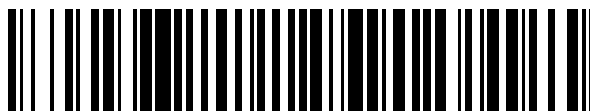


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 902 211**

51 Int. Cl.:

H01M 4/04 (2006.01)
H01M 4/62 (2006.01)
H01M 4/131 (2010.01)
H01M 4/1391 (2010.01)
H01M 4/1393 (2010.01)
H01M 4/587 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.04.2015** **PCT/US2015/026526**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.10.2015** **WO15161289**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2015** **E 15719393 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.10.2021** **EP 3132481**

54 Título: **Electrodo de dispositivo de almacenamiento de energía en seco y métodos de fabricación del mismo**

30 Prioridad:

18.04.2014 US 201461981602 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.03.2022

73 Titular/es:

TESLA, INC (100.0%)
13101 Harold Green Road
Austin, TX 78725, US

72 Inventor/es:

DUONG, HIEU MINH;
FEIGENBAUM, HAIM y
HONG, JIAN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 902 211 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

Electrodo de dispositivo de almacenamiento de energía en seco y métodos de fabricación del mismo

5 **Antecedentes****Campo**

10 La presente divulgación se refiere en general a un electrodo de dispositivo de almacenamiento de energía en seco, a dispositivos de almacenamiento de energía que implementan un electrodo de este tipo y a métodos relacionados.

Descripción de la técnica relacionada

15 Se conocen muchos dispositivos de almacenamiento de energía convencionales y métodos relacionados. En general, se combinan materiales aglutinantes con materiales de electrodos activos y otros aditivos, y se procesan de manera que se forma una película de electrodo. La película de electrodo se aplica en general a una o más de otras capas de material para formar un electrodo. En general, se forman un electrodo negativo (ánodo) y un electrodo positivo (cátodo), con un separador ubicado entre ellos, y se insertan en una carcasa con electrolito para formar diversos tipos de dispositivos de almacenamiento de energía.

20 Las películas de electrodo utilizadas en electrodos de dispositivos de almacenamiento de energía pueden formarse usando procesos en húmedo o en seco. Por ejemplo, pueden combinarse materiales de electrodos activos con materiales aglutinantes, disolventes y otros aditivos, en un método de recubrimiento en húmedo que requiere sustanciales técnicas de secado posteriores para fabricar una película de electrodo.

25 Se han desarrollado procesos de electrodo en seco para reducir los procedimientos de secado, largos y costosos, que requieren los procesos en húmedo mencionados anteriormente. Por ejemplo, los procesos de los electrodos pueden incluir combinar un aglutinante de politetrafluoroetileno (PTFE) con material de electrodo activo y calandrar para formar una película de electrodo. Sin embargo, un dispositivo de almacenamiento de energía que incluye un electrodo hecho de un aglutinante de PTFE puede presentar un rendimiento del dispositivo no deseado, tal como el aumento de la pérdida de capacidad irreversible durante procesos redox. La Patente de los EE.UU. N.º 6.120.565 desvela un método que abarca baterías, electrodos de batería y métodos de formación de baterías y electrodos de batería. Se usa una mezcla de PTFE y un compuesto seleccionado del grupo que consiste en PVDF, copolímeros de fluoruro de vinilideno y hexafluoropropileno, y mezclas de los mismos en un aglutinante de cátodo. El documento EP 2 579 369 se refiere a una composición aglutinante para un electrodo. La composición aglutinante incluye partículas de PTFE como partículas primarias dispersas uniformemente en un disolvente orgánico a una concentración elevada. La solicitud de patente de los EE.UU. 2009/117461 se refiere a un método para la producción de electrodos para baterías primarias de litio y de iones de litio basándose en el uso de dos tipos de aglutinantes. El primer aglutinante es soluble en disolvente orgánico y el segundo aglutinante es insoluble en disolvente orgánico durante el proceso de preparación de suspensión. La solicitud de patente de los EE.UU. 2007/122698 se refiere a un dispositivo de almacenamiento de energía basado en un proceso en seco y a estructuras y métodos para usar un adhesivo en seco en los mismos. Por último, la solicitud de patente JP 2001/110418 se refiere a un electrodo positivo para una batería secundaria de litio, que se construye de manera que el electrodo positivo contiene óxido de compuesto de litio y manganeso estructurado como espínela y carbono activado como materias activas.

45 **Sumario**

El alcance de protección se define por las reivindicaciones independientes adjuntas.

50 **Breve descripción de los dibujos**

Estas y otras características, aspectos y ventajas de la presente divulgación se describen con referencia a los dibujos de determinadas realizaciones, que tienen por objeto ilustrar determinadas realizaciones y no limitar la invención.

55 La Figura 1 muestra una vista esquemática en sección lateral de un ejemplo de un dispositivo de almacenamiento de energía.
La Figura 2 muestra un ejemplo (no cubierto por las reivindicaciones) de un proceso para fabricar un ánodo de un dispositivo de almacenamiento de energía.
La Figura 3 muestra un ejemplo de proceso para fabricar un cátodo de un dispositivo de almacenamiento de energía.
60 La Figura 4 muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de primer ciclo de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía que incluyen ánodos de acuerdo con algunas realizaciones no reivindicadas.
La Figura 5 es una tabla que enumera rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación para las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de la Figura 4.
65 La Figura 6 muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de un ejemplo de

una semicelda de dispositivo de almacenamiento de energía que incluye un ánodo de acuerdo con una realización no reivindicada.

La Figura 7A muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía que incluyen ánodos de acuerdo con algunas realizaciones no reivindicadas.

La Figura 7B muestra rendimientos de capacidad específica durante la deslitación de las semiceldas de la Figura 7A.

La Figura 7C es una tabla que enumera rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación para las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de las Figuras 7A y 7B.

La Figura 8A muestra un rendimiento de capacidad específica durante la litación y la deslitación de un ejemplo de una semicelda de dispositivo de almacenamiento de energía que incluye un ánodo de acuerdo con una realización no reivindicada.

La Figura 8B es una tabla que enumera un rendimiento de capacidad específica durante la litación y la deslitación de una semicelda de dispositivo de almacenamiento de energía de la Figura 8A.

La Figura 9 muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de una semicelda de dispositivo de almacenamiento de energía que incluye un cátodo de acuerdo con una realización.

La Figura 10 muestra rendimientos de capacidad específica durante la deslitación a diversas tasas de corriente de descarga de la semicelda de dispositivo de almacenamiento de energía de la Figura 9. La Figura 11A muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía.

La Figura 11B es una tabla que enumera rendimientos de capacidad específica de litación y deslitación de las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de la Figura 11A.

La Figura 12A muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía.

La Figura 12B es una tabla que enumera rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de la Figura 12A.

La Figura 13A muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía.

La Figura 13B es una tabla que enumera rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de la Figura 13A.

La Figura 14A muestra rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de ejemplos de semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía.

La Figura 14B es una tabla que enumera los rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de la Figura 14A.

La Figura 15 es una tabla que enumera rendimientos promedio de capacidad específica durante la litación y la deslitación de las semiceldas de dispositivos de almacenamiento de energía de las Figuras 11A a 14B.

Las Figuras 16 y 17 son imágenes de MEB a un aumento de 1000x y 5000x, respectivamente, de partículas de carbono activado.

Las Figuras 18 y 19 son imágenes de MEB a un aumento de 4000x y 10000x, respectivamente, de polvo seco de PVDF.

Las Figuras 20 y 21 son imágenes de MEB a un aumento de 1000x y 4000x, respectivamente, de carbono activado y polvo seco de PVDF mezclados.

Las Figuras 22 y 23 son imágenes de MEB a un aumento de 1000x y 5000x, respectivamente, de carbono activado y polvo seco de PVDF que se molieron por chorro posteriormente a la mezcla.

Las Figuras 24 y 25 son imágenes de MEB a un aumento de 5000x y 10000x, respectivamente, de látex de PVDF.

Las Figuras 26 y 27 son imágenes de MEB a un aumento de 100x y 500x, respectivamente, de látex de PVDF y partículas de carbono activado mezclados.

La Figura 28 son dos fotos que comparan películas de electrodo de cátodo formadas usando látex de PVDF y polvo seco de PVDF.

La Figura 29 es una foto que muestra una vista más cercana de la película de cátodo formada usando látex de PVDF que se muestra en la Figura 28.

La Figura 30 es una foto que muestra una vista más cercana de la película de cátodo formada usando polvo seco de PVDF que se muestra en la Figura 28.

La Figura 31 es una imagen óptica a un aumento de 3x de una película de electrodo de cátodo fabricada usando látex de PVDF.

La Figura 32 es una imagen óptica a un aumento de 3x de un ejemplo de una película de electrodo de cátodo fabricada usando polvo seco de PVDF.

Descripción detallada

Aunque a continuación se describen determinadas realizaciones y ejemplos, los expertos en la materia apreciarán que la invención se extiende más allá de las realizaciones y/o usos desvelados específicamente y de las modificaciones y equivalentes obvios de los mismos. Por lo tanto, se pretende que el alcance de la invención desvelada en el presente documento no esté limitado por ninguna de las realizaciones particulares que se describen a continuación.

Como se describe en el presente documento, se han desarrollado procesos de electrodo en seco para reducir los

procedimientos de secado, largos y costosos, que requieren los procesos en húmedo mencionados anteriormente. También se han desarrollado procesos de electrodo en seco que mejoran tras el uso de un aglutinante de politetrafluoroetileno (PTFE) combinado con material de electrodo activo, sin el uso de otros materiales aglutinantes, y calandrado para formar una película de electrodo. Por ejemplo, la inestabilidad electroquímica y la degradación del PTFE durante los procesos redox pueden provocar una pérdida irreversible de capacidad de un electrodo formado a partir de un aglutinante de PTFE. Esta pérdida irreversible de capacidad acaba por reducir la densidad energética de un dispositivo de almacenamiento de energía y puede disminuir la durabilidad y la vida útil del ciclo del electrodo correspondiente. La inestabilidad del PTFE y dicha pérdida de capacidad pueden agravarse a tensiones de funcionamiento menores. Por ejemplo, la inestabilidad del aglutinante PTFE a potenciales de funcionamiento menores puede reducir significativamente la densidad de energía de una batería de iones de litio y/o un condensador de iones de litio.

Los electrodos formados con aglutinantes que tienen una conductividad iónica menor, tales como PTFE, pueden depender de los poros del aglutinante o de otros materiales de la capa de electrodo para proporcionar la transferencia de iones a través de los mismos. Sin embargo, dichos materiales aglutinantes también pueden formar inherentemente películas de electrodo con una porosidad reducida cuando se comprimen, debido a las propiedades mecánicas del aglutinante y su interacción con los demás materiales utilizados en las películas. Por ejemplo, el aglutinante de PTFE, cuando se mezcla con material activo en un proceso en seco y se comprime, puede formar una película de electrodo densificada en seco con una porosidad menor que, por ejemplo, una película de electrodo formada a partir de un proceso de suspensión de PVDF en húmedo. Los electrodos formados a partir de dichas películas densificadas pueden tener un rendimiento energético reducido debido tanto a la conductividad iónica baja del PTFE como a la porosidad baja de las propias películas. Por lo tanto, el transporte iónico al sitio del material activo puede verse obstaculizado negativamente. Las limitaciones mencionadas anteriormente con PTFE como material aglutinante de electrodo pueden agravarse, por ejemplo, en electrodos formados a partir de PTFE sin el uso de otros aglutinantes, tales como procesos de electrodo en seco que usan PTFE sin otros aglutinantes.

Las realizaciones que se describen en el presente documento incluyen materiales aglutinantes alternativos para una película de electrodo que pueden reducir los inconvenientes de degradación mencionados anteriormente y la pérdida irreversible de capacidad inherente al uso de PTFE solo como aglutinante de electrodo, por ejemplo, en un proceso de electrodo en seco. Algunas realizaciones proporcionan un material aglutinante de electrodo que puede permitir operaciones electroquímicas a tensiones bajas con una pérdida adicional de energía reducida o prácticamente no significativa. En las realizaciones reivindicadas, se proporciona un material aglutinante compuesto de PTFE que incluye tanto PTFE como otros materiales aglutinantes para mitigar las limitaciones del PTFE. En las realizaciones reivindicadas, parte del PTFE puede reemplazarse, por ejemplo, por una poliolefina. Las realizaciones pueden proporcionar películas de electrodo con una integridad mecánica y una conductividad iónica mejoradas. Las realizaciones reivindicadas emplean un proceso de película de electrodo en seco, para evitar los costes mencionados anteriormente inherentes al secado de las películas de electrodo en un proceso de película de electrodo en húmedo, consiguiendo al mismo tiempo rendimientos electroquímicos similares a los derivados habitualmente de un método de recubrimiento de suspensión en húmedo de PVDF. En las realizaciones reivindicadas, se proporcionan procesos de fabricación para formar una película de cátodo que comprende una composición aglutinante que se describe en el presente documento. En algunas realizaciones, un proceso de fabricación o una parte de un proceso de fabricación puede realizarse a temperatura ambiente o superior para facilitar la formación de electrodos que demuestren las prestaciones eléctricas deseadas. En algunas realizaciones, se proporciona un proceso de fabricación para formar una película de electrodo de cátodo que comprende una composición aglutinante que se describe en el presente documento. En algunas realizaciones, el proceso de fabricación de película de electrodo de cátodo incluye una etapa de molienda por chorro para facilitar la formación de una película de electrodo con pocos defectos, o casi sin defectos, usando un proceso de fabricación en seco.

También pueden tenerse en cuenta otras propiedades mecánicas y eléctricas cuando se desarrollan materiales aglutinantes compuestos y procesos utilizados para formar electrodos. Por ejemplo, la ductilidad y/o la porosidad de un material aglutinante pueden seleccionarse para proporcionar una integridad mecánica y/o una conductividad iónica mejoradas para un electrodo. En algunas realizaciones, un material aglutinante puede seleccionarse para proporcionar una película de electrodo resultante que tenga propiedades eléctricas deseables, demostrando al mismo tiempo la interacción deseada con uno o más componentes del dispositivo, tal como el electrolito, y/o proporcionando la eficacia deseada como material aglutinante.

