

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7618805号  
(P7618805)

(45)発行日 令和7年1月21日(2025.1.21)

(24)登録日 令和7年1月10日(2025.1.10)

(51)国際特許分類	F I
H 0 1 M 4/62 (2006.01)	H 0 1 M 4/62 Z
H 0 1 M 4/139(2010.01)	H 0 1 M 4/139
H 0 1 M 4/13 (2010.01)	H 0 1 M 4/13
C 0 8 F 220/00 (2006.01)	C 0 8 F 220/00
C 0 8 F 226/10 (2006.01)	C 0 8 F 226/10

請求項の数 13 (全11頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2023-532446(P2023-532446)	(73)特許権者	510177809 ビーワイディー カンパニー リミテッド BYD Company Limited 中華人民共和国 グアンドン 5 1 8 1 1 8 シェンゼン ピンシャン ビーワイデ イー・ロード ナンバー・3 0 0 9 No. 3 0 0 9, BYD Road, Pingshan, Shenzhen, Guangdong 5 1 8 1 1 8, P . R. China
(86)(22)出願日	令和3年11月25日(2021.11.25)	(74)代理人	100169904 弁理士 村井 康司
(65)公表番号	特表2023-552150(P2023-552150 A)	(74)代理人	100132698 弁理士 川分 康博
(43)公表日	令和5年12月14日(2023.12.14)	(72)発明者	楊 吉祥
(86)国際出願番号	PCT/CN2021/133138		
(87)国際公開番号	WO2022/111580		
(87)国際公開日	令和4年6月2日(2022.6.2)		
審査請求日	令和5年6月29日(2023.6.29)		
(31)優先権主張番号	202011361699.6		
(32)優先日	令和2年11月28日(2020.11.28)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	中国(CN)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 リチウムイオン電池用分散剤及びその製造方法、正極スラリー及びその製造方法、及びリチウムイオン電池及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

親溶媒性単量体に由来する構成単位 A、共役ジエン系単量体に由来する構成単位 B 及び高接着性単量体に由来する構成単位 C を含むリチウムイオン電池用分散剤であって、

前記親溶媒性単量体は、N - ビニルピロリドンを含み、前記高接着性単量体は、エチレン性不飽和ニトリル系単量体及びアクリレート系単量体のうちの 1 種又は両方を含む、リチウムイオン電池用分散剤。

【請求項 2】

前記分散剤の総量で計算すると、前記構成単位 A のモル割合は、5 % ~ 5 0 % であり、前記構成単位 B のモル割合は、3 0 % ~ 9 0 % であり、前記構成単位 C のモル割合は、1 % ~ 3 0 % である、請求項 1 に記載の分散剤。

【請求項 3】

前記エチレン性不飽和ニトリル系単量体は、アクリロニトリル、 - メタクリロニトリル、 - エチルアクリロニトリル、ブテンニトリル、2 - メチル - 2 - ブテンニトリル、2 - メチル - 3 - ブテンニトリル、4 - メチル - 3 - バレロニトリル、 - クロロアクリロニトリル、 - ブロモアクリロニトリル、2 - エトキシアクリロニトリル及び 3 , 3 - ジメトキシ - 2 - アクリロニトリルのうちの 1 種又は複数種を含み、

前記アクリレート系単量体は、アクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸アルキルエステル、アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル及びメタクリル酸ヒドロキシアルキルエステルのうちの 1 種又は複数種を含み、

前記共役ジエン系単量体は、1,3-ブタジエン、イソプレン、2,3-ジメチル-1,3-ブタジエン、2-クロロ-1,3-ブタジエン、1,3-ペンタジエン、1,3-ヘキサジエン、1,3-デカジエン及び2-メチル-1,5-ヘプタジエンのうちの1種又は複数種を含む、請求項1又は2に記載の分散剤。

【請求項4】

重量平均分子量は、10万～60万である、請求項1～3のいずれか一項に記載の分散剤。

【請求項5】

親溶媒性単量体、共役ジエン系単量体及び高接着性単量体を含む単量体原料を重合反応させて、リチウムイオン電池用分散剤を得る工程を含み、前記親溶媒性単量体は、N-ビニルピロリドンを含み、前記高接着性単量体は、エチレン性不飽和ニトリル系単量体及びアクリレート系単量体のうちの1種又は2種を含む、リチウムイオン電池用分散剤の製造方法。

10

【請求項6】

前記単量体原料を重合反応させて形成されたポリマーを水素化反応させる工程をさらに含む、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

