispersante 16	-		34,2	0,5			0,3			<1	200.000

El peso molecular medio en peso de los dispersantes 1 a 10 medido por cromatografía de permeación en gel (GPC) es 0,05-0,6 veces en relación con el del copolímero antes de introducir el grupo amida. Además, la viscosidad de cada líquido que contiene dispersante (composición dispersante) a una tensión de cizallamiento de 1.000/s es 0,05-0,6 veces con respecto a la viscosidad de la solución de copolímero antes de introducir el grupo amida. Aunque los detalles no están claros, se especula que debido a que el grupo amida puede formar un enlace de hidrógeno fuerte, se forma una estructura reticulada por el enlace de hidrógeno en la molécula, y por lo tanto el peso molecular aparente (peso molecular medido en las condiciones mostradas en el ejemplo) se ha hecho más pequeño. La razón de la disminución significativa en la viscosidad del líquido que contiene dispersante se considera que es la misma.

Además, la mezcla de la base y el copolímero no se limita al orden y al procedimiento descritos en los ejemplos. Cuando la base se dispersa (o disuelve) en el disolvente por adelantado y después se añade a la disolución de copolímero, la eficacia de contacto entre la base y el copolímero es alta, y por tanto la hidrólisis procede fácilmente. También es eficaz para estabilizar el control de calidad y acortar el tiempo de producción.

<Producción de dispersión de material conductor>

< Ejemplos 2-1 a 2-18>

Según la composición y el tiempo de dispersión mostrados en la Tabla 2, se añade un líquido que contiene dispersante que contiene un dispersante, NMP y una base a una botella de vidrio (M-225, fabricada por Kashiwa Glass Co., Ltd.), o se añade un dispersante, y se añade además NMP para ajustar la concentración, después se añade el material conductor mostrado en la Tabla 2, y se usan perlas de circonia (diámetro de perla: 1,25 mmφ) como medio y se dispersan mediante un acondicionador de pintura para obtener las dispersiones de material conductor (Dispersiones 1 a 18). Se añade NMP de manera que la cantidad total de todos los componentes contenidos en la dispersión de material conductor sea de 100 partes (en el Ejemplo 2-1, se añaden 97,2 partes de NMP).

<Ejemplos comparativos 2-1 a 2-5>

Según la composición y el tiempo de dispersión mostrados en la Tabla 2, se añaden un dispersante y un aditivo (aminoetanol o NaOH) según se requiera a una botella de vidrio (M-225, fabricada por Kashiwa Glass Co., Ltd.), se añade y se mezcla adicionalmente NMP, después se añade un material conductor 8S y se usan perlas de circonia (diámetro de perla: 1,25 mmφ) como medio y se dispersan mediante un acondicionador de pintura para obtener dispersiones de material conductor (Dispersiones comparativas 1 a 5).

Además, las abreviaturas mostradas en la Tabla 2 se refieren a lo siguiente.

- 8S: JEOTUBE8S (fabricado por JEIO Co., Ltd., NTC de paredes múltiples, diámetro externo: 6-9 nm)
- 100T: K-Nanos 100T (fabricado por Kumho Petrochemical Co., Ltd., NTC de paredes múltiples, diámetro externo: 10 a 15 nm)
- HS-100: Denka Black HS-100 (fabricado por Denka Co., Ltd., negro de acetileno, diámetro medio de partícula primaria: 48 nm, área superficial específica: 39 m²/g)
- PVP: Polivinilpirrolidona K-30 (fabricada por Nippon Shokubai Co., Ltd., contenido sólido: 100 %)
- PVA: Kuraray POVAL PVA403 (fabricado por Kuraray Co., Ltd., contenido de sólidos: 100 %)

[Tabla 2]

Ejemplo comparativo	Dispersión de material conductor	Material conductor	Dispersante	Base u otros aditivos	Tiempo de dispersión
---------------------	----------------------------------	--------------------	-------------	-----------------------	----------------------

ES 3 000 107 T3

		Tipo	Cantidad de adición (parte)	Tipo	Cantidad de adición (parte)	Tipo	Cantidad de adición (parte)	(hora)
Ejemplo 2-1	Dispersión 1	8S	2	Dispersante 1	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo 2-2	Dispersión 2	8S	2	Dispersante 2	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo 2-3	Dispersión 3	8S	2	Dispersante 3	0,8	NaOH	0,2	8
Ejemplo 2-4	Dispersión 4	8S	2	Dispersante 4	0,8	LiOH	0,04	8
Ejemplo 2-5	Dispersión 5	8S	2	Dispersante 5	0,8	KOH	0,04	8
Ejemplo 2-6	Dispersión 6	8S	2	Dispersante 6	0,8	Mg(OH) ₂	0,04	8
Ejemplo 2-7	Dispersión 7	8S	2	Dispersante 7	0,8	Colina	0,04	8
Ejemplo 2-8	Dispersión 8	8S	2	Dispersante 8	0,8	TMAH	0,04	8
Ejemplo 2-9	Dispersión 9	8S	2	Dispersante 9	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo 2-10	Dispersión 10	8S	2	Dispersante 10	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo 2-11	Dispersión 11	8S	2	Dispersante 11	0,8	-	-	8
Ejemplo 2-12	Dispersión 12	8S	2	Dispersante 12	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo 2-13	Dispersión 13	8S	2	Dispersante 13	0,8	-	-	8
Ejemplo 2-14	Dispersión 14	8S	2	Dispersante 14	0,8	-	-	8
Ejemplo 2-15	Dispersión 15	8S	2	Dispersante 15	0,8	-	-	8
Ejemplo 2-16	Dispersión 16	8S	2	Dispersante 16	0,8	-	-	8
Ejemplo 2-17	Dispersión 17	100T	3	Dispersante 1	0,6	NaOH	0,03	3
Ejemplo 2-18	Dispersión 18	HS-100	20	Dispersante 1	0,6	NaOH	0,03	1
Ejemplo comparativo 2-1	Dispersión comparativa 1	8S	2	H-NBR1	0,8	-	-	8
Ejemplo comparativo 2-2	Dispersión comparativa 2	8S	2	H-NBR1	0,8	Aminoetanol	0,4	8