Se entenderá que aunque los electrodos y los dispositivos de almacenamiento de energía del presente documento pueden ser descritos dentro de un contexto de baterías de iones de litio o condensadores de iones de litio, las realizaciones pueden implementarse con cualquiera de una serie de dispositivos y sistemas de almacenamiento de energía, tales como una o más baterías, condensadores, celdas de combustible y similares, y combinaciones de los mismos.

La cantidad de aglutinante como porcentaje del peso total de las películas de electrodo que se describen en el presente documento es con fines ilustrativos únicamente. En algunas realizaciones, un intervalo de concentración de aglutinante preferido como porcentaje del peso total de la película es de aproximadamente 1 a 20. Un intervalo de concentración más preferido como porcentaje del peso total de la película es de aproximadamente 4 a 10. Como se usan en el

presente documento, las composiciones de las películas de electrodo y/o de las mezclas de películas de electrodo, cuando se expresan como un % de unas con respecto a otras, se definen en % en peso, a menos que se indique otra cosa. Como se usan en el presente documento, las relaciones de los componentes de las películas de electrodo y/o de las mezclas de películas de electrodo, cuando se expresan como una relación entre sí, se definen como relaciones de masas, a menos que se indique otra cosa.

Se entenderá que las relaciones exactas y las mezclas de materiales que se describen en el presente documento y utilizadas en los Ejemplos son con fines ilustrativos, y que otras relaciones y mezclas de materiales se entienden dentro del alcance de la invención.

La Figura 1 muestra una vista esquemática en sección lateral de un ejemplo de un dispositivo de almacenamiento de energía 100. En algunas realizaciones, el dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede ser un dispositivo electroquímico. En algunas realizaciones, el dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede ser una batería a base de litio, tal como una batería de iones de litio. En algunas realizaciones, el dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede ser un condensador a base de litio, tal como un condensador de iones de litio. Por supuesto, debe advertirse que otros dispositivos de almacenamiento de energía están dentro del alcance de la invención y pueden incluir híbridos condensador-batería y/o celdas de combustible. El dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede tener un primer electrodo 102, un segundo electrodo 104 y un separador 106 ubicado entre el primer electrodo 102 y el segundo electrodo 104. Por ejemplo, el primer electrodo 102 y el segundo electrodo 104 pueden colocarse adyacentes a las respectivas superficies opuestas del separador 106.

El primer electrodo 102 puede comprender un cátodo y el segundo electrodo 104 puede comprender un ánodo, o viceversa. En algunas realizaciones, el primer electrodo 102 puede comprender un cátodo de un condensador de iones de litio. En algunas realizaciones, el primer electrodo 102 puede comprender un cátodo de un condensador de iones de litio o un cátodo de una batería de iones de litio. En algunas realizaciones, el segundo electrodo 104 puede comprender un ánodo de una batería de iones de litio o un ánodo de un condensador de iones de litio.

El dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede incluir un electrolito para facilitar la comunicación iónica entre los electrodos 102, 104 del dispositivo de almacenamiento de energía 100. Por ejemplo, el electrolito puede estar en contacto con el primer electrodo 102, el segundo electrodo 104 y el separador 106. El electrolito, el primer electrodo 102, el segundo electrodo 104 y el separador 106 pueden recibirse dentro de una carcasa 120 del dispositivo de almacenamiento de energía. Por ejemplo, la carcasa 120 del dispositivo de almacenamiento de energía puede sellarse posteriormente a la inserción del primer electrodo 102, el segundo electrodo 104 y el separador 106, y la impregnación del dispositivo de almacenamiento de energía 100 con el electrolito, de manera que el primer electrodo 102, el segundo electrodo 104, el separador 106 y el electrolito puedan sellarse físicamente de un entorno externo a la carcasa 120.

El separador 106 puede configurarse para aislar eléctricamente dos electrodos adyacentes a lados opuestos del separador 106, tal como el primer electrodo 102 y el segundo electrodo 104, permitiendo al mismo tiempo la comunicación iónica entre los dos electrodos adyacentes. El separador 106 puede comprender diversos materiales porosos eléctricamente aislantes. En algunas realizaciones, el separador 106 puede comprender un material polimérico. Los ejemplos de separadores incluyen películas de poliolefina porosas, películas celulósicas porosas, películas de poliéter y/o películas de poliuretano.

El dispositivo de almacenamiento de energía 100 puede incluir cualquiera de una serie de diferentes tipos de electrolito. En algunas realizaciones, el dispositivo 100 puede incluir un electrolito de batería de iones de litio. En algunas realizaciones, el dispositivo 100 puede incluir un electrolito condensador de iones de litio que puede incluir una fuente de litio, tal como una sal de litio, y un disolvente, tal como un disolvente orgánico. En algunas realizaciones, una sal de litio puede incluir hexafluorofosfato (LiPF_6), tetrafluoroborato de litio (LiBF_4), perclorato de litio (LiClO_4), bis(trifluorometanosulfonil)imida de litio ($\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$), trifluorometanosulfonato de litio (LiSO_3CF_3), combinaciones de los mismos y/o similares. En algunas realizaciones, un condensador de iones de litio y/o un disolvente de electrolito de batería puede incluir uno o más éteres y/o ésteres. Por ejemplo, un disolvente de electrolito de condensador de iones de litio puede comprender carbonato de etileno (CE), carbonato de dimetilo (DMC), carbonato de dietilo (DEC), carbonato de etilmetilo (EMC), carbonato de vinilo (VC), carbonato de propileno (PC), combinaciones de los mismos y/o similares.

Como se muestra en la Figura 1, el primer electrodo 102 y el segundo electrodo 104 incluyen un primer colector de corriente 108 y un segundo colector de corriente 110, respectivamente. El primer colector de corriente 108 y el segundo colector de corriente 110 pueden facilitar el acoplamiento eléctrico entre el electrodo correspondiente y un circuito externo (no se muestra). El primer colector de corriente 108 y/o el segundo colector de corriente 110 pueden comprender uno o más materiales eléctricamente conductores y/o tener diversas formas y/o tamaños configurados para facilitar la transferencia de cargas eléctricas entre el electrodo correspondiente y un terminal para acoplar el dispositivo de almacenamiento de energía 100 a un terminal externo, incluyendo un circuito eléctrico externo. Por ejemplo, un colector de corriente puede incluir un material metálico, tal como un material que comprenda aluminio, níquel, cobre, plata, aleaciones de los mismos y/o similares. Por ejemplo, el primer colector de corriente 108 y/o el segundo colector de corriente 110 pueden comprender una lámina de aluminio de forma rectangular o sustancialmente rectangular y pueden dimensionarse para proporcionar la transferencia deseada de cargas eléctricas entre el electrodo

correspondiente y un circuito eléctrico externo (por ejemplo, a través de una placa colectora de corriente y/u otro componente del dispositivo de almacenamiento de energía configurado para proporcionar comunicación eléctrica entre los electrodos y el circuito eléctrico externo).

5 El primer electrodo 102 puede tener una primera película de electrodo 112 (por ejemplo, una película de electrodo superior) en una primera superficie del primer colector de corriente 108 (por ejemplo, en una superficie superior del primer colector de corriente 108) y una segunda película de electrodo 114 (por ejemplo, una película de electrodo inferior) en una segunda superficie opuesta del primer colector de corriente 108 (por ejemplo, en una superficie inferior del primer colector de corriente 108). De manera análoga, el segundo electrodo 104 puede tener una primera película de electrodo 116 (por ejemplo, una película de electrodo superior) en una primera superficie del segundo colector de corriente 110 (por ejemplo, en una superficie superior del segundo colector de corriente 110) y una segunda película de electrodo 118 en una segunda superficie opuesta del segundo colector de corriente 110 (por ejemplo, en una superficie inferior del segundo colector de corriente 110). Por ejemplo, la primera superficie del segundo colector de corriente 110 puede enfrentarse a la segunda superficie del primer colector de corriente 108, de manera que el separador 106 esté adyacente a la segunda película de electrodo 114 del primer electrodo 102 y a la primera película de electrodo 116 del segundo electrodo 104. Las películas de electrodo 112, 114, 116 y/o 118 pueden tener diversas formas, tamaños y/o espesores adecuados. Por ejemplo, las películas de electrodo pueden tener un espesor de aproximadamente 60 micrómetros (gm) a aproximadamente 1.000 micrómetros, incluyendo de aproximadamente 80 micrómetros a aproximadamente 150 micrómetros.

En las realizaciones reivindicadas, una o más películas de electrodo que se describen en el presente documento se fabrican usando un proceso de fabricación en seco. Como se usa en el presente documento, un proceso de fabricación en seco puede referirse a un proceso en el que no se usan disolventes, o prácticamente no se usan, en la formación de una película de electrodo. Por ejemplo, los componentes de la película de electrodo pueden comprender partículas secas. Las partículas secas para formar la película de electrodo pueden combinarse para proporcionar una mezcla de película de electrodo de partículas secas. En algunas realizaciones, la película de electrodo puede formarse a partir de la mezcla de película de electrodo de partículas secas usando el proceso de fabricación en seco, de manera que los porcentajes en peso de los componentes de la película de electrodo y los porcentajes en peso de los componentes de la mezcla de película de electrodo de partículas secas sean similares o iguales. Un método en seco para preparar un electrodo incluye mezclar el material activo, el aditivo conductor y/o el material aglutinante, y posteriormente calandrar la mezcla para formar una película independiente. En algunas realizaciones, la película libre puede unirse a un colector de corriente, tal como a través de un proceso de laminación.

Como se describe en el presente documento, algunas realizaciones incluyen un electrodo, tal como un ánodo y/o un cátodo, que tiene una o más películas de electrodo que comprenden un material aglutinante electroquímicamente estable. En algunas realizaciones, el material aglutinante puede comprender una o más poliolefinas. En algunas realizaciones, las una o más poliolefinas pueden incluir polietileno (PE), polipropileno (PP), fluoruro de polivinilideno (PVDF), copolímeros de los mismos y/o mezclas de los mismos. En algunas realizaciones, una película de electrodo que comprende un material aglutinante que incluye una o más poliolefinas puede fabricarse usando un proceso en seco. Por ejemplo, una película de electrodo puede comprender redes interpenetrantes de los polímeros mencionados anteriormente.

En algunas realizaciones no cubiertas por las reivindicaciones, un aglutinante que contiene poliolefina puede usarse sin aglutinantes adicionales. Por ejemplo, el aglutinante puede ser un aglutinante de poliolefina. Como se usa en el presente documento, un aglutinante de poliolefina se refiere a un aglutinante que consiste en, o que consiste esencialmente en, una o más poliolefinas y/o copolímeros de las mismas. Por ejemplo, el PTFE puede reemplazarse por la una o más poliolefinas y/o copolímeros de las mismas. En algunas realizaciones, el material aglutinante puede consistir en, o consistir esencialmente en, PE. En algunas realizaciones, el material aglutinante puede consistir en, o consistir esencialmente en, PP.

En las realizaciones reivindicadas, el aglutinante comprende PTFE y uno o más componentes aglutinantes adicionales. El aglutinante comprende un material aglutinante compuesto de PTFE. Algunas realizaciones incluyen un electrodo, incluyendo un ánodo y/o un cátodo, que comprende un material aglutinante compuesto de PTFE electroquímicamente estable. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE puede comprender una o más poliolefinas y/o copolímeros de las mismas, y PTFE. En algunas realizaciones, el material aglutinante puede comprender un material compuesto de PTFE que incluya PTFE y uno o más de una poliolefina, poliéter, precursor de poliéter, polisiloxano, polisiloxano, copolímero de los mismos y/o similares. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE puede incluir poliéteres ramificados, polivinil éteres, copolímeros de los mismos y/o similares. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE puede incluir copolímeros de polisiloxanos y polisiloxano, y/o copolímeros de precursores de poliéter. Por ejemplo, un compuesto de PTFE puede incluir poli(óxido de etileno) (PEO), poli(óxido de fenileno) (PPO), polietileno-bloque-poli(etilenglicol), polidimetilsiloxano (PDMS), polidimetilsiloxanocoalquilmetsiloxano, combinaciones de los mismos y/o similares. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE puede incluir PVDF y/o PEO.

En las realizaciones reivindicadas, una película de electrodo de un cátodo de un condensador de iones de litio y/o una batería de iones de litio comprende un material de carbono poroso, un material activo, un aditivo conductor y un

material aglutinante, comprendiendo el material aglutinante el material aglutinante compuesto de PTFE. En las realizaciones reivindicadas, el aditivo conductor comprende un aditivo de carbono conductor, tal como negro de carbono. En las realizaciones reivindicadas, el material de carbono poroso comprende carbono activado. En las realizaciones reivindicadas, un material activo para un cátodo de una batería de iones de litio incluye un óxido metálico de litio y/o un sulfuro de litio. En algunas realizaciones, el material activo para un cátodo de batería de iones de litio puede incluir óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto (NMC), óxido de litio y manganeso (LMO), fosfato de litio y hierro (LFP), óxido de litio y cobalto (LCO) y/u óxido de litio, níquel, cobalto y aluminio (NCA). En algunas realizaciones, un material activo para un cátodo de condensador de iones de litio puede incluir un óxido metálico de litio y/o un fosfato metálico de litio.

En algunas realizaciones, una película de electrodo de cátodo de un condensador de iones de litio y/o un ánodo de batería de iones de litio puede incluir de aproximadamente el 70 % en peso a aproximadamente el 95 % en peso del material activo, incluyendo de aproximadamente el 70 % en peso a aproximadamente el 92 % en peso, o de aproximadamente el 70 % en peso a aproximadamente el 88 % en peso. En algunas realizaciones, la película de electrodo de cátodo puede comprender hasta aproximadamente el 10 % en peso del material de carbono poroso, incluyendo hasta aproximadamente el 5 % en peso, o de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 5 % en peso. En algunas realizaciones, la película de electrodo de cátodo comprende hasta aproximadamente el 5 % en peso, incluyendo de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 3 % en peso, del aditivo conductor. En algunas realizaciones, la película de electrodo de cátodo comprende hasta aproximadamente el 20 % en peso del material aglutinante, incluyendo de aproximadamente el 1 % en peso al 20 % en peso, de aproximadamente el 2 % en peso al 10 % en peso o de aproximadamente el 5 % en peso al 10 % en peso.