前記単量体原料の総質量で計算すると、前記親溶媒性単量体の割合は、5%～50%であり、前記共役ジエン系単量体の割合は、40%～90%であり、前記高接着性単量体の割合は、1%～20%である、請求項5又は6に記載の方法。

20

【請求項8】

正極活物質、導電剤、分散剤及び溶媒を含み、前記分散剤は、請求項1～4のいずれか一項に記載の分散剤である、正極スラリー。

【請求項9】

前記正極スラリーにおける前記分散剤の質量分率は、5%を超えない、請求項8に記載の正極スラリー。

【請求項10】

正極スラリーの製造方法であって、

正極スラリーは、正極活物質、導電剤、分散剤及び溶媒を含み、

正極スラリーの製造方法は、請求項5～7のいずれか一項に記載の分散剤の製造方法を含む、正極スラリーの製造方法。

30

【請求項11】

前記正極スラリーにおける前記分散剤の質量分率は、5%を超えない、請求項10に記載の正極スラリーの製造方法。

【請求項12】

集電体及び前記集電体上に配置された正極材料層を含む正極板を含み、前記正極材料層は、正極活物質、導電剤及び分散剤を含み、前記分散剤は、請求項1～4のいずれか一項に記載の分散剤である、リチウムイオン電池。

【請求項13】

リチウムイオン電池の製造方法であって、

リチウムイオン電池は、集電体及び前記集電体上に配置された正極材料層を含む正極板を含み、前記正極材料層は、正極活物質、導電剤及び分散剤を含み、

リチウムイオン電池の製造方法は、請求項5～7のいずれか一項に記載の分散剤の製造方法を含む、リチウムイオン電池の製造方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(優先権情報)

本願は、2020年11月28日に中国国家知識産権局に提出され、出願名称が「リチウムイオン電池用分散剤及びその製造方法、正極スラリー、正極板及びリチウムイオン電

50

池」の中国特許出願第202011361699.6号の優先権を主張するものであり、その全ての内容は参照により本願に組み込まれるものとする。

#### 【0002】

本願は、リチウムイオン電池の技術分野に関し、具体的には、リチウムイオン電池用分散剤及びその製造方法、正極スラリー及びリチウムイオン電池に関する。

#### 【背景技術】

#### 【0003】

リチウムイオン電池の正極スラリーの成分は、主に正極活物質、導電剤、接着剤及び溶媒を含み、電池の性能への要求が高まっているにつれて、その正極スラリーのプロセス製造工程に対する要求も高まっており、正極板の均一性を向上させるために正極活物質及び導電剤などの正極スラリーにおける分散効果を向上させる必要がある一方では、正極スラリーの塗布性能を改善し、正極板の歩留まり及び生産能力を向上させるために正極スラリーの固体含有量を向上させる必要がある。正極スラリーに分散助剤を添加することは、業界では、正極スラリーの分散効果を向上させる主流な方法である。

10

#### 【0004】

従来のリチウムイオン電池に利用可能な分散剤は、種類が少なく、主にポリビニルピロリドン(PVP)、ポリアクリルアミド(PAM)などである。しかしながら、これらの分散剤は、正極スラリーに対する分散能力に限られ、添加量が一般的に大きいため、それに応じて、正極スラリーで形成された正極材料層における正極活物質の質量割合を低下させ、さらに電池の比容量を低下させる。したがって、少ない使用量の分散剤により優れたスラリー分散効果を達成するために、正極スラリーに対して優れた分散能力を有する分散剤を開発する必要がある。

20

#### 【発明の概要】

#### 【0005】

これに鑑み、本願の実施例は、リチウムイオン電池用分散剤及びその製造方法、正極スラリー及びリチウムイオン電池を提供し、当該リチウムイオン電池用分散剤は、接着剤及び分散剤の機能を兼ね備えることができ、従来の正極スラリーにおける接着剤の使用量を低減することができ、正極スラリーの高分散化の要求を満たすと同時に正極活物質の含有量の低下による電池の比容量の低下の問題を回避することができる。

#### 【0006】

具体的には、第1の態様では、本願は、リチウムイオン電池用分散剤を提供し、前記分散剤は、親溶媒性単量体に由来する構成単位A、共役ジエン系単量体に由来する構成単位B及び高接着性単量体に由来する構成単位Cを含み、前記親溶媒性単量体は、N-ビニルピロリドン及びアクリルアミド系単量体のうちの1種又は2種を含み、前記高接着性単量体は、エチレン性不飽和ニトリル系単量体及びアクリレート系単量体のうちの1種又は2種を含む。