Ejemplo comparativo 2-3	Dispersión comparativa 3	8S	2	PVP	0,8	NaOH	0,04	8
Ejemplo comparativo 2-4	Dispersión comparativa 4	8S	2	PVP	0,8	-	-	8
Ejemplo comparativo 2-5	Dispersión comparativa 5	8S	2	PVA	0,8	NaOH	0,04	8

Como se muestra en la Tabla 3, cada dispersión de material conductor de los ejemplos (Dispersiones 1 a 18) tiene baja viscosidad y buena estabilidad al almacenamiento. Las Dispersiones Comparativas 3 a 5 también tienen baja viscosidad y una estabilidad al almacenamiento relativamente buena, mientras que las Dispersiones Comparativas 1 y 2 tienen alta viscosidad y mala estabilidad al almacenamiento. De manera similar, el módulo elástico complejo y el ángulo de fase de cada una de las Dispersiones 1 a 18 son buenos, y el módulo elástico complejo y el ángulo de fase de las Dispersiones Comparativas 3 a 5 son relativamente buenos. Sin embargo, el módulo elástico complejo y el ángulo de fase de las dispersiones comparativas 1 y 2 son pobres. En particular, el módulo elástico complejo de la Dispersión Comparativa 1 es de aproximadamente 300 Pa, lo que es extremadamente malo.

[Tabla 3]

Ejemplo comparativo	Dispersión de material conductor	Viscosidad inicial	Estabilidad	Módulo elástico complejo (Pa)	Ángulo de fase (°)
Ejemplo 2-1	Dispersión 1	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-2	Dispersión 2	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-3	Dispersión 3	○	○	○	○
Ejemplo 2-4	Dispersión 4	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-5	Dispersión 5	○	○	○	○
Ejemplo 2-6	Dispersión 6	○	○	○	○
Ejemplo 2-7	Dispersión 7	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-8	Dispersión 8	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-9	Dispersión 9	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-10	Dispersión 10	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-11	Dispersión 11	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-12	Dispersión 12	○	○	○	○
Ejemplo 2-13	Dispersión 13	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-14	Dispersión 14	○	○	○	○
Ejemplo 2-15	Dispersión 15	○	○	○	○

Ejemplo 2-16	Dispersión 16	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-17	Dispersión 17	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo 2-18	Dispersión 18	⊙	○	⊙	⊙
Ejemplo comparativo 2-1	Dispersión comparativa 1	×	×	×	×
Ejemplo comparativo 2-2	Dispersión comparativa 2	×	×	×	×
Ejemplo comparativo 2-3	Dispersión comparativa 3	Δ	○	○	Δ
Ejemplo comparativo 2-4	Dispersión comparativa 4	Δ	○	○	Δ
Ejemplo comparativo 2-5	Dispersión comparativa 5	Δ	○	○	Δ

Se considera que el dispersante (Copolímero I) del ejemplo tiene capacidad de adsorción mejorada al material conductor introduciendo el grupo amida, y se supone que puede producirse fácilmente una dispersión de material conductor que tiene buena dispersabilidad.

5 <Producción de suspensión de mezcla para electrodo positivo y película de electrodo positivo>

<Ejemplo 3-1>

Según la composición mostrada en la Tabla 4, una dispersión de material conductor (Dispersión 1) y un 8 % en masa de NMP que tiene PVDF disuelto en la misma se añaden a un recipiente de plástico que tiene un volumen de 150 ml, y después la mezcla se agita con un mezclador de rotación y revolución (Awateri Rentaro fabricado por Thinky Co., Ltd., ARE-310) a 2.000 rpm durante 30 segundos para obtener una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante. Posteriormente, se añade NMC como material activo de electrodo, y la mezcla se agita con el mezclador de rotación y revolución a 2.000 rpm durante 20 minutos. A continuación, se añade NMP y la mezcla se agita con el mezclador de rotación y revolución a 2.000 rpm durante 30 segundos para obtener una suspensión de mezcla para el electrodo positivo. El contenido de sólidos de la suspensión de mezcla para el electrodo positivo es del 75 % en masa.

La mezcla en suspensión para el electrodo positivo se recubre sobre una lámina de aluminio que funciona como colector de corriente y que tiene un espesor de 20 μm usando un aplicador, y se seca en un horno eléctrico a 120 °C ± 5 °C durante 25 minutos y se ajusta de modo que el peso base por unidad de área del electrodo sea de 20 mg/cm². Además, se realiza un tratamiento de laminación con una prensa de rodillos (fabricada por Thank-Metal Co., Ltd., prensa de rodillos de tipo hidráulico 3t), y una película de electrodo positivo 1a donde la densidad de la capa de mezcla de electrodo positivo es de 3,1 g/cm³ se produce.

< Ejemplos 3-2 a 3-18 Ejemplos comparativos 3-1 a 3-5>

Las películas de electrodo positivo 2a a 18a y las películas de electrodo positivo comparativas 1a a 5a se producen de la misma manera que en el Ejemplo 3-1, excepto que se cambia el tipo de dispersión de material conductor.