En algunas realizaciones no cubiertas por las reivindicaciones, una película de electrodo de ánodo de una batería de iones de litio y/o un condensador de iones de litio puede comprender un material activo, un aditivo conductor y/o un material aglutinante, comprendiendo el material aglutinante una o más composiciones que se describen en el presente documento. En algunas realizaciones, el aditivo conductor puede comprender un aditivo de carbono conductor, tal como negro de carbono. En algunas realizaciones, el material activo de ánodo puede comprender grafito sintético, grafito natural, carbono duro, carbono blando, grafeno, carbono mesoporoso, silicio, óxidos de silicio, estaño, óxidos de estaño, germanio, titanato de litio, mezclas o materiales compuestos de los materiales mencionados anteriormente y/u otros materiales conocidos o que se describen en el presente documento. En algunas realizaciones, una película de electrodo de ánodo de un condensador de iones de litio y/o una batería de iones de litio puede incluir de aproximadamente el 80 % en peso a aproximadamente el 94 % en peso del material activo, incluyendo de aproximadamente el 80 % en peso a aproximadamente el 92 % en peso o de aproximadamente el 80 % en peso a aproximadamente el 90 % en peso. En algunas realizaciones, la película de electrodo de ánodo comprende hasta aproximadamente el 5 % en peso, incluyendo de aproximadamente el 1 % en peso a aproximadamente el 3 % en peso, del aditivo conductor. En algunas realizaciones, la película de electrodo de ánodo comprende hasta aproximadamente el 20 % en peso de un material aglutinante que tiene una o más composiciones que se describen en el presente documento, incluyendo de aproximadamente el 1 % en peso al 20 % en peso, de aproximadamente el 2 % en peso al 10 % en peso o de aproximadamente el 5 % en peso al 10 % en peso. En algunas realizaciones, la película de ánodo puede no incluir un aditivo conductor.

Un material aglutinante compuesto de PTFE puede incluir diversas relaciones adecuadas de los componentes del aglutinante compuesto. Por ejemplo, el PTFE de un material aglutinante compuesto de PTFE puede ser hasta aproximadamente el 98 % en peso del material aglutinante compuesto, incluyendo de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 95 % en peso, de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 90 % en peso, incluyendo de aproximadamente el 20 % en peso a aproximadamente el 80 % en peso, de aproximadamente el 30 % en peso a aproximadamente el 70 % en peso o de aproximadamente el 30 % en peso a aproximadamente el 50 % en peso. En algunas realizaciones no cubiertas por las reivindicaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de ánodo puede incluir PTFE y uno o más componentes no de PTFE en una relación de masas de aproximadamente 1:3 a aproximadamente 3:1. Por ejemplo, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de ánodo puede comprender PTFE y PVDF en una relación de masas de aproximadamente 1:1. Por ejemplo, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de ánodo puede comprender copolímero de PVDF y PTFE en una relación de masas de aproximadamente 1:1. Por ejemplo, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de ánodo puede comprender PTFE y PEO en una relación de masas de aproximadamente 1:1. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de cátodo puede incluir PTFE y uno o más componentes no de PTFE en una relación de masas de aproximadamente 1:5 a aproximadamente 5:1. En algunas realizaciones, un material aglutinante compuesto de PTFE para una película de electrodo de cátodo puede comprender PTFE y PVDF, o PTFE y un copolímero de PVDF, en una relación de masas de aproximadamente 3:2.

En algunas realizaciones, un aglutinante que contiene poliolefinas puede reducir uno o más de los problemas mencionados anteriormente con aglutinantes de PTFE, tales como aglutinantes que consisten en, o esencialmente en, PTFE. Por ejemplo, como se describirá adicionalmente a continuación, un aglutinante que contiene poliolefina empleado dentro de una película de electrodo puede tener una pérdida de capacidad irreversible menor que una película similar que comprende únicamente un aglutinante de PTFE. Adicionalmente, las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales aglutinantes que contienen poliolefina pueden permitir que sean más fáciles de comprimir

que un aglutinante hecho únicamente de PTFE. Por ejemplo, se ha observado que comprimir aglutinante de PTFE y material activo sin otros aglutinantes en un proceso de electrodo en seco puede requerir diez pasadas a través de un rodillo de calandra a una temperatura y presión dadas para alcanzar un espesor de película objetivo que varía entre aproximadamente 80 micrómetros (μm) y aproximadamente 130 micrómetros. Comprimir un aglutinante que consiste en, o que consiste esencialmente en, un aglutinante tanto de PE como de PVDF y un material activo similar puede requerir tres pasadas a través de un rodillo de calandria similar en condiciones similares para alcanzar un espesor de película objetivo similar.

Como se describe en el presente documento, en algunas realizaciones no cubiertas por las reivindicaciones, el PTFE puede reemplazarse por una poliolefina, tal como PE, por ejemplo, en un aglutinante de poliolefina. Sin estar limitarse a ninguna teoría o modo de funcionamiento particular, la inestabilidad de PTFE a tensiones bajas puede deberse al nivel de energía bajo de sus orbitales moleculares. El nivel de energía del orbital molecular más bajo desocupado (LUMO) de PTFE es relativamente inferior al de PVDF o PE, tal como en un aglutinante de poliolefina. El nivel de energía del LUMO de PTFE también puede ser relativamente inferior al de un aglutinante no de PTFE en un material aglutinante compuesto de PTFE, por ejemplo, debido a la fluoración completa de la cadena principal de carbono de polímero. A un potencial de funcionamiento bajo, la carga puede transferirse más favorablemente al LUMO de PTFE para generar, en última instancia, especies de fluoruro de litio y polienos a través de un proceso de desfluoración. Reemplazando parte o la totalidad del PTFE de un aglutinante, por, por ejemplo, PE, que tiene un LUMO de mayor energía, o añadiendo otro aglutinante no de PTFE, el aglutinante resultante puede ser menos susceptible al proceso de transferencia de carga. Como resultado, puede haber poca o ninguna pérdida de capacidad debido a la participación de aglutinante en los procesos electroquímicos, como se demuestra en uno o más ejemplos que se describen en el presente documento. La pequeña cantidad de pérdida de capacidad irreversible restante para los electrodos puede provenir de la formación de la interfase de electrolitos sólidos en el primer ciclo de litación.

Como se describe en el presente documento, en las realizaciones reivindicadas, un aglutinante que comprende un material compuesto de PTFE. El aglutinante comprende PTFE y PEO, PVDF y/o un copolímero de PVDF. Sin estar limitarse a ninguna teoría o modo de funcionamiento particular, el PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF pueden reducir el contacto directo entre PTFE y uno o más materiales conductores de electrones en un electrodo, por ejemplo, proporcionando una barrera eléctrica entre PTFE y materiales conductores de electrones. El PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF pueden demostrar una característica de flujo de baja temperatura deseable, facilitando el recubrimiento de conductores de electrones por el PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF. El recubrimiento de los conductores de electrones puede reducir significativamente y/o impedir o impedir sustancialmente la transferencia de carga al PTFE. En algunas realizaciones, el PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF pueden ser solubles y/o hinchables en un disolvente orgánico del electrolito del dispositivo electroquímico. Dicha solubilidad y/o hinchabilidad puede facilitar el movimiento del PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF entre el PTFE y los conductores de electrones para reducir significativamente y/o impedir o impedir sustancialmente la transferencia de carga al PTFE. En algunas realizaciones, la inclusión de PEO, PVDF y/o el copolímero de PVDF en un aglutinante para un electrodo puede reducir significativamente y/o impedir o impedir sustancialmente la transferencia de electrones de un material activo, tales como el grafito, al PTFE. En algunas realizaciones, dicha transferencia de electrones puede reducirse o impedirse mientras se mantengan los procesos de intercalación y desintercalación del dispositivo electroquímico, tal como una batería de iones de litio y/o un condensador de iones de litio. Por ejemplo, el PEO, el PVDF y/o el copolímero de PVDF pueden proporcionar la conductividad de iones de litio deseada. En algunas realizaciones, el uso de un aglutinante que comprende un material compuesto de PTFE permite el uso de PTFE en los electrodos facilitando al mismo tiempo la pérdida de energía reducida durante el funcionamiento del dispositivo.

Algunas realizaciones que se describen en el presente documento proporcionan aglutinantes más conductores de iones que pueden mezclarse con el material activo y comprimirse en una película de electrodo con menor porosidad, proporcionando al mismo tiempo un rendimiento de potencia similar al de los electrodos preparados a partir de PTFE con porosidad elevada, o a partir de procesos de suspensión de PE/PVDF en húmedo. Por ejemplo, algunas realizaciones incluyen un electrodo que comprende un material aglutinante electroquímicamente estable o un sistema de materiales que comprende poliuretanos lineales, poliéteres, poliamidas, policarbonatos, poliéteres ramificados, copolímeros que comprenden una combinación de al menos dos monómeros de uretanos, éteres, amidas y carbonatos, copolímeros de bloque que comprenden una combinación de dos monómeros de uretanos, éteres, amidas y carbonatos, y éteres y poliéteres injertados en los polímeros, copolímeros y copolímeros de bloque mencionados anteriormente. Son ejemplos los materiales de amida de bloque de poliéter disponibles en el mercado de Arkema con el nombre comercial Pebax®. Otro ejemplo es una cadena polimérica de Pebax® terminada en éter en la que los grupos hidroxilo terminales se alquilan, por ejemplo, usando química de metilación. Son ejemplos adicionales los elastómeros de poliuretano, tales como los ofrecidos por Lubrizol con el nombre comercial Pellethane® y copolímeros de bloque de poliuretano-poliéter. Se entenderá que estos otros materiales aglutinantes y mezclas pueden combinarse con PTFE u otros aglutinantes y aditivos conocidos o que se describen en el presente documento, o pueden usarse sin aglutinantes y aditivos adicionales. Estos materiales aglutinantes alternativos también pueden reducir los inconvenientes de degradación mencionados anteriormente y la pérdida irreversible de capacidad inherente al uso de PTFE como aglutinante de electrodo. Algunas realizaciones pueden proporcionar películas de electrodo con una integridad mecánica y una conductividad iónica mejoradas.

La Figura 2 muestra un ejemplo, no cubierto por las reivindicaciones, de un proceso 200 para fabricar una película de

electrodo para un ánodo de dispositivo de almacenamiento de energía, tal como el dispositivo de almacenamiento de energía 100 de la Figura 1. El proceso 200 de fabricación de película de electrodo puede comprender un proceso de fabricación en seco. En algunas realizaciones, el proceso 200 de fabricación de película de electrodo puede usarse para fabricar un ánodo de una batería de iones de litio. En algunas realizaciones, el proceso 200 de fabricación de película de electrodo puede usarse para fabricar un ánodo de un condensador de iones de litio. En algunas realizaciones, el proceso 200 de fabricación de película de electrodo puede usarse para formar una película de electrodo de ánodo que comprende un material aglutinante compuesto de aglutinante de PTFE que tiene una o más composiciones que se describen en el presente documento. Por ejemplo, una película de electrodo de ánodo que tiene aproximadamente el 93 % en peso de grafito, aproximadamente el 3,5 % en peso de PVDF y aproximadamente el 3,5 % en peso de PTFE pueden fabricarse de acuerdo con el proceso 200 de fabricación de película de electrodo. En algunas realizaciones, el proceso 200 de fabricación de película de electrodo puede usarse para formar una película de electrodo de ánodo que incluya un aglutinante que comprenda únicamente un solo componente aglutinante.

En el bloque 202, un primer componente aglutinante y un material activo de ánodo pueden combinarse para formar una primera mezcla de película de electrodo de ánodo. Por ejemplo, el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo pueden combinarse de manera que el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo puedan entremezclarse. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo pueden combinarse para dispersar el primer componente aglutinante dentro del material activo de ánodo. En algunas realizaciones, la primera mezcla de película de electrodo de ánodo puede proporcionarse combinando el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo usando un proceso de cizallamiento inferior. Por ejemplo, el proceso de cizallamiento inferior puede incluir la mezcla, por ejemplo, usando un mezclador de cuchillas. En algunas realizaciones, el proceso de mezcla de cizallamiento inferior puede conseguirse usando un mezclador Waring®. En algunas realizaciones, el proceso de mezcla de cizallamiento inferior puede conseguirse usando un mezclador Cyclomix™. Por ejemplo, el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo pueden mezclarse para proporcionar la primera mezcla de película de electrodo de ánodo.

En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender un material aglutinante no formador de fibrillas. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender un material termoplástico, incluyendo un material termoplástico semicristalino. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender un adhesivo fusible. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender una poliolefina. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede ser PVDF. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede ser PE. En algunas realizaciones, el material activo de ánodo puede comprender un componente de carbono intercalante de iones de litio. Por ejemplo, el material activo de ánodo puede comprender grafito. Por ejemplo, el PVDF y el grafito pueden mezclarse para obtener la primera mezcla de película de electrodo de ánodo. En algunas realizaciones, el polvo de PVDF sin mezclar inicial, tal como el polvo de PVDF disponible de fuentes comerciales, puede tener partículas secundarias, comprendiendo las partículas secundarias agregados de partículas primarias más pequeñas. Por ejemplo, las partículas secundarias pueden comprender agregados de una pluralidad de partículas primarias que tienen un tamaño de órdenes de magnitud más pequeño que las partículas secundarias. La combinación del PVDF con el material activo de ánodo usando el proceso de cizallamiento inferior puede iniciar la reducción del tamaño y/o la ruptura de las partículas secundarias, facilitando de este modo la dispersión del PVDF dentro del grafito.