30

#### 【0007】

前記共役ジエン系単量体は、前記分散剤に対して分子骨格作用を果たす構成単位Bを提供し、前記分散剤の分子鎖に一定の可撓性を持たせ、前記分散剤に低い電解液膨潤性を持たせる。前記親溶媒性単量体は、前記分散剤に正極スラリーの溶媒(例えばN-メチルピロリドン(NMP)、N,N-ジメチルホルムアミド(DMF)など)と高い親和性を有する構成単位Aを提供し、前記分散剤と正極スラリーの溶媒との相溶性を向上させる。前記高接着性単量体により、前記分散剤は、ニトリル基及び/又はエステル基極性基の構成単位Cを有するため、当該分散剤が分散される粒子(正極活物質粒子、導電剤粒子など)に対して強い分子間相互作用を生成し、当該分散剤が分散される粒子の表面と溶媒の界面に吸着されやすく、リチウムイオン電池の正極スラリーにおいて優れた分散効果を達成し、分散される粒子の再凝集を阻止し、かつ分散時間が短く、分散剤の使用量が少ない。また、当該正極スラリーが乾燥される場合、各分散粒子の間及び各分散粒子と集電体との間は、当該分散剤により接着され、接着剤の作用を果たし、正極スラリーにおける正極活物質の質量割合の低下を回避する。

40

50

## 【0008】

したがって、上記分散剤は、分散作用及び接着作用を兼ね備え、正極活物質及び導電剤などがリチウムイオン電池の正極スラリーにおいて優れた分散効果を達成することを保証するとともに、正極スラリーにおける接着剤を部分的又は完全に置換することにより、正極スラリーで製造された正極板における正極活物質の含有量が基本的に変化しないように保持し、分散剤の添加による電池のエネルギー密度の低下の問題を回避することができる。

## 【0009】

本願のいくつかの実施形態では、前記分散剤は、上記構成単位A、構成単位B及び構成単位Cを同時に含有する共重合体を含む。当該共重合体は、ランダム、ブロック、交互、グラフト共重合構造などのうちのいずれか1種又は複数種の構造を含んでもよい。

10

## 【0010】

本願のいくつかの実施形態では、前記分散剤の総量で計算すると、前記構成単位Aのモル割合は、5%~50%であり、前記構成単位Bのモル割合は、30%~90%であり、前記構成単位Cのモル割合は、1%~30%である。このようにして、当該分散剤は、一定の親溶媒性、分散対象粒子親和性及び可撓性を有して、高い分散効果を達成することができる。

## 【0011】

本願のいくつかの実施形態では、前記アクリルアミド系単量体は、アクリルアミド、メチルアクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、N-ブトキシメチルアクリルアミド、N-(ヒドロキシメチル)メタクリルアミド及びN-ブトキシメチルメタクリルアミドなどのうちの1種又は複数種を含む。

20

## 【0012】

本願の別のいくつかの実施形態では、前記親溶媒性単量体は、N-ビニルピロリドンである。アクリルアミド系単量体に比べて、N-ビニルピロリドンは、高い構造安定性と、正極スラリーにおける最も一般的な溶媒-NMPに対するより高い親和性とを有する。

## 【0013】

本願の実施形態では、前記共役ジエン系単量体の炭素原子数は、4以上であり、例えば4~12である。例示的な共役ジエン系単量体は、1,3-ブタジエン、イソプレン、2,3-ジメチル-1,3-ブタジエン、2-クロロ-1,3-ブタジエン、1,3-ペンタジエン、1,3-ヘキサジエン、1,3-デカジエン、2-メチル-1,5-ヘプタジエンなどのうちの1種又は複数種を含んでもよい。

30

## 【0014】

本願の実施形態では、前記エチレン性不飽和ニトリル系単量体は、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、エチルアクリロニトリル、ブテンニトリル(例えば、3-ブテンニトリル、2-ブテンニトリル)、2-メチル-2-ブテンニトリル、2-メチル-3-ブテンニトリル、4-メチル-3-バレロニトリル、クロロアクリロニトリル、ブromoアクリロニトリル、2-エトキシアクリロニトリル及び3,3-ジメトキシ-2-アクリロニトリルなどのうちの1種又は複数種を含む。

## 【0015】

本願の実施形態では、前記アクリレート系単量体は、アクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸アルキルエステル、アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル、メタクリル酸ヒドロキシアルキルエステルなどのうちの1種又は複数種を含む。具体的には、例示的なアクリレート系単量体は、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、メタクリル酸プロピル、アクリル酸ブチル、メタクリル酸ブチル、アクリル酸tert-ブチル、メタクリル酸tert-ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ドデシル、メタクリル酸ドデシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸グリシジル、メタクリル酸グリシジルなどを含んでもよいが、これらに限定されない。