25 < Ejemplos 4-1, 4-2, Ejemplos comparativos 4-1 a 4-3>

Como se muestra en la Tabla 4, las películas de electrodo positivo 1b, 2b y las películas de electrodo positivo comparativas 1b a 3b se producen de la misma manera que en los Ejemplos 3-1, 3-13 y los Ejemplos comparativos 3-1 a 3-3, excepto que el material activo de electrodo se cambia a NCA.

Además, las abreviaturas mostradas en la Tabla 4 se refieren a lo siguiente.

- 30 • NMC: NCM523 (fabricado por Nippon Chemical Industry Co., Ltd., composición: $\text{LiNi}_{0.5}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.3}\text{O}_2$, contenido de sólidos: 100 %)

ES 3 000 107 T3

- NCA: HED (marca registrada) NAT-7050 (fabricado por BASF Toda Battery Materials LLC, composición: $\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05}\text{O}_2$), contenido de sólidos: 100 %
- PVDF: fluoruro de polivinilideno (Solef#5130 (fabricado por Solvey Co., Ltd.), contenido de sólidos: 100 %)

[Tabla 4]

Ejemplo comparativo	Dispersión de material conductor	Material activo de electrodo positivo		Material conductor		Dispersante		PVDF
		Tipo	Cantidad de adición (parte)	Tipo	Cantidad de adición (parte)	Tipo	Cantidad de adición (parte)	Cantidad de adición (parte)
Ejemplo 3-1	Dispersión 1	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 1	0,12	1,5
Ejemplo 3-2	Dispersión 2	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 2	0,12	1,5
Ejemplo 3-3	Dispersión 3	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 3	0,12	1,5
Ejemplo 3-4	Dispersión 4	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 4	0,12	1,5
Ejemplo 3-5	Dispersión 5	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 5	0,12	1,5
Ejemplo 3-6	Dispersión 6	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 6	0,12	1,5
Ejemplo 3-7	Dispersión 7	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 7	0,12	1,5
Ejemplo 3-8	Dispersión 8	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 8	0,12	1,5
Ejemplo 3-9	Dispersión 9	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 9	0,12	1,5
Ejemplo 3-10	Dispersión 10	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 10	0,12	1,5
Ejemplo 3-11	Dispersión 11	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 11	0,12	1,5
Ejemplo 3-12	Dispersión 12	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 12	0,12	1,5
Ejemplo 3-13	Dispersión 13	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 13	0,12	1,5
Ejemplo 3-14	Dispersión 14	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 14	0,12	1,5
Ejemplo 3-15	Dispersión 15	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 15	0,12	1,5
Ejemplo 3-16	Dispersión 16	NMC	98,1	8S	0,30	Dispersante 16	0,12	1,5

Ejemplo 3-17	Dispersión 17	NMC	97,9	100T	0,50	Dispersante 1	0,10	1,5
Ejemplo 3-18	Dispersión 18	NMC	95,4	HS- 100	300	Dispersante 1	0,09	1,5
Ejemplo comparativo 3- 1	Dispersión comparativa 1	NMC	98,1	8S	0,30	H-NBR1	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 3- 2	Dispersión comparativa 2	NMC	98,0	8S	0,30	H-NBR1	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 3- 3	Dispersión comparativa 3	NMC	98,1	8S	0,30	PVP	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 3- 4	Dispersión comparativa 4	NMC	98,1	8S	0,30	PVP	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 3- 5	Dispersión comparativa 5	NMC	98,1	8S	0,30	PVA	0,12	1,5
Ejemplo 4-1	Dispersión 1	NCA	98,1	8S	0,30	Dispersante 1	0,12	1,5
Ejemplo 4-2	Dispersión 13	NCA	98,1	8S	0,30	Dispersante 13	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 4- 1	Dispersión comparativa 1	NCA	98,1	8S	0,30	H-NBR1	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 4- 2	Dispersión comparativa 2	NCA	98,0	8S	0,30	H-NBR1	0,12	1,5
Ejemplo comparativo 4- 3	Dispersión comparativa 3	NCA	98,1	8S	0,30	PVP	0,12	1,5

Las FIGS. 3 y 4 muestran fotografías SEM de la película de electrodo positivo 1a, y las FIGS.5 a 7 muestran fotografías SEM de la película de electrodo positivo comparativa 3a. Las partículas esféricas de varios micrómetros son los materiales activos del electrodo positivo, y los materiales fibrosos diminutos son NTC. En la película de electrodo positivo 1a, los NTC no se agregan independientemente (FIG. 3), y muchos NTC se unen a la superficie de las partículas de material activo de electrodo positivo (FIG. 4). Por otro lado, en la película de electrodo positivo comparativa 3a, se confirma que los NTC se agregan independientemente en los huecos entre las partículas de material activo de electrodo positivo en una pluralidad de ubicaciones (FIGS.5 y 6), y casi no se adhiere NTC a la superficie de las partículas de material activo de electrodo positivo (FIG. 7).

La Tabla 5 muestra los resultados de la evaluación de los electrodos. En la Tabla 5, la película de electrodo positivo que tiene un resultado de evaluación de ⊙ mediante observación SEM está en el mismo estado que la película de electrodo positivo 1a, y la película de electrodo positivo comparativa que tiene un resultado de evaluación de × está en el mismo estado que la película de electrodo positivo comparativa 3a.

Una comparación entre las resistencias y los resultados obtenidos por observación SEM mostrada en la Tabla 5 muestra que la correlación es muy alta. Es decir, se considera que la película de electrodo positivo del ejemplo tiene buena robustez y, por consiguiente, los NTC pueden formar eficientemente una red conductora, mientras que la película de electrodo positivo del ejemplo comparativo tiene poca robustez y, por consiguiente, la red conductora no puede formarse y la resistencia se deteriora.