En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo pueden combinarse a temperatura ambiente (por ejemplo, de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 25 °C) o superior. Por ejemplo, puede no aplicarse enfriamiento durante la combinación del primer componente aglutinante y el material activo de ánodo. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo pueden combinarse aproximadamente a temperatura ambiente hasta una temperatura justo por debajo de la temperatura de fusión del componente aglutinante. Por ejemplo, la combinación puede realizarse a temperaturas de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C, de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 50 °C o de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 50 °C. Como se describe en el presente documento, el primer componente aglutinante puede comprender PVDF. Por ejemplo, el PVDF puede tener una temperatura de fusión de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 170 °C. En algunas realizaciones, el PVDF y el material activo de ánodo, tal como el grafito, pueden mezclarse a una temperatura de aproximadamente 20 °C a menos de 140 °C, incluyendo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C o de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 75 °C, o de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 50 °C. En algunas realizaciones, combinar el primer componente aglutinante y material activo de ánodo a temperaturas alrededor de la temperatura ambiente a una temperatura justo por debajo de la temperatura de fusión del primer componente aglutinante puede proporcionar un rendimiento mejorado de pérdida de capacidad de primer ciclo irreversible para el electrodo resultante, por ejemplo, en comparación con electrodos formados mediante un proceso en el que la combinación se realiza a temperaturas inferiores, tales como, por ejemplo, por debajo de la temperatura ambiente.

En algunas realizaciones, la primera mezcla de película de electrodo de ánodo puede incluir un aditivo conductor. Por ejemplo, un aditivo conductor, tal como un aditivo de carbono conductor, puede combinarse con el primer componente aglutinante y el material activo de ánodo para proporcionar la primera mezcla de película de electrodo de ánodo. En algunas realizaciones, el PVDF, el grafito y el negro de carbono pueden mezclarse para proporcionar la primera mezcla de película de electrodo. En algunas realizaciones, el PVDF, el grafito y el negro de carbono pueden combinarse, tal

como mediante mezcla, a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C, incluyendo de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 50 °C, para proporcionar la primera mezcla de película de electrodo de ánodo.

- 5 Como se describe en el presente documento, el aglutinante puede incluir más de un componente. Por ejemplo, el proceso 200 de fabricación de película de electrodo de ánodo puede usarse para fabricar un material aglutinante compuesto. En dichas realizaciones, un segundo componente aglutinante puede añadirse (combinarse) con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo para proporcionarse una segunda mezcla de película de electrodo de ánodo en el bloque 204. En algunas realizaciones, el segundo componente aglutinante puede comprender un componente
- 10 aglutinante formador de fibrillas. En algunas realizaciones, el segundo componente aglutinante formador de fibrillas puede comprender PTFE, por ejemplo, el aglutinante de la película de electrodo de ánodo que comprende un material aglutinante compuesto de PTFE. En dichas realizaciones, el bloque 202 puede comprender la combinación de un material activo con al menos un componente de un material aglutinante compuesto de PTFE, con el que posteriormente se combina PTFE para formar el material aglutinante compuesto de PTFE. En algunas realizaciones, el segundo
- 15 componente aglutinante, tales como PTFE, puede combinarse con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo usando un proceso de cizallamiento inferior, tal como un proceso de mezcla de cizallamiento inferior. En algunas realizaciones, la combinación del segundo componente aglutinante con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo puede efectuarse usando un mezclador, incluyendo un mezclador de palas. En algunas realizaciones, el proceso de mezcla de cizallamiento inferior puede conseguirse usando un mezclador Waring®. En algunas
- 20 realizaciones, el proceso de mezcla de cizallamiento inferior puede conseguirse usando un mezclador Cyclomix™.

En algunas realizaciones, la adición del segundo componente aglutinante con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo puede comprender la formación de fibrillas, al menos parcialmente, del segundo componente aglutinante. Por ejemplo, el segundo componente aglutinante y la primera mezcla de película de electrodo de ánodo

25 pueden combinarse mediante mezcla para proporcionar una mezcla que comprenda una pluralidad de fibrillas formadas a partir del segundo componente aglutinante convertido en fibrillas. Puede formarse una matriz, una red y/o una banda de fibrillas mediante la formación de fibrillas del segundo componente aglutinante para proporcionar el soporte estructural deseado para uno o más de otros componentes de la mezcla.

- 30 En algunas realizaciones, el segundo componente aglutinante puede combinarse con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo en condiciones ambientales sin enfriamiento. Por ejemplo, la mezcla del segundo componente aglutinante con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo puede realizarse aproximadamente a temperatura ambiente o superior, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C o de
- 35 aproximadamente 20 °C a aproximadamente 50 °C. Por ejemplo, puede mezclarse PTFE con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo que comprende grafito, PVDF y/o negro de carbono, a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C. En algunas realizaciones, la combinación del segundo componente aglutinante y la primera mezcla de película de electrodo de ánodo aproximadamente a temperatura ambiente o superior puede proporcionar un rendimiento mejorado de pérdida de capacidad de primer ciclo irreversible para el electrodo resultante, por ejemplo, en comparación con electrodos formados realizando la combinación a
- 40 temperaturas inferiores.

En el bloque 206, la segunda mezcla de película de electrodo puede someterse a un proceso de alto cizallamiento. En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede configurarse para dispersar adicionalmente el primer componente aglutinante, reduciendo o evitando al mismo tiempo la generación de calor no deseada durante el proceso

45 de alto cizallamiento. Por ejemplo, el proceso de alto cizallamiento puede configurarse para reducir y/o separar adicionalmente cualesquier agregados de partículas secundarias presentes en el primer componente aglutinante y/o dispersar adicionalmente el primer componente aglutinante. Por ejemplo, la generación de calor excesiva puede dar como resultado la fusión no deseada del primer componente aglutinante.

- 50 En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede convertir en fibrillas el segundo componente aglutinante. Por ejemplo, el PTFE puede convertirse en fibrillas mediante el proceso de alto cizallamiento. Como se describe en el presente documento, puede formarse una matriz, red y/o banda de fibrillas mediante la formación de fibrillas del segundo componente aglutinante. En algunas realizaciones, la combinación del segundo componente aglutinante con la primera mezcla de película de electrodo de ánodo (por ejemplo, el bloque 204) puede convertir en
- 55 fibrillas al menos parcialmente el segundo componente aglutinante y el proceso de alto cizallamiento puede convertir en fibrillas adicionalmente el segundo componente aglutinante.

En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede comprender un proceso de molienda por chorro. Por ejemplo, el proceso de molienda por chorro puede proporcionar la interacción deseada entre partículas del primer componente aglutinante, partículas del material activo de ánodo (por ejemplo, proporcionar el contacto deseado entre las partículas del componente aglutinante y el material activo de ánodo) y/o el segundo componente aglutinante, reduciendo o evitando al mismo tiempo la generación excesiva de calor. En algunas realizaciones, la segunda mezcla de película de electrodo puede someterse al proceso de molienda por chorro para proporcionar una mezcla homogénea o sustancialmente homogénea que comprenda una pluralidad de fibrillas. Por ejemplo, la molienda por

60 chorro puede dispersar cualesquier partículas secundarias restantes del primer componente aglutinante y/o proporcionar la formación de fibrillas deseada del segundo componente aglutinante.

65

En el bloque 208, la segunda mezcla de película de electrodo puede comprimirse para formar una película de electrodo de ánodo. En algunas realizaciones, la segunda mezcla de película de electrodo de ánodo puede comprimirse calandrando la mezcla para formar la película de electrodo. En algunas realizaciones, la segunda mezcla de película de electrodo de ánodo puede calandrarse para formar una película de electrodo de partículas secas independiente. En algunas realizaciones, la película de electrodo puede unirse, tal como a través de un proceso de laminación, a un colector de corriente correspondiente para formar un electrodo. Por ejemplo, la película de electrodo puede laminarse con el primer colector de corriente 108 o el segundo colector de corriente 110 de la Figura 1. En algunas realizaciones, la compresión de la segunda mezcla de película de electrodo de ánodo para formar una película independiente puede realizarse a una temperatura suficiente para fundir un componente aglutinante fusible, tal como PVDF. Por ejemplo, la compresión de la mezcla de película de electrodo para formar una película de electrodo independiente puede realizarse a temperaturas superiores a aproximadamente 140 °C, incluyendo de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 300 °C o de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 200 °C. En algunas realizaciones, la película de electrodo independiente puede laminarse con un colector de corriente en la misma etapa o en etapas separadas. En algunas realizaciones, la laminación de una película de electrodo independiente con un colector de corriente puede realizarse a temperaturas de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C o de aproximadamente 160 °C a 200 °C.

Como se describe en el presente documento, en algunas realizaciones, se proporcionan procesos de fabricación de una película de electrodo de cátodo. Se proporciona uno o más procesos de fabricación de cátodos que se describen en el presente documento proporcionan cátodos que tienen películas de electrodo libres o sustancialmente libres de orificios o huecos no deseados, marcas en la superficie y/o vetas oscuras. En algunas realizaciones, uno o más procesos de fabricación de una película de electrodo de cátodo que se describen en el presente documento comprenden un proceso de alto cizallamiento, tal como un proceso de molienda por chorro. En algunas realizaciones, un proceso para fabricar una película de electrodo de cátodo incluye moler por chorro uno o más componentes aglutinantes en presencia de un material de carbono poroso para facilitar la formación de la película de electrodo de cátodo libre o sustancialmente libre de defectos no deseados. Por ejemplo, un material de carbono poroso puede molerse por chorro con un componente aglutinante para proporcionar una mezcla que tenga las características de dispersión de partículas deseadas, donde la mezcla puede procesarse adicionalmente para formar la película de electrodo añadiendo uno o más de otros componentes de la película de electrodo a la mezcla. En algunas realizaciones, un proceso de fabricación de este tipo facilita la fabricación de una película de electrodo de cátodo libre de defectos, evitando al mismo tiempo someter un material activo del cátodo al proceso de molienda por chorro (por ejemplo, evitando exponer el NMC al proceso de molienda por chorro). Someter el material activo al proceso de molienda por chorro puede dar como resultado una alteración no deseada de una o más propiedades electroquímicas del material activo. En algunas realizaciones, la exposición de un material activo de cátodo a un proceso de alto cizallamiento, tal como molienda por chorro, puede proporcionar mezclas que pueden ser difíciles de formar en películas de electrodo del espesor deseado. Por ejemplo, dichas mezclas de película pueden demostrar una tendencia indeseable a la densificación durante un proceso de calandrado utilizado para formar las películas de electrodo. Uno o más procesos de fabricación de película de electrodo de cátodo que se describen en el presente documento pueden facilitar la formación de los electrodos de cátodo usando procesos en seco, evitando de este modo una etapa de secado, proporcionando al mismo tiempo películas que tengan la calidad y/o la procesabilidad deseadas.

La Figura 3 muestra un ejemplo de un proceso de fabricación 300 para formar una película de electrodo de cátodo de un dispositivo de almacenamiento de energía, tal como el dispositivo de almacenamiento de energía de la Figura 1. En algunas realizaciones, el proceso 300 de fabricación de película de electrodo de cátodo puede usarse para fabricar un cátodo de una batería de iones de litio. En algunas realizaciones, el proceso 300 de fabricación de película de electrodo de cátodo puede usarse para fabricar un cátodo de un condensador de iones de litio. En algunas realizaciones, el proceso 300 de fabricación de película de electrodo de cátodo forma una película de electrodo de cátodo que comprende un material aglutinante compuesto.

En el bloque 302, un primer componente aglutinante y una primera porción de un material de carbono poroso pueden combinarse para proporcionar una primera mezcla de película de electrodo de cátodo. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante y la primera porción del material de carbono poroso pueden combinarse usando un proceso de cizallamiento inferior. En algunas realizaciones, el proceso de cizallamiento inferior puede comprender cualquier número de técnicas de homogeneización de cizallamiento inferior. Por ejemplo, la combinación del primer componente aglutinante y el material de carbono poroso puede efectuarse usando un mezclador, incluyendo un mezclador en V y/o un mezclador de cocina.

En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender un material aglutinante no formador de fibrillas. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender un material termoplástico, incluyendo un material termoplástico semicristalino. Por ejemplo, el primer componente aglutinante puede ser un adhesivo fusible. En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante puede comprender una poliolefina. Por ejemplo, el primer componente aglutinante formador de fibrillas puede comprender PVDF. En algunas realizaciones, el material de carbono poroso puede comprender carbono activado. Por ejemplo, en el bloque 302, pueden mezclarse PVDF y carbono activado para proporcionar la primera mezcla de película de electrodo de cátodo.

En algunas realizaciones, el primer componente aglutinante y la primera porción del material de carbono poroso pueden mezclarse en una relación de masas de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:5, de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:4 o de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:3. Por ejemplo, pueden combinarse PVDF y carbono activado en el bloque 302 con una relación de masas de aproximadamente 1:2.

En algunas realizaciones, la relación de masas del primer componente aglutinante con respecto al material de carbono poroso puede seleccionarse para proporcionar el contacto deseado entre los dos. Por ejemplo, la relación de masas de PVDF con respecto al carbono activado puede seleccionarse para proporcionar la colisión deseada entre partículas de los dos durante la combinación de los dos en el bloque 302 y/o durante un proceso posterior de alto cizallamiento, como se describirá con más detalle a continuación.

En algunas realizaciones, la combinación del primer componente aglutinante y el material activo de cátodo puede realizarse en condiciones ambientales sin enfriamiento. Por ejemplo, la combinación del primer componente aglutinante con el material activo de cátodo puede realizarse aproximadamente a temperatura ambiente o superior, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C, o de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 50 °C.