40

50

## 【 0 0 1 6 】

本願のいくつかの実施形態では、前記高接着性単量体は、エチレン性不飽和ニトリル系単量体である。アクリレート系単量体に比べて、エチレン性不飽和ニトリル系単量体は、極性がより高く、正極活物質粒子、導電剤粒子などに対してより良好な分散作用及び接着作用を有する。

## 【 0 0 1 7 】

本願のいくつかの実施形態では、前記分散剤は、上記親溶媒性単量体、共役ジエン系単量体及び高接着性単量体を含む単量体原料を重合して形成される。本願の別のいくつかの実施形態では、前記分散剤は、前記単量体原料を順に重合し、水素化して得られてもよい。前記単量体原料を重合して得られたポリマーを水素化することにより、単量体原料を重合して得られたポリマーにおける二重結合を還元し、前記分散剤の高電圧での抗酸化能力を強化することができる。

10

## 【 0 0 1 8 】

本願の実施形態では、前記分散剤の重量平均分子量は、10万～60万である。重量平均分子量が当該範囲内にある分散剤は、一定の強度及び良好な柔軟性などの良好な力学的性質を有することができ、後続の加工利用が容易になる。例えば、前記分散剤の重量平均分子量は、15万、20万、30万、35万、40万、45万、50万、55万又は60万であってもよい。

## 【 0 0 1 9 】

本願の第1の態様に係る前記分散剤は、分散作用及び接着作用を兼ね備えるため、短時間でリチウムイオン電池の正極スラリーにおいて正極活物質及び導電剤などの高い分散効果を達成することを保証することができ、正極スラリーの固体含有量を高くし、正極板の製造効率及び製品歩留まりを向上させることができる。同時に、当該分散剤は、正極スラリーにおける従来の接着剤を部分的又は完全に置換し、正極板における正極活物質の質量割合を低下させずに電池の容量を保証し、正極板の可撓性を向上させることができる。

20

## 【 0 0 2 0 】

第2の態様では、本願に係るリチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

親溶媒性単量体、共役ジエン系単量体及び高接着性単量体を含む単量体原料を重合反応させる工程を含み、前記親溶媒性単量体は、N-ビニルピロリドン及びアクリルアミド系単量体のうちの1種又は2種を含み、前記高接着性単量体は、エチレン性不飽和ニトリル系単量体及びアクリレート系単量体のうちの1種又は2種を含む。

30

## 【 0 0 2 1 】

本願のいくつかの実施形態では、前記製造方法は、前記単量体原料を重合反応させて形成されたポリマーを水素化反応させる工程をさらに含む。換言すれば、このとき、前記分散剤の製造方法は、前記単量体原料を重合反応させて分散剤前駆体を得て、前記分散剤前駆体を水素化反応させる工程を含む。単量体原料を重合反応させて得られた分散剤前駆体の一部又は全部の二重結合を水素化反応により還元して、前記分散剤の高電圧での抗酸化能力を強化することができる。

## 【 0 0 2 2 】

本願のいくつかの実施形態では、前記水素化反応は、Ptなどの貴金属を触媒とし、水素を還元剤として行われてもよい。

40

## 【 0 0 2 3 】

本願のいくつかの実施形態では、前記単量体原料の総質量で計算すると、親溶媒性単量体の割合は、5%～50%であり、共役ジエン単量体の割合は、40%～90%であり、高接着性単量体の割合は、1%～20%である。本願の別のいくつかの実施形態では、前記単量体原料の総質量で計算すると、親溶媒性単量体の割合は、5%～30%であり、共役ジエン単量体の割合は、50%～80%であり、高接着性単量体の割合は、5%～20%である。

## 【 0 0 2 4 】

上記重合反応の方法は、特に限定されず、例えば、溶液重合法、乳化重合法、懸濁重合

50

法又は塊状重合法などを用いることができ、本願のいくつかの実施形態では、上記重合反応は、溶液重合法を用いる。前記溶液重合法は、上記単量体原料及び開始剤を溶媒に溶解させ、一定の温度で重合して、得られた反応液を固液分離し、乾燥させる工程を含む。