Los inventores consideran la diferencia en robustez como sigue. Se considera que los dispersantes usados en los Ejemplos Comparativos 3-3 a 3-5 se adsorben bien y funcionan no solo sobre el material conductor sino también sobre el material activo del electrodo positivo, por lo tanto, el material activo del electrodo positivo que ocupa la mayor parte de la suspensión de mezcla se priva del dispersante y no se puede mantener un estado de dispersión estable. Además, en los ejemplos comparativos 4-1 a 4-3, es particularmente obvia la escasa robustez. Se considera que la razón es que en el caso de un material activo de electrodo positivo que tiene una alta relación de níquel, la superficie de las partículas de material activo de electrodo positivo tiene una alta alcalinidad, lo que afecta en gran medida al mantenimiento de un estado de dispersión estable. Puede confirmarse que los materiales activos de electrodo positivo que tienen una alta relación de níquel se están convirtiendo en una tendencia debido a las expectativas de mayor rendimiento y/o mayor capacidad en los últimos años, y los materiales activos de electrodo negativo a base de silicio, especialmente los materiales activos de electrodo negativo a base de silicio dopado con litio, que están atrayendo atención por la misma razón, tienen la misma tendencia.

En los ejemplos, se especula que la adsorptividad del dispersante se incrementa al contener un grupo amida, y se obtiene una dispersión de material conductor que tiene buena dispersabilidad. También se especula que se introduce una estructura reticulada en el copolímero que es un dispersante al contener un grupo amida. Se considera que el dispersante usado en los ejemplos tiene una mayor adsorptividad al material conductor y las partículas de material activo de electrodo en comparación con el caucho de nitrilo común, y tiene una alta capacidad para dispersar el material conductor y las partículas de material activo de electrodo. Además, el dispersante tiene una estructura reticulada que permite que el dispersante se adsorba tridimensionalmente sobre los materiales conductores, logrando así tanto dispersabilidad como robustez.

Además, el dispersante usado en el ejemplo es un copolímero preparado por un copolímero que tiene una unidad monomérica de dieno conjugado. Se sabe generalmente que un copolímero que tiene una unidad monomérica de dieno conjugado tiene una estructura molecular de tipo red. Se especula que una unidad estructural que incluye un punto de ramificación se introduce como parte de la unidad monomérica de dieno conjugado en el copolímero, que es el dispersante usado en el ejemplo, y el copolímero tiene una estructura molecular similar a una red. Se considera que también se puede lograr excelente dispersabilidad y robustez mediante la estructura molecular de tipo red.

Por otro lado, los dispersantes de los ejemplos comparativos 2-1 a 2-2 (ejemplos comparativos 4-1 a 4-2) que también tienen una estructura molecular similar a una red tienen poca dispersabilidad, por lo tanto, la dispersabilidad es pobre cuando los dispersantes se usan como dispersión de material conductor, y no se puede formar una buena red conductora en el electrodo. Además, se ha encontrado que cuanto más fuerte es la tensión de cizallamiento aplicada en un procedimiento de mezcla, y cuanto más largo es el tiempo de mezcla, más probable es que ocurra el fallo de robustez cuando se usa el dispersante del ejemplo comparativo. Se considera que la razón es que cuando la tensión de cizallamiento aplicada es más fuerte y el tiempo de mezcla es más largo, las partículas de material activo de electrodo se privan del dispersante, o se produce el entrelazamiento entre los materiales conductores, y los materiales conductores se agregan entre sí.

[Tabla 5]

Ejemplo comparativo	Electrodo positivo	Resistencia	SEM	Ejemplo comparativo	Batería	Característica de la tasa de transmisión	Característica de ciclo
Ejemplo 3-1	Electrodo positivo 1a	⊙	⊙	Ejemplo 5-1	Batería 1a	⊙	⊙
Ejemplo 3-2	Electrodo positivo 2a	⊙	⊙	Ejemplo 5-2	Batería 2a	⊙	⊙
Ejemplo 3-3	Electrodo positivo 3a	⊙	⊙	Ejemplo 5-3	Batería 3a	⊙	⊙
Ejemplo 3-4	Electrodo positivo 4a	⊙	⊙	Ejemplo 5-4	Batería 4a	⊙	⊙
Ejemplo 3-5	Electrodo positivo 5a	⊙	⊙	Ejemplo 5-5	Batería 5a	⊙	⊙
Ejemplo 3-6	Electrodo positivo 6a	○	⊙	Ejemplo 5-6	Batería 6a	○	⊙
Ejemplo 3-7	Electrodo positivo 7a	○	⊙	Ejemplo 5-7	Batería 7a	○	⊙