En el bloque 304, la primera mezcla de película de electrodo de cátodo puede someterse a un proceso de alto cizallamiento. En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede configurarse para dispersar adicionalmente el primer componente aglutinante en el material de carbono poroso, reduciendo o evitando al mismo tiempo la generación de calor no deseada durante el proceso de alto cizallamiento. Como se describe en el presente documento, el primer componente aglutinante puede comprender PVDF. En algunas realizaciones, el polvo de PVDF disponible en una fuente comercial puede comprender partículas secundarias no deseadas que son agregados de partículas primarias más pequeñas. En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede configurarse para reducir el tamaño y/o separar agregados de partículas secundarias presentes en el primer componente aglutinante. Por ejemplo, el proceso de alto cizallamiento puede separar las partículas secundarias para dispersar adicionalmente las partículas primarias del primer componente aglutinante dentro del material de carbono poroso. En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede configurarse para proporcionar una dispersión homogénea o sustancialmente homogénea reversible del primer componente aglutinante dentro del material de carbono poroso, sin generar un exceso de calor. Por ejemplo, la generación de calor excesiva puede dar como resultado la fusión del primer componente aglutinante, reduciendo o impidiendo la dispersión reversible del primer componente aglutinante dentro del material de carbono poroso.

En algunas realizaciones, el proceso de alto cizallamiento puede comprender un proceso de molienda por chorro. Por ejemplo, el proceso de molienda por chorro puede proporcionar la interacción deseada entre partículas del primer componente aglutinante y partículas del material de carbono poroso (por ejemplo, proporcionar el contacto deseado entre las partículas del componente aglutinante y el material de carbono poroso), reduciendo o evitando al mismo tiempo la generación excesiva de calor. En algunas realizaciones, la primera mezcla de película de electrodo de cátodo puede someterse al proceso de molienda por chorro para proporcionar una mezcla homogénea o sustancialmente homogénea. Por ejemplo, la primera mezcla de película de electrodo de cátodo que comprende el primer componente aglutinante, tal como el PVDF, y el material de carbono poroso, tal como carbono activado, puede molerse por chorro para proporcionar una mezcla homogénea o sustancialmente homogénea. En algunas realizaciones, la molienda por chorro de la primera mezcla de película de electrodo de cátodo facilita la formación de una mezcla de polvo libre o sustancialmente libre de agregados de partículas grandes no deseados. En algunas realizaciones, las mezclas de polvo libres o sustancialmente libres de dichos agregados de partículas grandes pueden facilitar la formación de una película de electrodo libre de orificios o huecos, marcas en la superficie y/o vetas oscuras.

En algunas realizaciones, la relación de masas del primer componente aglutinante y el material de carbono poroso puede seleccionarse para efectuar la interacción deseada, tal como la colisión, entre los dos durante el proceso de alto cizallamiento para proporcionar la dispersión deseada del componente aglutinante dentro del material de carbono poroso. Por ejemplo, puede seleccionarse una relación de masas del primer componente aglutinante y el material de carbono poroso de entre aproximadamente 1:1 y aproximadamente 1:5 para reducir la duración del proceso de alto cizallamiento. En algunas realizaciones, dichas relaciones pueden facilitar proporcionar la dispersión de partículas deseada proporcionando al mismo tiempo un proceso de alto cizallamiento eficiente (por ejemplo, que reduce la duración de un proceso de alto cizallamiento). En algunas realizaciones, también puede ser posible una relación de masas del primer componente aglutinante con respecto al material de carbono poroso distinta de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:5. Por ejemplo, las mezclas que tienen dichas relaciones pueden procesarse aplicando un proceso de alto cizallamiento más largo, tal como un proceso de molienda por chorro más largo.

En el bloque 306, un material activo de cátodo, una segunda porción del material de carbono poroso y un aditivo conductor pueden combinarse para proporcionar una segunda mezcla de película de electrodo de cátodo. En algunas realizaciones, el material activo de cátodo, la segunda porción del material de carbono poroso y el aditivo conductor pueden combinarse usando un proceso de cizallamiento inferior. En algunas realizaciones, el proceso de mezcla de cizallamiento inferior puede comprender la mezcla. Por ejemplo, la combinación del material activo de cátodo, la segunda porción del material de carbono poroso y el aditivo conductor puede efectuarse usando un mezclador, tal como un mezclador de palas. En algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Waring®. En

algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Cyclomix™.

En algunas realizaciones, el material activo de cátodo comprende un material activo no de carbono. En algunas realizaciones, el material activo de cátodo puede comprender óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto (NMC), óxido de litio y manganeso (LMO) o fosfato de litio y hierro (LFP). Por ejemplo, NMC, una segunda porción de carbono activado y negro de carbono pueden mezclarse para proporcionar una mezcla de segunda película de electrodo de cátodo homogénea o sustancialmente homogénea. En algunas realizaciones, la distribución de carbono activado entre la primera porción y la segunda porción puede seleccionarse para proporcionar la relación de masas deseada de carbono con respecto a aglutinante en el proceso de alto cizallamiento, proporcionando al mismo tiempo material de carbono poroso deseado para la película de electrodo.

En algunas realizaciones, la segunda mezcla de película de electrodo de cátodo puede mezclarse hasta conseguir una densidad de compactación deseada. Por ejemplo, la segunda mezcla de película de electrodo de cátodo puede mezclarse para conseguir un valor de densidad de compactación similar o igual al valor de densidad de compactación del componente dentro de la mezcla con la mayor densidad de compactación inicial. Por ejemplo, el NMC puede tener la mayor densidad de compactación inicial en una mezcla que comprende NMC, carbono activado y/o negro de carbono, tal como a un valor de aproximadamente 2 gramos por mililitro (g/ml). En algunas realizaciones, una mezcla que comprende NMC, carbono activado y negro de carbono puede mezclarse hasta que se consigue una densidad de compactación de aproximadamente 2 g/ml para la mezcla. En algunas realizaciones, una mezcla que tiene una densidad de compactación final deseada puede demostrar un grado deseado de dispersión de componentes dentro de la mezcla. En algunas realizaciones, una mezcla que demuestre un grado deseado de dispersión de partículas puede facilitar la formación de un electrodo con el espesor deseado usando menos pases de calandrado.

En el bloque 308, la primera mezcla de película de electrodo de cátodo y la segunda mezcla de electrodo de cátodo pueden combinarse para proporcionar una tercera mezcla de película de electrodo de cátodo. En algunas realizaciones, la primera mezcla de película de electrodo de cátodo y la segunda mezcla de electrodo de cátodo pueden combinarse usando uno o más procesos de cizallamiento inferior que se describen en el presente documento. Por ejemplo, la combinación de la primera mezcla de película de electrodo de cátodo y la segunda mezcla de película de electrodo de cátodo puede conseguirse usando un mezclador, tal como un mezclador de palas. En algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Waring®. En algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Cyclomix™.

En el bloque 310, un segundo componente aglutinante y la tercera mezcla de película de electrodo de cátodo pueden combinarse para proporcionar una cuarta mezcla de película de electrodo de cátodo. En algunas realizaciones, el segundo componente aglutinante comprende un componente aglutinante formador de fibrillas. En algunas realizaciones, el segundo componente aglutinante formador de fibrillas comprende PTFE. En dichas realizaciones, el bloque 302 descrito anteriormente, puede comprender la combinación de un material de carbono poroso con al menos un componente de un material aglutinante compuesto de PTFE, a lo que se añade posteriormente PTFE, como parte del bloque 310, para formar el material aglutinante compuesto de PTFE. Por ejemplo, puede añadirse PTFE a una tercera mezcla de película de electrodo de cátodo que comprende carbono activado, NMC, PVDF y negro de carbono, de manera que pueda formarse una película de electrodo de cátodo que comprenda un material aglutinante compuesto de PTFE. En algunas realizaciones, la combinación del segundo componente aglutinante con la tercera mezcla de película de electrodo de cátodo puede comprender la formación de fibrillas del segundo componente aglutinante. Por ejemplo, el segundo componente aglutinante y la tercera mezcla de película de electrodo de cátodo pueden combinarse usando uno o más procesos de cizallamiento inferior, tales como la mezcla, para proporcionar una mezcla que comprenda una pluralidad de fibrillas formadas a partir del segundo componente aglutinante convertido en fibrillas. Por ejemplo, puede formarse una matriz, una red y/o una banda de fibrillas mediante la formación de fibrillas del segundo componente aglutinante para proporcionar el soporte estructural deseado para uno o más de otros componentes de la mezcla. En algunas realizaciones, la mezcla puede incluir el uso de un mezclador de palas. En algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Waring®. En algunas realizaciones, el mezclador puede comprender un mezclador Cyclomix™. En algunas realizaciones, el uso de un proceso de formación de fibrillas de cizallamiento inferior en el bloque 310 puede proporcionar ventajosamente la formación de fibrillas del segundo componente aglutinante reduciendo o evitando al mismo tiempo la exposición del material activo de cátodo al procesamiento de alto cizallamiento.

En el bloque 312, la cuarta mezcla de película de electrodo de cátodo puede comprimirse para formar una película de electrodo de cátodo. En algunas realizaciones, la cuarta mezcla de película de electrodo de cátodo puede comprimirse calandrando la mezcla para formar la película de electrodo. En algunas realizaciones, la cuarta mezcla de película de electrodo de cátodo puede calandrarse para formar una película de electrodo de cátodo de partículas secas independiente. En algunas realizaciones, la película de electrodo puede unirse, tal como a través de un proceso de laminación, a un colector de corriente correspondiente para formar un cátodo, tal como al primer colector de corriente 108 o al segundo colector de corriente 110 de la Figura 1.

En algunas realizaciones, la compresión de la mezcla de película de electrodo de cátodo para formar una película independiente puede realizarse a una temperatura suficiente para fundir un componente aglutinante fusible, tal como PVDF. Por ejemplo, la compresión de la mezcla de película de electrodo para formar una película de electrodo

independiente puede realizarse a temperaturas superiores a aproximadamente 140 °C, incluyendo de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 300 °C o de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 200 °C. En algunas realizaciones, la película de electrodo puede laminarse con un colector de corriente en la misma etapa o en etapas separadas. En algunas realizaciones, la laminación de una película de electrodo con un colector de corriente puede conseguirse con temperaturas de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C o de aproximadamente 160 °C a 200 °C.

Ejemplo 1 (Comparativo)

La Figura 4 muestra rendimientos de capacidad específica de tres semiceldas de batería de iones de litio durante un primer ciclo de litación y deslitación. Cada semicelda incluía un ánodo que comprendía una composición aglutinante como se muestra en la Figura 4. El rendimiento se muestra como una función de la tensión del electrodo, expresado en voltios (V) en el eje Y, frente a la capacidad específica de grafito del ánodo correspondiente durante la carga y la descarga de cada celda, expresada en miliamperios-hora por gramo (mAh/g), se muestra en el eje X. El primer conjunto de tres curvas inclinadas hacia arriba a la derecha indica el proceso de deslitación, o descarga, de cada celda. El segundo conjunto de tres curvas inclinadas hacia abajo a la derecha indica el proceso de litación, o carga, de cada celda. Como se muestra en la figura, los ánodos correspondientes a las curvas de deslitación y litación de la Figura 4 incluyen películas de electrodo que tienen un aglutinante que consiste esencialmente en PTFE, PVDF o PE, respectivamente. La capacidad de litación de primer ciclo para cada ánodo corresponde al punto de las curvas de litación donde la tensión del electrodo es aproximadamente cero. La capacidad de deslitación de primer ciclo para cada electrodo corresponde al punto de las curvas de deslitación donde la tensión del electrodo es de aproximadamente 2 voltios. La pérdida de capacidad irreversible es la diferencia entre estos dos números.

El ánodo hecho del aglutinante de PE se formó usando un proceso de fabricación en seco. El proceso de fabricación en seco fue de la siguiente manera: se mezclaron minuciosamente grafito (aproximadamente 90 gramos, por ejemplo, polvo de grafito G5 disponible en Conoco Phillips), aditivo de negro de carbono conductor (aproximadamente 2 gramos, por ejemplo, negro de carbono conductor Super P disponible en Timcal) y polietileno (aproximadamente 8 gramos, por ejemplo, disponible en DuPont). El polvo resultante se calandró en una película de electrodo de ánodo independiente. La película de electrodo se laminó sobre una lámina de cobre recubierta con carbono para proporcionar el ánodo. El ánodo hecho del aglutinante de PTFE se preparó usando un proceso en seco similar al utilizado para fabricar el ánodo que comprende el aglutinante de poliolefina. El ánodo hecho del aglutinante de PVDF se preparó a partir de un recubrimiento de suspensión en húmedo. Los tres ánodos se fabricaron usando una mezcla de película de electrodo que comprendía aproximadamente el 90 % en peso de grafito, aproximadamente el 2 % en peso de carbono conductor y aproximadamente el 8 % en peso del aglutinante.

Se formó una semicelda de batería de iones de litio usando cada uno de los tres ánodos correspondientes de la siguiente manera: se colocó un separador de poliolefina sobre metal de litio (16 milímetros de diámetro perforado de una cinta metálica de litio de 0,750 milímetros, disponible en Sigma Aldrich), sobre el que se colocó el ánodo mencionado anteriormente para formar una pila de electrodos. Un electrolito que comprendía hexafluorofosfato de litio (LiPF_6) aproximadamente 1 molar (1 M) en un disolvente que comprendía carbonato de etileno (EC) y carbonato de etil-metilo (EMC) en una relación de aproximadamente 3:7, se aplicó a la pila de electrodos y la pila de electrodos y el electrolito combinados se sellaron para formar la semicelda de batería de iones de litio.

La Figura 5 proporciona una tabla que resume los rendimientos de capacidad específica de litación y deslitación de primer ciclo de los ánodos comparativos correspondientes a los gráficos que se muestran en la Figura 4. Como demuestran los resultados que se muestran en la Figura 4 y la tabla que se muestra en la Figura 5, el electrodo hecho de aglutinante de PTFE formado usando un proceso en seco y grafito tiene una mayor pérdida de capacidad irreversible (aproximadamente 127 miliamperios-hora por gramo (mAh/g), basándose en el peso del grafito), que el electrodo hecho de aglutinante de polietileno (PE) formado mediante un proceso en seco y grafito (aproximadamente 30 mAh/g, basándose en el peso del grafito), y el electrodo formado a partir de PVDF recubierto con suspensión y grafito (aproximadamente 23 mAh/g, basándose en el peso del grafito). En consecuencia, como se muestran en las Figuras 4 y 5, un ánodo con el aglutinante de polietileno tiene las ventajas de que ambos se forman a partir de un proceso en seco, proporcionando al mismo tiempo una menor pérdida de capacidad irreversible durante la carga y la descarga iniciales.