#### 【0025】

前記開始剤は、熱開始剤及び/又は光開始剤であってもよく、例えば、熱開始剤である。熱開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウムなどの水性開始剤のうちの1種又は複数種、又はアゾビスイソブチロニトリル、アゾビスイソヘプトニトリル、過酸化ベンゾイルなどの油性開始剤のうちの1種又は複数種を用いることができる。このとき、重合反応の温度は、40 ~ 80 であってもよく、重合反応の時間は、2 h ~ 24 h であってもよい。水性開始剤又は油性開始剤は、単量体原料及び使用される溶媒に基づいて選択することができる。

10

#### 【0026】

本願のいくつかの実施形態では、溶液重合プロセスにおいて、得られるポリマーの分子鎖長を制御するために、連鎖移動剤を溶媒に添加してもよい。例示的な連鎖移動剤としては、酢酸エチル、酢酸ブチル、アセトン、ジエチルカーボネート、メチルtert-ブチルエーテル、イソプロピルアルコール、エタノール、メタノール、1-ドデカンチオールなどが挙げられる。

#### 【0027】

本願の第2の態様に係る分散剤の製造方法は、簡単で操作しやすく、エネルギー消費が低く、反応度合いが制御可能であり、工業生産することができる。

20

#### 【0028】

本願の第3の態様は、正極スラリーを提供し、前記正極スラリーは、正極活物質、導電剤、分散剤及び溶媒を含み、前記分散剤は、本願の第1の態様に記載の分散剤、又は本願の第2の態様に記載の製造方法で製造された分散剤である。

#### 【0029】

上記分散剤が分散作用及び接着作用を兼ね備えるため、当該正極スラリーは、電池分野の一般的な接着剤を含まなくてもよい。このとき、上記分散剤で接着剤を完全に代替すると理解される。本願のいくつかの実施形態では、前記正極スラリーにおける分散剤の質量分率は、5%を超えない。

#### 【0030】

当然のことながら、本願の他の実施形態では、前記正極スラリーは、接着剤を含んでもよい。正極材料層における正極活物質の質量割合を低下させることを回避するために、前記正極スラリーにおける上記分散剤と接着剤の質量分率の和は、5%を超えない。

30

#### 【0031】

上記正極活物質、接着剤及び導電剤は、電池分野の一般的な選択である。接着剤は、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリビニルアルコール(PVA)、スチレンブタジエンゴム(SBR)、ポリアクリロニトリル(PAN)、ポリイミド(PI)、ポリ(アクリル酸)(PAA)、ポリアクリレート、ポリオレフィン、カルボキシメチルセルロースナトリウム(CMC)及びアルギン酸ナトリウムから選択される1種又は複数種であってもよい。前記正極活物質は、リン酸鉄リチウム、リン酸マンガンリチウム、リン酸マンガン鉄リチウム、リン酸バナジウムリチウム、リン酸コバルトリチウム、コバルト酸リチウム(LiCoO<sub>2</sub>)、マンガン酸リチウム、ニッケル酸リチウム、ニッケルコバルト酸リチウム、ニッケルマンガン酸リチウム、及びニッケルコバルトマンガン(NCM)三元系材料、ニッケルコバルトアルミニウム(NCA)三元系材料のうちの少なくとも1種であってもよい。導電剤は、カーボンナノチューブ、カーボンブラック及びグラフェンのうちの少なくとも1種を含んでもよいが、これらに限定されない。導電剤は、正極スラリーに分散するように、カルボキシル基、ヒドロキシル基などの官能基を表面に有することができる。上記分散剤は、正極活物質粒子及び導電剤粒子の両方に対して良好な親和性を有する。

40

#### 【0032】

50

本願の第3の態様に係る正極スラリーは、固体含有量が高く、特に正極活物質の含有量が高く、かつ当該正極スラリーの分散性が良く、沈降しにくく、長時間放置することができる。

【0033】

本願の第4の態様は、リチウムイオン電池をさらに提供し、前記リチウムイオン電池は、集電体及び前記集電体に設けられた正極材料層を含む正極板を含み、前記正極材料層は、正極活物質、導電剤、接着剤及び分散剤を含み、前記分散剤は、本願の第1の態様に記載の分散剤、又は本願の第2の態様に記載の製造方法で製造された分散剤である。前記リチウムイオン電池は、負極板と、負極板と正極板との間に位置するセパレータ及び電解液とをさらに含む。なお、負極板、セパレータ及び電解液などは、いずれも電池の一般的な構造であり、ここでは説明を省略する。