ES 3 000 107 T3

Ejemplo 3-8	Electrodo positivo 8a	⊙	⊙	Ejemplo 5-8	Batería 8a	⊙	⊙
Ejemplo 3-9	Electrodo positivo 9a	⊙	⊙	Ejemplo 5-9	Batería 9a	⊙	⊙
Ejemplo 3-10	Electrodo positivo 10a	⊙	⊙	Ejemplo 5-10	Batería 10a	⊙	⊙
Ejemplo 3-11	Electrodo positivo 11a	⊙	⊙	Ejemplo 5-11	Batería 11a	⊙	⊙
Ejemplo 3-12	Electrodo positivo 12a	○	⊙	Ejemplo 5-12	Batería 12a	○	⊙
Ejemplo 3-13	Electrodo positivo 13a	⊙	⊙	Ejemplo 5-13	Batería 13a	⊙	⊙
Ejemplo 3-14	Electrodo positivo 14a	⊙	⊙	Ejemplo 5-14	Batería 14a	⊙	⊙
Ejemplo 3-15	Electrodo positivo 15a	○	⊙	Ejemplo 5-15	Batería 15a	○	⊙
Ejemplo 3-16	Electrodo positivo 16a	○	⊙	Ejemplo 5-16	Batería 16a	○	⊙
Ejemplo 3-17	Electrodo positivo 17a	⊙	⊙	Ejemplo 5-17	Batería 17a	⊙	⊙
Ejemplo 3-18	Electrodo positivo 18a	⊙	⊙	Ejemplo 5-18	Batería 18a	⊙	⊙
Ejemplo comparativo 3-1	Electrodo positivo comparativo 1a	x	x	Ejemplo comparativo 5-1	Batería comparativa 1a	x	x
Ejemplo comparativo 3-2	Electrodo positivo comparativo 2a	x	x	Ejemplo comparativo 5-2	Batería comparativa 2a	x	x
Ejemplo comparativo 3-3	Electrodo positivo comparativo 3a	x	x	Ejemplo comparativo 5-3	Batería comparativa 3a	x	x
Ejemplo comparativo 3-4	Electrodo positivo comparativo 4a	x	x	Ejemplo comparativo 5-4	Batería comparativa 4a	x	x
Ejemplo comparativo 3-5	Electrodo positivo comparativo 5a	x	x	Ejemplo comparativo 5-5	Batería comparativa 5a	x	x
Ejemplo 4-1	Electrodo positivo 1b	⊙	⊙	Ejemplo 6-1	Batería 1b	⊙	⊙
Ejemplo 4-2	Electrodo positivo 2b	⊙	⊙	Ejemplo 6-2	Batería 2b	⊙	⊙
Ejemplo comparativo 4-1	Electrodo positivo comparativo 1b	x	x	Ejemplo comparativo 6-1	Batería comparativa 1b	x	x

Ejemplo comparativo 4-2	Electrodo positivo comparativo 2b	x	x	Ejemplo comparativo 6-2	Batería comparativa 2b	x	x
Ejemplo comparativo 4-3	Electrodo positivo comparativo 3b	x	x	Ejemplo comparativo 6-3	Batería comparativa 3b	x	x

<Producción de batería secundaria de electrolito no acuoso>

< Ejemplos 5-1 a 5-18, Ejemplos comparativos 5-1 a 5-5>

< Ejemplos 6-1 a 6-2, Ejemplos comparativos 6-1 a 6-3>

- 5 El electrodo negativo estándar mostrado a continuación y la película de electrodo positivo mostrada en la Tabla 5 se perforan en 50 mm × 45 mm y 45 mm × 40 mm, respectivamente, se insertan en una bolsa laminada de aluminio junto con un separador (película de polipropileno porosa) insertado entre el electrodo negativo y la película de electrodo positivo y se secan en un horno eléctrico a 70 °C durante 1 hora. Posteriormente, se inyectan 2 ml de una solución electrolítica en una caja de manipulación con guantes (*glove box*) llena de gas argón, a continuación, se sella la bolsa laminada de aluminio y se producen las baterías 1a a 18a, las baterías 1b a 2b, las baterías comparativas 1a a 5a y las baterías comparativas 1b a 3b. La solución electrolítica es una solución electrolítica no acuosa que se obtiene preparando un disolvente mixto donde se mezclan carbonato de etileno, carbonato de dimetilo y carbonato de dietilo en una relación de 1:1:1 (relación en volumen), añadiendo después 1 parte de VC (carbonato de vinileno) como aditivo a 100 partes de la solución electrolítica, y disolviendo LiPF₆ a una concentración de 1M.

- 15 <Ejemplo de fabricación 1 Producción de suspensión de mezcla para electrodo negativo estándar>

- Se añaden negro de acetileno (fabricado por Denka Co., Ltd., Denka Black (marca registrada) HS-100), CMC y agua a un recipiente de plástico que tiene un volumen de 150 ml, y la mezcla se agita con un mezclador de rotación y revolución (Awateri Rentaro fabricado por Thinky Co., Ltd, ARE-310) a 2.000 rpm durante 30 segundos. Además, se añade grafito artificial como material activo de electrodo negativo, y la mezcla se agita con el mezclador de rotación y revolución (Awateri Rentaro fabricado por Thinky Co., Ltd, ARE-310) a 2.000 rpm durante 150 segundos. Posteriormente, se añade SBR, y la mezcla se agita con el mezclador de rotación y revolución (Awateri Rentaro fabricado por Thinky Co., Ltd, ARE-310) durante 30 segundos a 2.000 rpm para obtener una mezcla en suspensión para electrodo negativo estándar. El contenido de sólidos de la suspensión de mezcla para el electrodo negativo estándar es del 48 % en masa. La relación de contenido sólido del material activo de electrodo negativo, el material conductor, CMC y SBR en la suspensión de mezcla para electrodo negativo estándar es 97: 0,5: 1: 1,5.

Además, las abreviaturas descritas anteriormente se refieren a lo siguiente.