Ejemplo 2 (Comparativo)

La Figura 6 muestra el rendimiento de capacidad específica de semicelda de un ánodo de batería de iones de litio durante un primer ciclo de litación y deslitación del ánodo, de acuerdo con otra realización. La tensión del electrodo, expresada en voltios (V) se muestra en el eje Y, y la capacidad específica de grafito del ánodo correspondiente durante la carga y la descarga iniciales del ánodo, expresada en miliamperios-hora por gramo (mAh/g), se muestra en el eje X. Las curvas de deslitación y litación de la Figura 6 corresponden a una semicelda que tiene un ánodo que incluye un aglutinante compuesto que consiste esencialmente en PVDF y PE en una relación de masas de aproximadamente 1:1. El ánodo se fabricó usando aproximadamente el 90 % en peso de grafito, aproximadamente el 2 % en peso de carbono conductor y aproximadamente el 8 % en peso del aglutinante. El ánodo y la semicelda correspondientes a la Figura 6 se prepararon usando métodos similares a los descritos anteriormente en el Ejemplo 1 para el ánodo que

comprende el aglutinante de poliolefina.

Como se muestra en el rendimiento de capacidad de primer ciclo de litación y deslitación de la Figura 6, la pérdida de capacidad irreversible fue de aproximadamente 50 mAh/g basándose en el peso del grafito (aproximadamente el 90 % en peso de carga en el electrodo). Con referencia al Ejemplo 1 y a las Figuras 4 y 5, este rendimiento de pérdida de capacidad irreversible fue comparable al determinado para los ánodos descritos anteriormente usando aglutinante de PE o aglutinante de PVDF. Los resultados mencionados anteriormente de los Ejemplos 1 y 2 indican que los ánodos pueden prepararse usando aglutinante de PE o sistemas mixtos de aglutinante a base de PE, tal como un aglutinante hecho de PE y PVDF, en una técnica de fabricación de electrodos en seco, consiguiendo al mismo tiempo rendimientos electroquímicos similares a los derivados habitualmente de un método de recubrimiento de suspensión en húmedo de PVDF. Dichos sistemas reducen la degradación y la pérdida de capacidad irreversible mencionadas anteriormente inherentes a muchos electrodos en seco formados usando únicamente aglutinante de PTFE, evitando al mismo tiempo los costes de secado inherentes a un método de suspensión de PVDF en húmedo.

Ejemplo 3 (Comparativo)

Las Figuras 7A a 7C muestran rendimientos de capacidad específica durante los primeros ciclos de litación y deslitación de semiceldas electroquímicas que incluyen ánodos hechos de aglutinante que consisten esencialmente en un aglutinante de PTFE, o un material aglutinante compuesto de PTFE que consiste esencialmente en PTFE y el otro material enumerado. Como se muestra en estas figuras, se proporcionan semiceldas que incluyen ánodos que comprenden, cada uno, uno de los tres materiales aglutinantes compuestos de PTFE diferentes. Los rendimientos de capacidad específica durante los primeros ciclos de litación y deslitación se muestran en las Figuras 7A y 7B, respectivamente. La tensión del electrodo, expresada en voltios (V), se muestra en el eje Y, y la capacidad específica de grafito durante la carga y la descarga iniciales de cada celda, expresada en miliamperios-hora por gramo (mAh/g), se muestra en el eje X. En la Figura 7A, un conjunto de curvas inclinadas hacia abajo a la derecha indica el proceso de litación, o carga, de cada celda, y en la Figura 7B, un conjunto de curvas inclinadas hacia arriba a la derecha indica el proceso de deslitación, o descarga, de cada celda. La Figura 7C es una tabla que resume los rendimientos de pérdida de capacidad irreversible de los ánodos basándose en los rendimientos de capacidad específicos de los ánodos respectivos durante el primer ciclo de litación y deslitación que se muestra en las Figuras 7A y 7B.

Los ánodos para cada una de las cuatro semiceldas se prepararon usando un aglutinante de PTFE únicamente, o un material aglutinante compuesto de PTFE. Las Figuras 7A y 7B muestran rendimientos de capacidad específica de una primera semicelda de batería de iones de litio que incluye un ánodo que tiene un aglutinante de PTFE únicamente, una segunda semicelda de batería de iones de litio que incluye un ánodo que tiene un aglutinante hecho de PTFE y polietileno (PE) en una relación de masas de aproximadamente 1:1, una tercera semicelda de batería de iones de litio, hecha de un ánodo que tiene un aglutinante que comprende PTFE y fluoruro de polivinilideno (PVDF) en una relación de masas de aproximadamente 1:1, y una cuarta semicelda de batería de iones de litio hecha de un ánodo que tiene un aglutinante que comprende PTFE y poli(óxido de etileno) (PEO) en una relación de masas de aproximadamente 1:1. Cada uno de los cuatro ánodos se fabricó usando aproximadamente el 92 % en peso de grafito, aproximadamente el 1 % en peso de un aditivo de carbono conductor y aproximadamente el 7 % en peso de un aglutinante compuesto de PTFE. Los ánodos se fabricaron usando el proceso en seco descrito con referencia al Ejemplo 1 y las semiceldas se ensamblaron usando el proceso descrito con referencia al Ejemplo 1. Por ejemplo, se mezclaron minuciosamente aproximadamente 92 gramos (g) de polvo de grafito, aproximadamente 1 gramo de aditivo de carbono conductor, aproximadamente 3,5 gramos de PTFE y aproximadamente 3,5 gramos de polietileno o fluoruro de polivinilideno o poli(óxido de etileno), para proporcionar una mezcla de película de electrodo que comprendía un material aglutinante compuesto de PTFE.

Refiriéndose a las Figuras 7A a 7C, los ánodos preparados usando materiales aglutinantes compuestos de PTFE pueden demostrar una pérdida capacidad irreversible reducida después de la litación y la deslitación de primer ciclo, en comparación con el ánodo que se muestra con aglutinante que consiste esencialmente en el aglutinante de PTFE. Como se muestra en la tabla de la Figura 7C, un ánodo que comprende PTFE y PEO puede demostrar una pérdida de capacidad irreversible significativamente reducida después de los primeros ciclos de litación y deslitación de la celda a base de litio, en comparación con el ánodo que comprende únicamente el aglutinante de PTFE, y puede presentar una capacidad específica de deslitación aumentada.

Refiriéndose a la Figura 7A, la capacidad específica durante el primer ciclo de litación para cada uno de los ánodos de grafito hechos de aglutinante de PTFE o aglutinante compuesto de PTFE que incluía PTFE y PE, o aglutinante de PTFE y PVDF, mostró un amplio aumento de tensión por debajo de 1 voltio (V). Un aumento de tensión amplio de este tipo puede indicar la degradación de PTFE. El ánodo hecho del sistema de aglutinante compuesto usando PTFE y PEO presentó un perfil de aumento de tensión reducido por debajo de 1 V en su primer ciclo de litación, por ejemplo, lo que indica la aparición de una degradación relativamente menor de PTFE.

En las Figuras 8A y 8B se comparan rendimientos de capacidad específica durante los primeros ciclos de litación y deslitación de un ánodo hecho de un aglutinante compuesto de PTFE que incluye PTFE y PEO, con la de un ánodo hecho de un sistema aglutinante de PVDF recubierto de suspensión en húmedo conocido en la técnica. El aglutinante compuesto de PTFE se formó a partir del PTFE y el PEO en una relación de masas de aproximadamente 1:1. El ánodo

formado a partir del aglutinante compuesto de PTFE se fabricó usando aproximadamente el 92 % en peso de grafito, aproximadamente el 1 % en peso de un aditivo de carbono conductor y aproximadamente el 7 % en peso de un aglutinante compuesto de PTFE, y se usó el proceso en seco descrito con referencia al Ejemplo 1. Las semiceldas para cada uno de los ánodos se ensamblaron usando el proceso descrito con referencia al Ejemplo 1.

Como se muestra en las Figuras 8A y 8B, los rendimientos de capacidad específica de primera litación y deslitación del ánodo formado a partir del sistema de aglutinante de PTFE y PEO pueden ser superiores a los de un ánodo fabricado usando un PVDF recubierto de suspensión en húmedo, demostrando al mismo tiempo una pérdida de capacidad específica irreversible comparable.

Los resultados mencionados anteriormente del Ejemplo 3 indican que los electrodos pueden prepararse usando sistemas de aglutinante compuesto de PTFE en una técnica de fabricación de electrodo en seco, consiguiendo al mismo tiempo rendimientos electroquímicos similares o mejores que los derivados habitualmente de un método de recubrimiento de suspensión en húmedo de PVDF. Dichos sistemas reducen la degradación y la pérdida de capacidad irreversible mencionadas anteriormente inherentes a muchos electrodos en seco formados usando sistemas aglutinantes que consisten esencialmente en PTFE, evitando al mismo tiempo los costes de secado inherentes a un método de suspensión de PVDF en húmedo.

Ejemplo 4 (Comparativo)

La Figura 9 muestra rendimientos de capacidad específica durante la carga y la descarga iniciales de una semicelda de batería de iones de litio que incluye un cátodo que comprende un material aglutinante compuesto de PTFE. La Figura 10 muestra los rendimientos de capacidad específica durante la descarga de la semicelda de batería de iones de litio de la Figura 9 a diversas tasas de corriente de descarga. Las Figuras 9 y 10 muestran la tensión de cátodo, expresada en voltios (V), en los ejes Y, y la capacidad específica de NMC, expresada en miliamperios-hora por gramo (mAh/g), en los ejes X. Las tasas de corriente de descarga de la Figura 10 se muestran en tasas C, mostrando la Figura 10 los rendimientos de capacidad específica durante la descarga en tasas de corriente de descarga de aproximadamente 0,1C, aproximadamente 0,2C, aproximadamente 0,5C, aproximadamente 1C y aproximadamente 2C. El cátodo de las Figuras 9 y 10 se fabricó usando procesos en seco que se describen en el presente documento y comprendía aproximadamente 88 g de NMC (por ejemplo, disponible en Umicore), aproximadamente 5 g de carbono activado (por ejemplo, YP80F disponible en Kuraray), aproximadamente 2 g de negro de carbono Ketjenblack (por ejemplo, ECP600JD disponible en Lion), aproximadamente 2 g de PVDF (por ejemplo, Kynar Flex 3121-50 disponible en Arkema) y aproximadamente 3 g de PTFE (por ejemplo, Teflon Tipo 60 disponible en DuPont).

Como se muestra en la Figura 10, el rendimiento de capacidad específica de las semiceldas en general disminuyó con el aumento de la tasa de corriente de descarga. Los cátodos demostraron la capacidad específica de descarga deseada, demostrando, por ejemplo, capacidades específicas de descarga al menos comparables a las de los cátodos fabricados usando tecnología de recubrimiento en húmedo.

Ejemplo 5 (Comparativo)

Las Figuras 11A a 15 muestran rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación iniciales de semiceldas de batería de iones de litio que tienen ánodos en los que se combinaron los componentes de los ánodos respectivos a diversas temperaturas. Las Figuras 11A, 12A, 13A, 14A muestran la tensión de ánodo en el eje Y respectivo, expresada en voltios (V), y la capacidad específica en el eje X respectivo, basándose en el peso del grafito en el ánodo correspondiente, expresada en miliamperios-hora por gramo (mAh/g). Las Figuras 11B, 12B, 13B y 14B son tablas que resumen el rendimiento de capacidad de carga específica, en mAh/g, el rendimiento de capacidad de descarga específica, en mAh/g, y el rendimiento en % de pérdida de capacidad irreversible, de las semiceldas que se muestran en la Figura 11A, 12A, 13A y 14A, respectivamente. La Figura 15 es una tabla que enumera las condiciones de procesamiento de los ánodos correspondientes a las Figuras 11 a 14, junto con el rendimiento en % de pérdida de capacidad irreversible promedio correspondiente.

Los ánodos de las semiceldas de las Figuras 11A a 14B se prepararon usando un proceso de fabricación en seco. Los ánodos se formaron a partir de mezclas de película de electrodo que comprendían aproximadamente el 92 % en peso de grafito, aproximadamente el 1 % en peso de aditivo de carbono conductor y aproximadamente el 7 % en peso de aglutinante. Como se analiza con más detalle en el presente documento, el aglutinante comprendía un aglutinante de PVDF y/o un aglutinante compuesto de PTFE.

Las Figuras 11A y 11B muestran rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de semiceldas que incluyen ánodos que comprenden un aglutinante de PVDF. Los componentes de la película de electrodo de ánodo se combinaron, tal como mediante mezcla, en condiciones ambientales (por ejemplo, sin enfriamiento), y se procesaron adicionalmente mediante un molino de chorro. Por ejemplo, los ánodos de las semiceldas correspondientes a curvas representadas en la Figura 11A incluían grafito, aditivo de carbono conductor y PVDF. Una temperatura de la mezcla que comprendía el grafito, aditivo de carbono conductor y PVDF durante la mezcla fue de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 75 °C. Por ejemplo, el recipiente de mezcla en el que se mezclaron los componentes de ánodo se mantuvo a aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C.

Posteriormente, la mezcla combinada se molió por chorro. La Figura 11B muestra una tabla que resume el rendimiento de capacidad de carga específica y el rendimiento de capacidad de descarga específica, en mAh/g, y el % de pérdida de capacidad irreversible, de cada semicelda que se muestra en la Figura 11A. Por ejemplo, como se muestra en las Figuras 11A y 11B, un ánodo que comprendía un aglutinante de PVDF, donde se combinaron componentes de la mezcla de película de electrodo de ánodo a temperatura ambiente, puede demostrar un % de pérdida de capacidad irreversible de aproximadamente el 18 %.