10

【0034】

さらに、前記リチウムイオン電池の正極材料層は、本願の第3の態様に記載の正極スラリーを塗布し、乾燥させて形成することができる。当該正極スラリーは、固体含有量が高く、溶媒量が少なく、短い時間内に乾燥されて正極板を得ることができ、正極板の製造効率が向上し、乾燥処理の時間が短いため、正極板が割れにくく、歩留まりが高い。また、当該正極板は、良好な可撓性を有し、電池に組み立てやすい。

【発明を実施するための形態】

【0035】

以下の説明は、本願の例示的な実施形態であり、なお、当業者にとって、本願の原理から逸脱することなく、いくつかの改良及び修正を行うことができ、これらの改良及び修正も本願の保護範囲にあると見なされる。

20

【0036】

以下、具体的な実施例により本願をさらに説明する。

【実施例1】

【0037】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、  
N-ビニルピロリドン、1,3-ブタジエン、アクリロニトリルを40:40:20の質量比でN,N-ジメチルホルムアミド(DMF)に溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤の1-ドデカンチオールを添加し、4MPaの圧力で60  
で4h重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤1'  
を得て、分散剤1'に水素化処理を行って、分散剤1を得る工程を含む。測定された当該分散剤1の重量平均分子量は、50万である。

30

【0038】

正極板の製造方法は、1.5gの接着剤PVDFを40gのNMP(N-メチルピロリドン)に溶解させ、十分に溶解させた後に0.5gの上記分散剤1を添加し、20min  
攪拌する工程と、20gのカーボンナノチューブ分散液(溶媒がNMPであり、固体含有量が5wt%である)を添加し、20min攪拌する工程と、最後に97gのリン酸鉄リチウム正極活物質を添加し、1.5h攪拌し続けて、正極スラリーを得る工程と、当該正極スラリーをアルミニウム箔に塗布し、130  
で30min乾燥させて、正極材料層を形成し、リン酸鉄リチウム正極板の製造を完了する工程と、を含む。

40

【実施例2】

【0039】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、  
N-ビニルピロリドン、1,3-ジエン、2-メチル-2-ブテンニトリルを5:80  
:15の質量比でDMFに溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤の1-ドデカンチオールを添加し、4MPaの圧力で60  
で4h重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤2'を得て、分散剤2'に水素化処理を行って、分散剤2を得る工程を含む。測定された分散剤2の重量平均分子量は、60万である。

50

## 【0040】

正極板の製造方法において、実施例1の0.5gの分散剤1を1.5gの分散剤2に置き換え、1.5gの接着剤PVDFを0.5gのPVDFに置き換え、他は実施例1と同じである。

## 【実施例3】

## 【0041】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

N-ビニルピロリドン、1,3-ブタジエン、アクリル酸ブチルを30:65:5の質量比でDMFに溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤のイソブタノールを添加し、4MPaの圧力で60で4h重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤3を得る工程を含む。測定された分散剤3の重量平均分子量は、15万である。

10

## 【0042】

正極板の製造方法において、実施例1の0.5gの分散剤1を1gの分散剤3に置き換え、1.5gの接着剤PVDFを1gのPVDFに置き換え、他は実施例1と同じである。

## 【実施例4】

## 【0043】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

N-ビニルピロリドン、1,3-ブタジエン、アクリル酸ブチルを40:40:20の質量比でDMFに溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤のイソブタノールを添加し、4MPaの圧力で60で4h重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤4'を得て、分散剤4'に水素化処理を行って、分散剤4を得る工程を含む。測定された分散剤4の重量平均分子量は、55万である。

20

## 【0044】

正極板の製造方法において、実施例1の0.5gの分散剤1を1.5gの分散剤4に置き換え、1.5gの接着剤PVDFを0.5gのPVDFに置き換え、他は実施例1と同じである。

## (参考例1)

## 【0045】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

アクリルアミド、イソプレン、 $\alpha$ -エチルアクリロニトリルを10:80:10の質量比でDMFに溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤の酢酸エチルを添加し、4MPaの圧力で60で4h重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤5'を得て、分散剤5'に水素化処理を行って、分散剤5を得る工程を含む。測定された分散剤5の重量平均分子量は、40万である。

30

## 【0046】

正極板の製造方法は、0.8gの接着剤PVDFを30gのNMPに溶解させ、十分に溶解させた後に0.4gの分散剤5を添加し、20min攪拌する工程と、10gのカーボンナノチューブ分散液(溶媒がNMPであり、固体含有量が5wt%である)及び1.3gのカーボンブラックを導電剤として添加し、20min攪拌する工程と、最後に97gの正極活物質NCM811( $\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.1}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_2$ )を添加し、2h攪拌し続けて、正極スラリーを得る工程と、当該正極スラリーをアルミニウム箔に塗布し、130で30min乾燥させて、正極材料層を形成し、NCM三元系正極板の製造を完了する工程と、を含む。