- HS-100: Denka Black HS-100 (fabricado por Denka Co., Ltd., negro de acetileno, diámetro medio de partícula primaria: 48 nm, área superficial específica: 39 m²/g)
- Grafito artificial: CGB-20 (fabricado por Nippon Graphite Industry Co., Ltd.), contenido de sólidos: 100 %
- CMC: #1190 (fabricado por Daicel FineChem Ltd.), contenido de sólidos: 100 %
- SBR: TRD2001 (fabricado por JSR Co., Ltd.), contenido de sólidos: 48 %

<Ejemplo de fabricación 2 Producción de electrodo negativo estándar>

- La mezcla en suspensión para el electrodo negativo se recubre sobre una lámina de cobre que funciona como colector de corriente y que tiene un espesor de 20 μm usando un aplicador, se seca en un horno eléctrico a 80 °C ± 5 °C durante 25 minutos y se ajusta de modo que el peso base por unidad de área del electrodo sea de 10 mg/cm². Además, se realiza un tratamiento de laminación mediante una prensa de rodillos (fabricada por Thank-Metal Co., Ltd., prensa hidráulica de rodillos 3t), y un electrodo negativo donde la densidad de la capa de mezcla de electrodo negativo es de 1,6 g/cm³ se produce.

<Resultados y consideración de la prueba de velocidad y la prueba de ciclo>

- 40 Como se muestra en la Tabla 5, la batería que tiene buena robustez tiene buenas características de tasa y características de ciclo, y la batería que tiene mala robustez tiene malas características de tasa y características de ciclo. Se considera que la película de electrodo positivo que tiene una buena red conductora y una baja resistencia tiene una baja resistencia como batería y mejora las características de velocidad. Además, cuando la red conductora es defectuosa, la carga de ciclo se concentra en las partículas de material activo de electrodo que tienen una

resistencia relativamente baja y, por lo tanto, acelera el deterioro, mientras que cuando se forma una red conductora satisfactoria en su conjunto, la carga se dispersa y es menos probable que se deteriore.

5 Como se ha descrito anteriormente, al lograr tanto dispersabilidad como robustez, se puede mantener un buen estado de dispersión en la película de electrodo para formar una red conductora eficiente, y se puede fabricar una batería que tiene buenas características de velocidad y características de ciclo.

Aunque la presente invención se ha descrito con referencia a las realizaciones, la presente invención no se limita a lo anterior.

REIVINDICACIONES

1. Un dispersante, que comprende:
 un copolímero que comprende una unidad estructural de hidrocarburo alifático, una unidad estructural que contiene un grupo nitrilo y una unidad estructural que contiene un grupo carbamoilo no sustituido,
 5 en donde la unidad estructural de hidrocarburo alifático comprende una unidad estructural de alquileno,
 un contenido de la unidad estructural de hidrocarburo alifático es del 40 % en masa o más y menos del 85 % en masa basado en una masa del copolímero, un contenido de la unidad estructural que contiene grupo nitrilo es del 15 % en masa o más y del 50 % en masa o menos basado en la masa del copolímero, y un contenido
 10 de la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo no sustituido es del 10 % en masa o menos basado en la masa del copolímero,
 un contenido total de la unidad estructural de hidrocarburo alifático, la unidad estructural que contiene grupo nitrilo y la unidad estructural que contiene grupo carbamoilo no sustituido es 80 % en masa o más y 100 % en masa o menos basado en la masa del copolímero, y
 un peso molecular promedio en peso del copolímero es 5.000 o más y 400.000 o menos.
- 15 2. El dispersante de la reivindicación 1, en donde el copolímero comprende además una unidad estructural que contiene un grupo carboxilo de menos del 1 % en masa basado en la masa del copolímero.
3. Una composición dispersante, que comprende:
 el dispersante de la reivindicación 1 o 2;
 una base de 1 % en masa o más y 20 % en masa o menos basada en la masa del copolímero; y
 20 un disolvente.
4. Una dispersión de material conductor que comprende:
 el dispersante de la reivindicación 1 ó 2 y un disolvente, o la composición dispersante de la reivindicación 3; y
 un material conductor, en donde el material conductor es un polvo metálico de oro, plata, cobre, polvo de
 25 cobre chapado con plata, polvo compuesto de plata-cobre, aleación de plata-cobre, cobre amorfo, níquel, cromo, paladio, rodio, rutenio, indio, silicio, aluminio, tungsteno, molibdeno o platino; un polvo inorgánico recubierto con estos metales; o un material conductor basado en carbono.
5. Una dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante, que comprende:
 una resina aglutinante; y
 la dispersión de material conductor de la reivindicación 4.
- 30 6. Una suspensión para película de electrodo, que comprende:
 la dispersión de material conductor de la reivindicación 4, o la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante de la reivindicación 5; y
 un material activo de electrodo, en donde el material activo de electrodo es un material que es una base para una reacción de batería.
- 35 7. Una película de electrodo que comprende al menos una película seleccionada de un grupo que consiste en una película formada usando la dispersión de material conductor de la reivindicación 4, una película formada usando la dispersión de material conductor que contiene resina aglutinante de la reivindicación 5, y una película formada usando la suspensión para película de electrodo de la reivindicación 6.
8. Una batería secundaria de electrolito no acuoso, que comprende:
 40 un electrodo positivo;
 un electrodo negativo; y
 un electrolito,
 en donde al menos un electrodo seleccionado de un grupo que consiste en el electrodo positivo y el electrodo negativo comprende la película de electrodo de la reivindicación 7.