Las Figuras 12A y 12B muestran rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de semiceldas que incluían ánodos hechos de aglutinante que consistía esencialmente en PTFE. Se combinaron componentes de las películas de electrodo de ánodo de las Figuras 12A y 12B, tal como mediante mezcla, en condiciones ambientales (por ejemplo, sin enfriamiento), y se procesaron adicionalmente mediante un molino de chorro. Por ejemplo, los ánodos de las semiceldas correspondientes a curvas representadas en la Figura 12A incluían grafito, aditivo de carbono conductor y PTFE. Una temperatura de la mezcla que comprendía el grafito, aditivo de carbono conductor y PTFE durante la mezcla fue de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 75 °C. Por ejemplo, el recipiente de mezcla en el que se mezclaron los componentes de ánodo se mantuvo a aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C. Posteriormente, la mezcla combinada se molió por chorro. La Figura 12B es una tabla que resume el rendimiento de capacidad de carga específica y el rendimiento de capacidad de descarga específica, en mAh/g, y el % de pérdida de capacidad irreversible, de cada semicelda que se muestra en la Figura 12A. Por ejemplo, como se muestra en las Figuras 12A y 12B, un ánodo hecho de aglutinante que consistía esencialmente en PTFE, donde se combinaron componentes de la mezcla de película de electrodo de ánodo a temperatura ambiente, puede demostrar un % de pérdida de capacidad irreversible de aproximadamente el 23 % a aproximadamente el 25 %.

Las Figuras 13A y 13B muestran rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de semiceldas que incluyen ánodos que comprenden un aglutinante compuesto de PTFE, donde se combinaron componentes de las películas de electrodo a temperaturas reducidas y se procesaron adicionalmente mediante un molino de chorro. Los ánodos incluían un material aglutinante compuesto de PTFE que comprendía PTFE y PVDF en una relación de masas de aproximadamente 1:1. Por ejemplo, los ánodos correspondientes a curvas representadas en la Figura 13A incluyen grafito, aditivo de carbono conductor, PVDF y PTFE. La mezcla que comprendía el grafito, aditivo de carbono conductor y PVDF durante la mezcla fue a una temperatura de aproximadamente -196 °C a aproximadamente 20 °C. Por ejemplo, la temperatura del recipiente de mezcla se mantuvo usando enfriamiento con nitrógeno líquido (N₂) (por ejemplo, nitrógeno líquido que tenía una temperatura de aproximadamente -196 °C a aproximadamente 0 °C, o de aproximadamente 77 K a aproximadamente 273 K). El aglutinante, el grafito, el aditivo de carbono conductor y el PVDF después se molieron por chorro. Posteriormente, la mezcla molida por chorro se mezcló a una temperatura de aproximadamente -196 °C a aproximadamente 20 °C (de aproximadamente 77 K a aproximadamente 293 K) con PTFE. Por ejemplo, la temperatura del recipiente de mezcla se mantuvo usando enfriamiento con nitrógeno líquido (N₂) (por ejemplo, nitrógeno líquido que tenía una temperatura de aproximadamente -196 °C a aproximadamente 0 °C, o de aproximadamente 77 K a aproximadamente 273 K).

La Figura 13B muestra una tabla que resume el rendimiento de capacidad de carga específica y el rendimiento de capacidad de descarga específica, en mAh/g, y el % de pérdida de capacidad irreversible, de cada semicelda que se muestra en la Figura 13A. Por ejemplo, como se muestra en las Figuras 13A y 13B, un ánodo que comprende un aglutinante compuesto de PTFE, donde se combinaron componentes de la mezcla de película de electrodo de ánodo a temperaturas reducidas, puede demostrar un % de pérdida de capacidad irreversible de aproximadamente el 23 % a aproximadamente el 25 %.

Las Figuras 14A y 14B muestran rendimientos de capacidad específica durante la litación y la deslitación de semiceldas que incluyen ánodos que comprenden un aglutinante compuesto de PTFE. Se combinaron componentes de las películas de electrodo de las Figuras 14A y 14B, tal como mediante mezcla, en condiciones ambientales (por ejemplo, sin enfriamiento) y se procesaron adicionalmente mediante un molino de chorro. Los ánodos incluían un material aglutinante compuesto de PTFE que comprendía PTFE y PVDF en una relación de masas de aproximadamente 1:1. Por ejemplo, los ánodos correspondientes a curvas representadas en la Figura 14A incluyen grafito, aditivo de carbono conductor, PVDF y PTFE. Una temperatura de la mezcla que comprendía el grafito, aditivo de carbono conductor y PVDF durante la mezcla fue de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 75 °C. Por ejemplo, el recipiente de mezcla en el que se mezclaron los componentes de ánodo se mantuvo a aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C. Posteriormente, la mezcla que comprendía el grafito, aditivo de carbono conductor y PVDF se molieron por chorro y se mezclaron a temperatura ambiente con el PTFE. La mezcla molida por chorro se mezcló a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 75 °C. Por ejemplo, el recipiente de mezcla en el que se mezclaron los componentes del ánodo se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C, mientras que la mezcla que comprendía los componentes de ánodo se encontraba a aproximadamente 50 °C a aproximadamente 75 °C. La Figura 14B muestra una tabla que resume el rendimiento de capacidad de carga específica y el rendimiento de capacidad de descarga específica, en mAh/g, y el % de pérdida de capacidad irreversible, de cada semicelda que se muestra en la Figura 14A. Por ejemplo, como se muestra en las Figuras 14A y 14B, un ánodo que comprende un aglutinante compuesto de PTFE que incluye PTFE y PVDF, donde se combinaron componentes de la mezcla de película de electrodo de ánodo a temperatura ambiente, puede demostrar un % de pérdida de capacidad irreversible de aproximadamente el 16 % a aproximadamente el 18 %.

La Figura 15 es una tabla que enumera un sumario de los rendimientos de capacidad específicos de ánodos de las Figuras 11A a 14B. Por ejemplo, como se muestra en la Figura 15, en algunas realizaciones, un ánodo que comprende PTFE y PVDF fabricado usando un proceso en seco en el que los componentes del ánodo se combinan a temperatura ambiente puede tener una pérdida de capacidad irreversible similar a la de un ánodo que comprende PVDF en el que los componentes del ánodo se combinan a temperatura ambiente usando un proceso en seco. Como se muestra en la tabla de la Figura 10, un ánodo que comprende un aglutinante compuesto de PTFE que incluye PTFE y PVDF en una relación de masas de aproximadamente 1:1, donde los componentes del ánodo se combinaron a temperaturas reducidas (por ejemplo, un proceso de mezcla enfriado por nitrógeno líquido), puede tener una pérdida de capacidad irreversible de primer ciclo aproximadamente un 7 % superior a la de un ánodo de formulación similar mezclado a temperatura ambiente.

En algunas realizaciones, uno o más parámetros en un proceso de combinación de componentes de un ánodo pueden facilitar una pérdida de capacidad irreversible de primer ciclo de ánodo reducida. Por ejemplo, un ánodo fabricado usando una técnica de fabricación de electrodos en seco y que comprende un aglutinante compuesto de PTFE que incluye PTFE y PVDF, donde se combinan componentes del ánodo a temperatura ambiente, puede demostrar una reducción de la pérdida de capacidad de primer ciclo irreversible de ánodo, en comparación con la de un ánodo que tiene una formulación similar en la que se combinan componentes a temperaturas reducidas. Sin estar limitarse a ninguna teoría o modo de funcionamiento particular, en algunas realizaciones, el PVDF puede interrumpir el contacto físico directo entre el PTFE y el grafito. La eficacia de esta interrupción puede depender de la temperatura de procesamiento, por ejemplo, la eficacia puede aumentar cuando la combinación de los componentes se realiza a temperatura ambiente en comparación con cuando se combina a temperaturas reducidas.

Ejemplo 6

En las Figuras 16 a 32 se muestra una comparación de una película de electrodo de cátodo fabricada usando un proceso en húmedo y una película de electrodo de cátodo fabricada de acuerdo con un proceso que se describe en el presente documento. Cada una de las películas de electrodo de cátodo incluía NMC, carbono activado, negro de carbono y un material aglutinante compuesto de PTFE. Las películas de electrodo de cátodo incluían NMC : carbono activado : negro de carbono : PVDF : PTFE en una relación de masas de aproximadamente 88:5:2:2:3. Se usaron imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB) para analizar el tamaño físico, la morfología y/o la eficiencia de dispersión de diversos polvos.

El proceso de fabricación para formar la película de electrodo de cátodo de acuerdo con uno o más procesos que se describen en el presente documento incluyó en primer lugar la mezcla de carbono activado (por ejemplo, YP-17D, por ejemplo, disponible en Kuraray) con polvo seco de PVDF (por ejemplo, polvo seco de PVDF disponible en Arkema) en una relación de masas de aproximadamente 2:1 durante aproximadamente 10 minutos. La duración de la mezcla puede ajustarse para proporcionar la mezcla deseada de carbono activado y PVDF. Por ejemplo, la duración puede seleccionarse basándose en una configuración del mezclador (por ejemplo, un tamaño y/o nivel de cizallamiento proporcionado). La Figura 16 es una imagen de microscopía electrónica de barrido (MEB) a un aumento de 1000x de partículas de carbono activado y la Figura 17 es una imagen de MEB a un aumento de 5000x de las partículas de carbono activado. La Figura 18 es una imagen de MEB a un aumento de 4000x de polvo de PVDF seco y la Figura 19 es una imagen de MEB a un aumento de 10000x del polvo de PVDF seco. La Figura 20 es una imagen de MEB a un aumento de 1000x, mientras que la Figura 21 es una imagen de MEB a un aumento de 4000x, del polvo seco mezclado que comprende el carbono activado y PVDF.

El polvo mezclado resultante que comprende el carbono activado y PVDF se molió por chorro a una presión de alimentación y trituración de aproximadamente 55,16 kPa (80 libras por pulgada cuadrada (psi)). En algunas realizaciones, puede usarse una presión más alta. Por ejemplo, puede usarse una presión de aproximadamente 275,79 kPa (40 psi) a aproximadamente 1034,21 kPa (150 psi). La Figura 22 es una imagen de MEB a un aumento de 1000x del polvo seco molido por chorro que comprende carbono activado y PVDF, mientras que la Figura 23 es una imagen de MEB a un aumento de 5000x del polvo seco molido por chorro.

Se mezclaron NMC (por ejemplo, disponible en Umicore), carbono activado y negro de carbono (por ejemplo, Ketjenblack ECP600JD, disponible en Lion Corporation) hasta que se alcanzó una densidad de compactación de polvo de aproximadamente 2 gramos por mililitro (g/ml).

Este polvo mezclado que comprendía NMC, carbono activado y negro de carbono se combinó con la mezcla molida por chorro que comprendía carbono activado y PVDF combinando las dos mezclas juntas durante aproximadamente 5 minutos. Posteriormente, se añadió PTFE (por ejemplo, disponible en DuPont) mezclando durante aproximadamente 10 minutos adicionales. La duración de la mezcla puede ajustarse para proporcionar la mezcla deseada del polvo mezclado y la mezcla molida por chorro, por ejemplo, para facilitar la formación de una película de electrodo final que tenga las propiedades deseadas (por ejemplo, que tenga la integridad de película deseada y/o la calidad de superficie de película). Por ejemplo, la duración puede seleccionarse basándose en una configuración del mezclador (por ejemplo, un tamaño y/o nivel de cizallamiento proporcionado).

El polvo aglutinante de PVDF seco puede incluir partículas secundarias que son agregados de partículas primarias

(por ejemplo, que tienen un tamaño de aproximadamente 100 nanómetros a aproximadamente 300 nanómetros). Como se muestra en las Figuras 18 y 19, estas partículas secundarias pueden estar en un intervalo de tamaño de decenas de micrómetros (por ejemplo, teniendo un tamaño de aproximadamente 5 micrómetros a aproximadamente 50 micrómetros). Sin estar limitarse a ninguna teoría o modo de funcionamiento particular, la dispersión del polvo de aglutinante de PVDF seco en formulación de polvo de cátodo facilita la formación de películas de partículas secas independientes que demuestran las propiedades de unión deseadas, a la vez que están libres de defectos. Por ejemplo, la reducción y/o la eliminación de los agregados de partículas secundarias pueden facilitar la formación de películas de electrodo de cátodo libres de defectos. La reducción y/o la eliminación deseadas de los agregados de partículas secundarias pueden conseguirse procesando el polvo de PVDF seco con carbono activado en una relación de masas de 2 a 1. Como se describe en el presente documento, también pueden ser adecuadas otras relaciones. Los agregados de partículas de PVDF más grandes pueden observarse en las Figuras 20 y 21 después de procesarlos mediante mezcla solamente. Las Figuras 22 y 23 muestran la misma dispersión de polvo de las Figuras 20 y 21 después de una etapa adicional de molienda por chorro. Puede observarse claramente que los agregados de partículas de PVDF más grandes de las Figuras 20 y 21 han desaparecido después de la molienda por chorro, facilitando de este modo la fabricación de películas de cátodo sin defectos indeseados, tales como marcas en la superficie, orificios o huecos, y/o vetas oscuras.

La película de electrodo de cátodo comparativa fabricada usando un proceso en húmedo se fabricó usando látex de PVDF. La película de electrodo de cátodo comparativa fabricada usando látex de PVDF tenía una composición de NMC : carbono activado : negro de carbono : PVDF : PTFE en una relación de masas de aproximadamente 88:5:2:2:3. La película de electrodo de cátodo comparativa se fabricó pulverizando una primera porción del carbono activado (por ejemplo, YP-17D disponible en Kuraray) con látex de PVDF (por ejemplo, disponible en Arkema) en una relación de masas de aproximadamente 2:1 para formar una pasta. La Figura 24 es una imagen de MEB a un aumento de 5000x de látex de PVDF y la Figura 25 es una imagen de MEB a un aumento de 10000x del látex de PVDF. La Figura 26 es una imagen de MEB a un aumento de 200x, mientras que la Figura 27 es una imagen de MEB a un aumento de 500x, del polvo seco que incluye el carbono activado y látex de PVDF después de que ambos se hubieran mezclado.