40

## 【実施例5】

## 【0047】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

N-ビニルピロリドン、1,3-ヘキサジエン、アクリロニトリルを15:80:5の質量比でジオキサンに溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤の1-ドデカンチオールを添加し、4MPaの圧力で60で4h重合し、冷却して反応を

50

停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤 6' を得て、分散剤 6' に水素化処理を行って、分散剤 6 を得る工程を含む。測定された分散剤 6 の重量平均分子量は、30 万である。

【0048】

正極板の製造方法において、参考例 1の 0.4 g の分散剤 5 を 0.6 g の分散剤 6 に置き換え、0.8 g の接着剤 P V D F を 0.6 g の P V D F に置き換え、他は参考例 1と同じである。

(参考例 2)

【0049】

リチウムイオン電池用分散剤の製造方法は、

N - メチロールアクリルアミド、1, 3 - ブタジエン、アクリロニトリルを 10 : 75 : 15 の質量比で D M F に溶解させ、開始剤のアゾビスイソブチロニトリル及び連鎖移動剤の酢酸エチルを添加し、4 M P a の圧力で 60 °C で 4 h 重合し、冷却して反応を停止し、得られた反応物を洗浄し、乾燥させて、分散剤 7' を得て、分散剤 7' に水素化処理を行って、分散剤 7 を得る工程を含む。測定された分散剤 7 の重量平均分子量は、60 万である。

【0050】

正極板の製造方法において、参考例 1の 0.4 g の分散剤 5 を 0.8 g の分散剤 7 に置き換え、0.8 g の接着剤 P V D F を 0.4 g の P V D F に置き換え、他は参考例 1と同じである。

【0051】

本願の有益な効果を強調するために、以下の比較例 1 ~ 2 を設定する。

(比較例 1)

【0052】

比較例 1 の正極板と実施例 1 の正極板とを対比すると、主に、リン酸鉄リチウム正極板を製造する場合、分散剤を添加しないが、P V D F の使用量が 2 g であるが、溶媒の使用量が増加するという点で相違する。

【0053】

具体的には、比較例 1 のリン酸鉄リチウム正極板の製造方法は、2 g の接着剤 P V D F を 50 g の N M P に溶解させ、十分に溶解させる工程と、20 g のカーボンナノチューブの N M P 分散液（固体含有量が 5 w t % である）を添加し、20 m i n 攪拌する工程と、最後に 97 g のリン酸鉄リチウム正極活物質を添加し、3 h 攪拌し続けて、正極スラリーを得る工程と、当該正極スラリーをアルミニウム箔に塗布し、130 °C で 30 m i n 乾燥させて、正極材料層を形成し、リン酸鉄リチウム正極板の製造を完了する工程と、を含む。

(比較例 2)

【0054】

比較例 2 の三元系正極板と実施例 2 の三元系正極板とを対比すると、主に、N C M 三元系正極板を製造する場合、分散剤を添加せず、P V D F の使用量が 1.2 g であるが、溶媒の使用量が増加するという点で相違する。

【0055】

具体的には、比較例 2 の三元系正極板の製造方法は、1.2 g の接着剤 P V D F を 40 g の N M P に溶解させ、十分に溶解させる工程と、10 g のカーボンナノチューブ分散液（固体含有量が 5 w t % である）及び 1.3 g のカーボンブラックを導電剤として添加し、20 m i n 攪拌する工程と、最後に 97 g の正極活物質 N C M 8 1 1 ( L i N i 0.8 C o 0.1 M n 0.1 O 2 ) を添加し、3 h 攪拌し続けて、正極スラリーを得る工程と、当該正極スラリーをアルミニウム箔に塗布し、130 °C で 30 m i n 乾燥させて、正極材料層を形成し、N C M 三元系正極板の製造を完了する工程と、を含む。