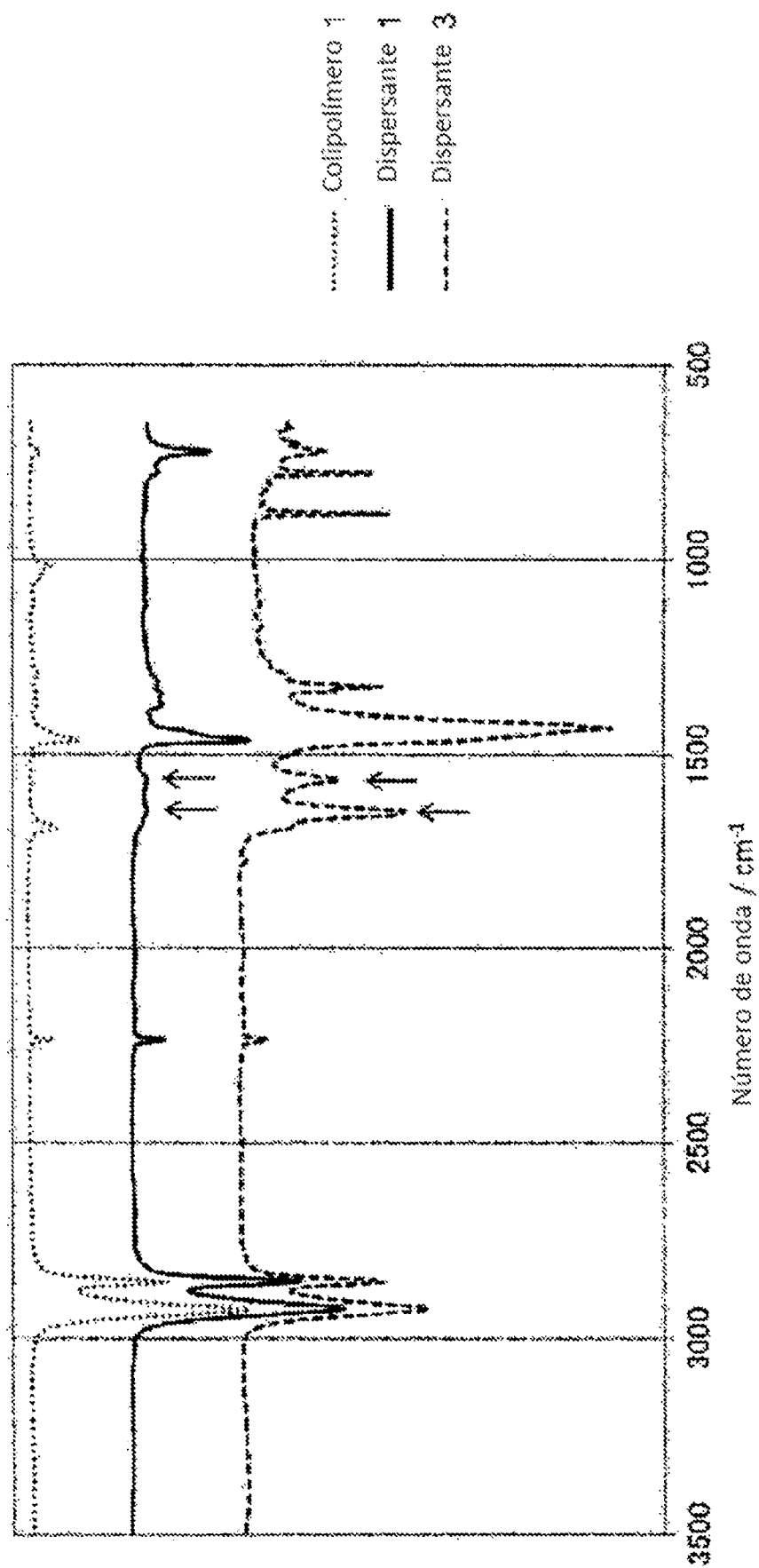


FIG. 1

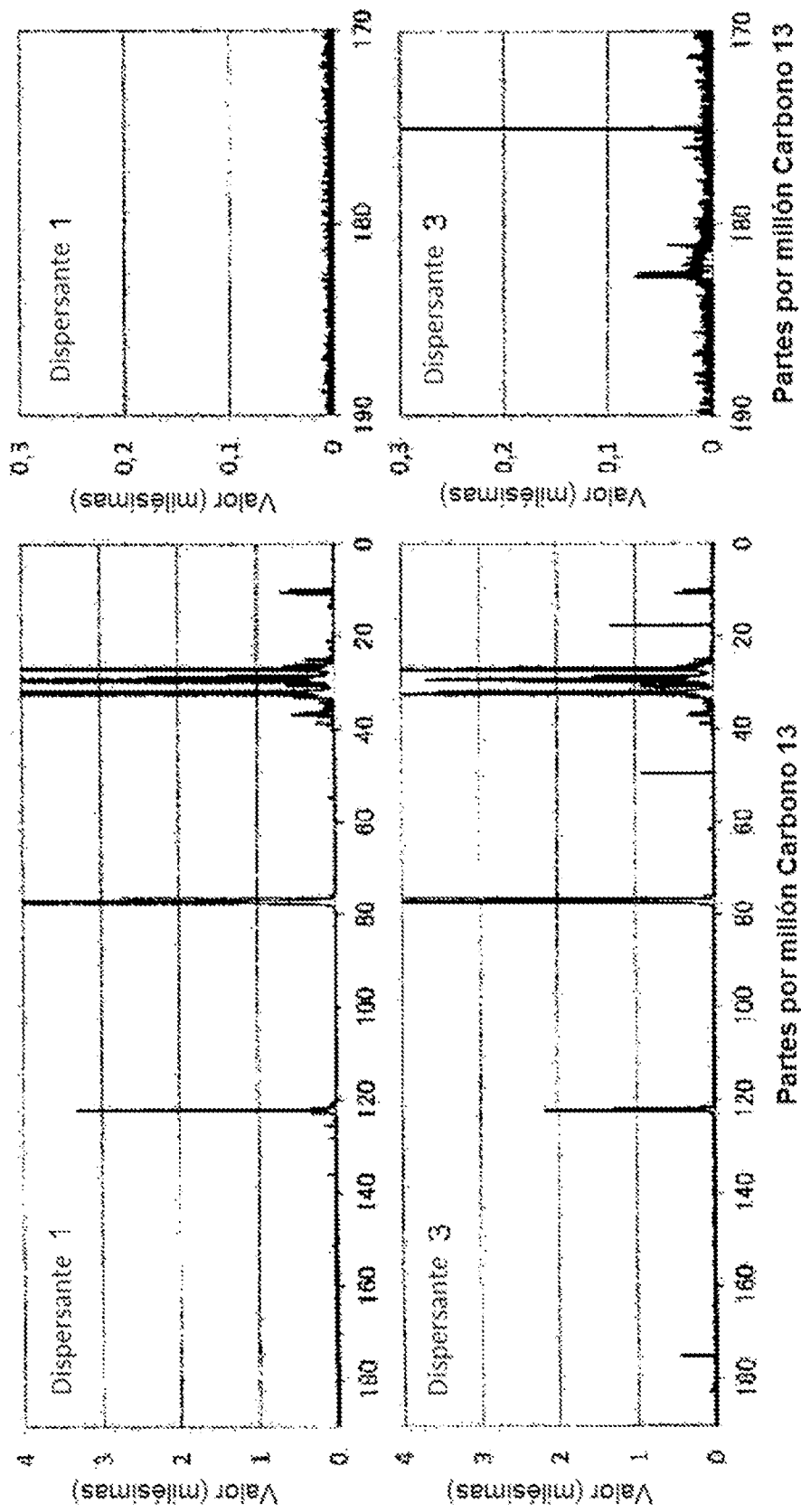


FIG. 2

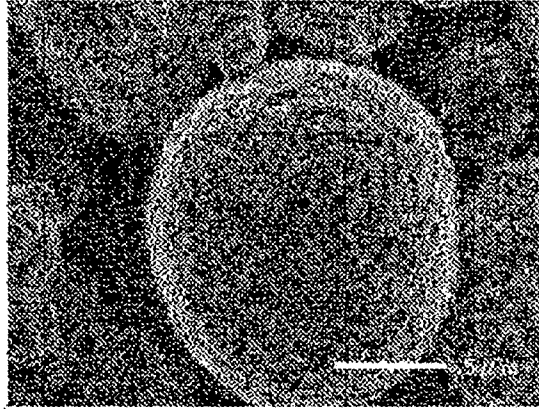


FIG. 3

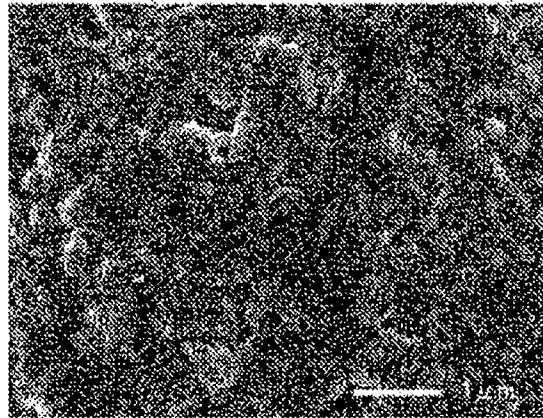


FIG. 4

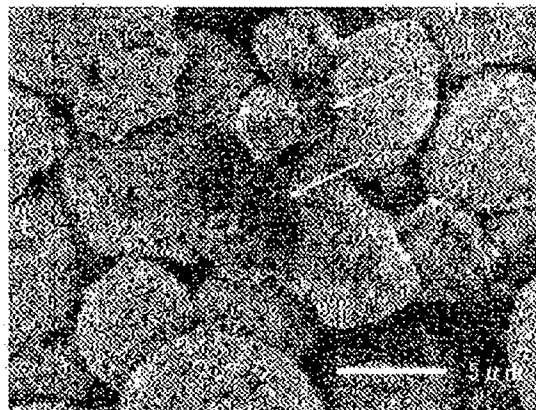


FIG. 5

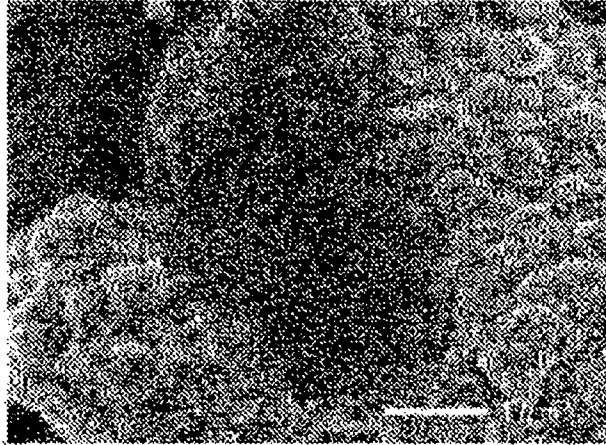


FIG. 6

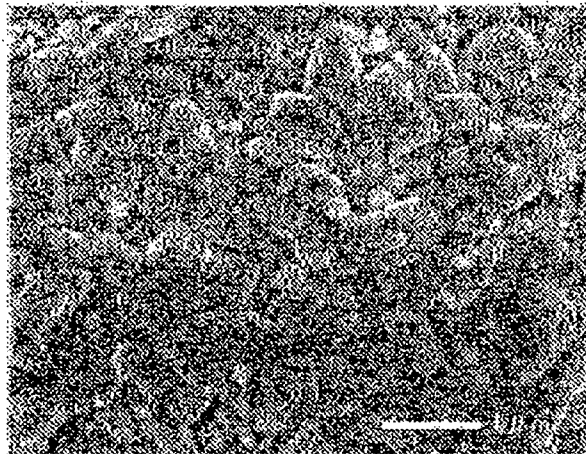


FIG. 7