【0056】

本願の有益な効果を有利にサポートするために、各実施例及び比較例の正極スラリーの粘度及び固体含有量の結果、正極材料層における正極活物質の含有量、正極板の剥離強度

10

20

30

40

50

の試験結果を以下の表 1 にまとめる。

【表 1】

[表 1] 各実施例及び比較例の結果のまとめ

	正極スラリーの粘度 (mPa · s)	正極スラリーの固体含有量 (%)	正極材料層における正極活物質の含有量 (%)	正極板の剥離強度 (N/mm)
実施例 1	3 4 3 0	6 3 . 0	9 7 . 0	3 2
実施例 2	3 5 6 0	6 3 . 0	9 7 . 0	2 8
実施例 3	3 2 8 0	6 3 . 0	9 7 . 0	2 5
実施例 4	3 3 0 0	6 3 . 0	9 7 . 0	2 3
比較例 1	3 3 9 0	5 9 . 2	9 7 . 0	2 1
参考例 1	2 5 6 0	7 1 . 7	9 7 . 0	3 0
実施例 5	2 4 7 0	7 1 . 7	9 7 . 0	2 8
参考例 2	2 6 0 0	7 1 . 7	9 7 . 0	3 3
比較例 2	2 7 1 0	6 6 . 9	9 7 . 0	2 5

【0057】

上記表 1 中の正極スラリーの粘度は、参照型番が Anton Paar 社の MCR 302 のレオメータを用いて測定される。正極板の可撓性は、正極板を半分に折った後に肉眼で観察される。正極板の剥離強度は、GB/T 2792 - 1998 標準に準拠して、感圧接着テープ剥離試験方法でテストされる。

【0058】

表 1 から分かるように、実施例 1 ~ 4 の正極スラリーの粘度は、比較例 1 の粘度に近く、実施例 5、参考例 1、2 の正極スラリーの粘度は、比較例 2 の粘度に近く、いずれも対応する電極板の製造要求に合致することができる。実施例 1 ~ 4 と比較例 1 との比較、及び実施例 5、参考例 1、2 と比較例 2 との比較から分かるように、正極材料層における正極活物質の含有量が変化しない場合に、本願の実施例に係る分散剤を含有する正極スラリーは、固体含有量が高く、分散効果が高い正極スラリーの製造時間が短く、接着剤 PVD F の使用量が少なく、これは、本願に係る分散剤が PVD F を部分的に代替し、接着作用を果たすことができることを示す。また、本願の実施例の正極板の剥離強度も対応する比較例の正極板の剥離強度よりも大きい。

【0059】

また、実施例 1 と実施例 4 との比較から分かるように、単量体原料における各成分の質量比が同じである場合に、アクリロニトリルで製造された分散剤は、アクリレートで製造された分散剤に比べて正極板の剥離強度がわずかに大きい。

【0060】

上述した実施例は、本願のいくつかの実施形態を示すものに過ぎず、その説明が具体的に詳細であるが、本願の特許請求の範囲を限定するものと理解してはならない。なお、当業者にとっては、本願の構想から逸脱しない前提で、さらにいくつかの変形及び改良を行うことができ、これらは、いずれも本願の保護範囲に属する。したがって、本願の特許の保護範囲は、添付された特許請求の範囲を基準とすべきである。

10

20

30

40

50

## フロントページの続き

## (51)国際特許分類

F I

C 0 8 F	236/04	(2006.01)	C 0 8 F	236/04
C 0 8 L	47/00	(2006.01)	C 0 8 L	47/00
C 0 9 K	23/52	(2022.01)	C 0 9 K	23/52

中華人民共和国 グアンドン 5 1 8 1 1 8 シェンゼン ピンシャン ビーワイディー・ロード ナ  
ンバー・3 0 0 9

## (72)発明者 陳 永坤

中華人民共和国 グアンドン 5 1 8 1 1 8 シェンゼン ピンシャン ビーワイディー・ロード ナ  
ンバー・3 0 0 9

## (72)発明者 唐富 蘭

中華人民共和国 グアンドン 5 1 8 1 1 8 シェンゼン ピンシャン ビーワイディー・ロード ナ  
ンバー・3 0 0 9

## (72)発明者 ハオ ロン

中華人民共和国 グアンドン 5 1 8 1 1 8 シェンゼン ピンシャン ビーワイディー・ロード ナ  
ンバー・3 0 0 9

審査官 窪田 陸人

## (56)参考文献

特開2021-122751(JP,A)  
国際公開第2020/226035(WO,A1)  
国際公開第2013/129658(WO,A1)  
特開2020-187866(JP,A)  
特開2019-197695(JP,A)  
米国特許出願公開第2011/0168956(US,A1)

## (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

H 0 1 M 4 / 0 0 - 4 / 6 2  
C 0 8 F 2 2 0 / 0 0  
C 0 8 F 2 2 6 / 1 0  
C 0 8 F 2 3 6 / 0 4  
C 0 8 L 4 7 / 0 0  
C 0 9 K 2 3 / 5 2