La pasta se secó a aproximadamente 110 °C durante aproximadamente 16 horas. Después, la pasta seca se mezcló durante aproximadamente 1 minuto. Se mezclaron NMC (por ejemplo, disponible en Umicore), una segunda porción de carbono activado y negro de carbono (por ejemplo, Ketjenblack ECP600JD disponible en Lion Corporation) para conseguir una densidad de compactación de polvo de aproximadamente 2 g/ml. Este polvo se mezcló con la pasta seca que comprendía la primera porción del polvo de carbono activado y látex de PVDF durante aproximadamente 10 minutos. Posteriormente, se añadió PTFE (por ejemplo, disponible en DuPont) y la mezcla se mezcló durante 20 minutos adicionales.

Como se muestra en las Figuras 24 y 25, aunque el aglutinante de látex de PVDF incluía partículas de PVDF primarias bien dispersas (por ejemplo, en un régimen de tamaño de aproximadamente unos pocos cientos de nanómetros como se muestra en estas figuras), las Figuras 26 y 27 mostraron agregados de partículas grandes cuando el látex de PVDF se mezcló con carbono activado. Estos agregados más grandes pueden transmitir vetas oscuras y/o marcas menores en la superficie de películas independientes resultantes, reduciendo de este modo la calidad de las películas de electrodo terminadas.

La Figura 28 muestra dos fotografías que comparan las películas de electrodo de cátodo producidas usando látex de PVDF y polvo de PVDF seco. La Figura 29 proporciona una fotografía de cerca de la película de electrodo de cátodo producida usando látex de PVDF. Como puede observarse en la Figura 29, la película de electrodo de cátodo tiene defectos en la superficie. La Figura 30 proporciona una fotografía de cerca de la película de cátodo producida usando PVDF seco. Como puede observarse en la Figura 30, la película de electrodo de cátodo fabricada usando polvo de PVDF seco no demuestra defectos en la superficie.

La Figura 31 es una imagen óptica a un aumento de 3x de la superficie de película de cátodo fabricada usando el látex de PVDF. La Figura 31 muestra una veta negra que tiene una longitud de aproximadamente 4 milímetros de longitud en la película. La Figura 32 es una imagen óptica a un aumento de 3x de la superficie de película de cátodo fabricada usando polvo de PVDF seco. En la Figura 32 no se observa ninguna veta de color negro. En consecuencia, como se demuestra en las Figuras 28-32, cuando se aplica el método de procesamiento por molino por chorro para dispersar PVDF seco en presencia de carbono activado, puede fabricarse una película de electrodo de cátodo sin defectos en la superficie.

REIVINDICACIONES

1. Un método de fabricación de una película de electrodo de cátodo independiente para su uso en un dispositivo de almacenamiento de energía, que comprende:

combinar una primera porción de un material de carbono activado y al menos un componente de un material aglutinante compuesto para formar una primera mezcla, en donde el al menos un componente comprende al menos uno de fluoruro de polivinilideno (PVDF), un copolímero de PVDF y poli(óxido de etileno) (PEO);
someter la primera mezcla que comprende la primera porción del material de carbono activado y el al menos un componente del material aglutinante compuesto a un proceso de alto cizallamiento;
combinar una primera porción de un material activo seleccionado de un óxido metálico de litio, un sulfuro de litio o una combinación de los mismos, con una segunda porción de un material de carbono activado y un aditivo de carbono conductor para formar una segunda mezcla;
combinar la segunda mezcla con la primera mezcla después de la etapa de sometimiento;
añadir politetrafluoroetileno (PTFE) a la segunda mezcla para formar una tercera mezcla; y calandrar la tercera mezcla de película de electrodo para formar la película de electrodo de cátodo independiente; en donde el método es un proceso de fabricación en seco en el que no se usan disolventes.

2. El método de la reivindicación 1, en donde el al menos un componente comprende PVDF, o en donde una relación de masas de PTFE con respecto al al menos un componente es de 1:3 a 3:1, o preferentemente en donde la combinación comprende combinar el carbono activado y el PVDF en una relación de masas de 1:1 a 5:1.

3. El método de la reivindicación 1, en donde el proceso de alto cizallamiento comprende molienda por chorro.

4. El método de la reivindicación 1, en donde el material activo comprende un óxido metálico de litio.

5. El método de la reivindicación 4, en donde el material activo comprende óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto, óxido de litio y manganeso, fosfato de litio y hierro, óxido de litio y cobalto u óxido de litio, níquel, cobalto y aluminio.

6. Una película de electrodo de cátodo fabricada mediante el método de la reivindicación 1, que comprende:

el material de carbono activado, el aditivo de carbono conductor y el material activo seleccionado de un óxido metálico de litio, un sulfuro de litio o una combinación de los mismos;
en donde la película de electrodo comprende el material aglutinante compuesto que comprende politetrafluoroetileno (PTFE) y al menos uno de fluoruro de polivinilideno (PVDF), un copolímero de PVDF y poli(óxido de etileno) (PEO); y
en donde la película de electrodo de cátodo es una película de electrodo independiente.

7. La película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6, en donde el material activo comprende un óxido metálico de litio.

8. La película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6, en donde el material aglutinante compuesto comprende hasta el 90 % en peso de PTFE o en donde la película de electrodo comprende del 5 % en peso al 10 % en peso del material aglutinante compuesto.

9. La película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6, en donde el material aglutinante compuesto comprende el PTFE y uno de entre el PVDF, copolímero de PVDF o PEO, o preferentemente en donde el material aglutinante compuesto comprende una relación de masas de 1:5 a 5:1 del PTFE con respecto al PVDF, el PTFE con respecto al copolímero de PVDF, o el PTFE con respecto al PEO, o más preferentemente en donde el material aglutinante compuesto comprende una relación de masas de 1:3 a 3:1 del PTFE con respecto al PVDF, el PTFE con respecto al copolímero de PVDF, o el PTFE con respecto al PEO.

10. La película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6, en donde los porcentajes en peso de los componentes en seco de la película de electrodo y los porcentajes en peso de los componentes de una mezcla de película de electrodo de partículas secas son iguales.

11. Un dispositivo de almacenamiento de energía que comprende la película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6; o preferentemente en donde el dispositivo de almacenamiento de energía comprende la película de electrodo de cátodo de la reivindicación 6 y un ánodo que comprende un material aglutinante compuesto de ánodo que comprende politetrafluoroetileno (PTFE) y al menos uno de fluoruro de polivinilideno (PVDF), un copolímero de PVDF y poli(óxido de etileno) (PEO).

12. El dispositivo de almacenamiento de energía de la reivindicación 11, en donde la película de electrodo de cátodo comprende un material compuesto de cátodo y en donde el material aglutinante compuesto de cátodo es diferente del material aglutinante compuesto de ánodo.

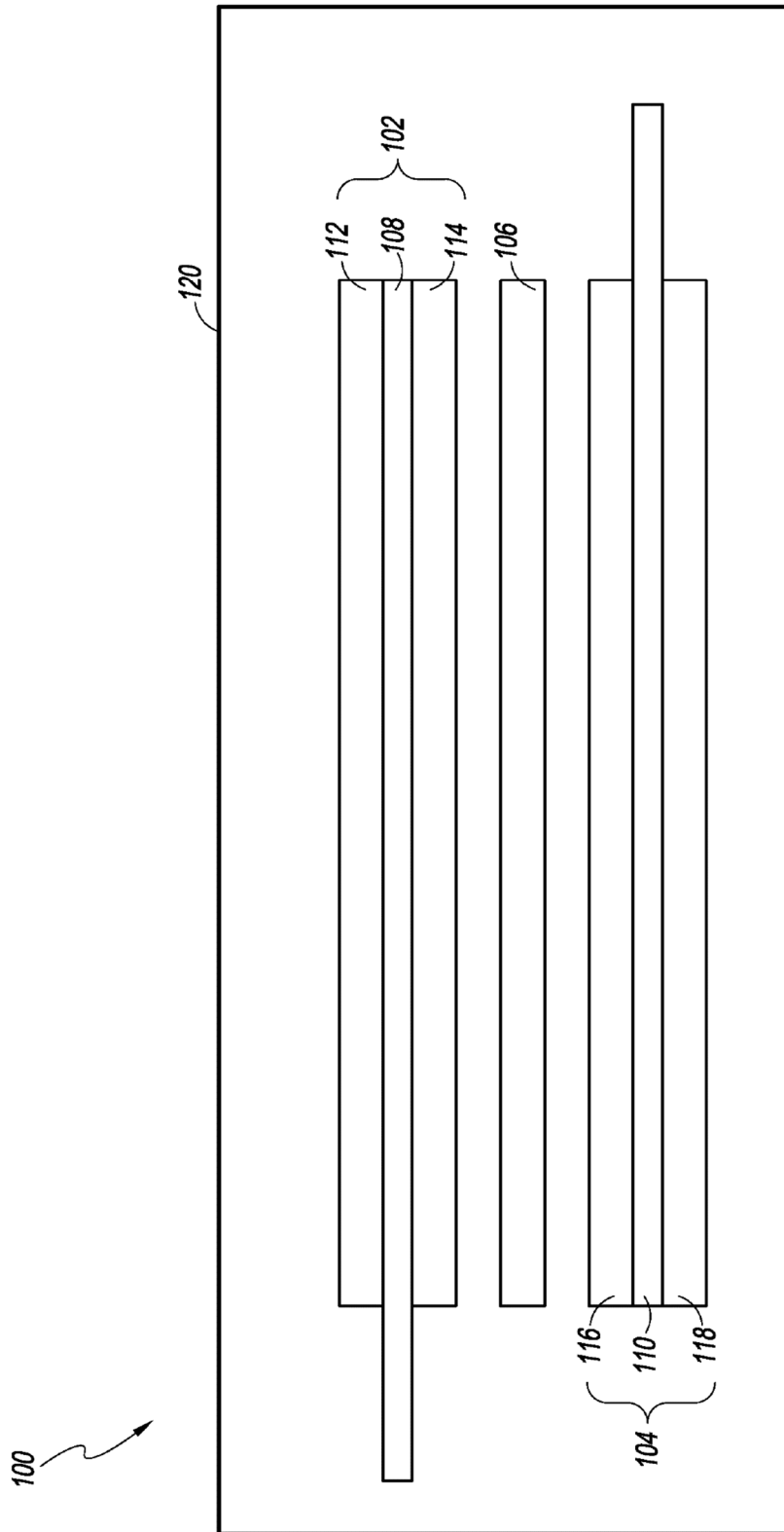


FIG. 1

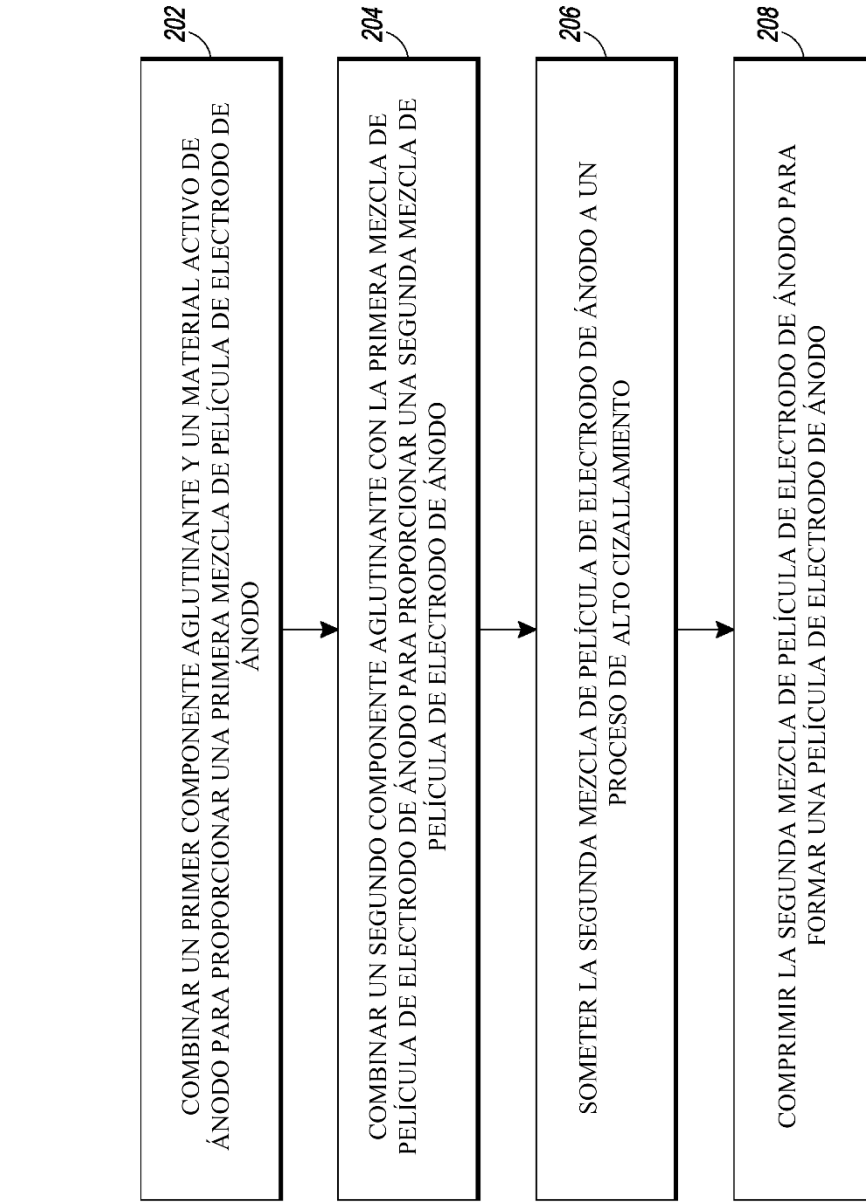


FIG. 2 (Realización no reivindicada)

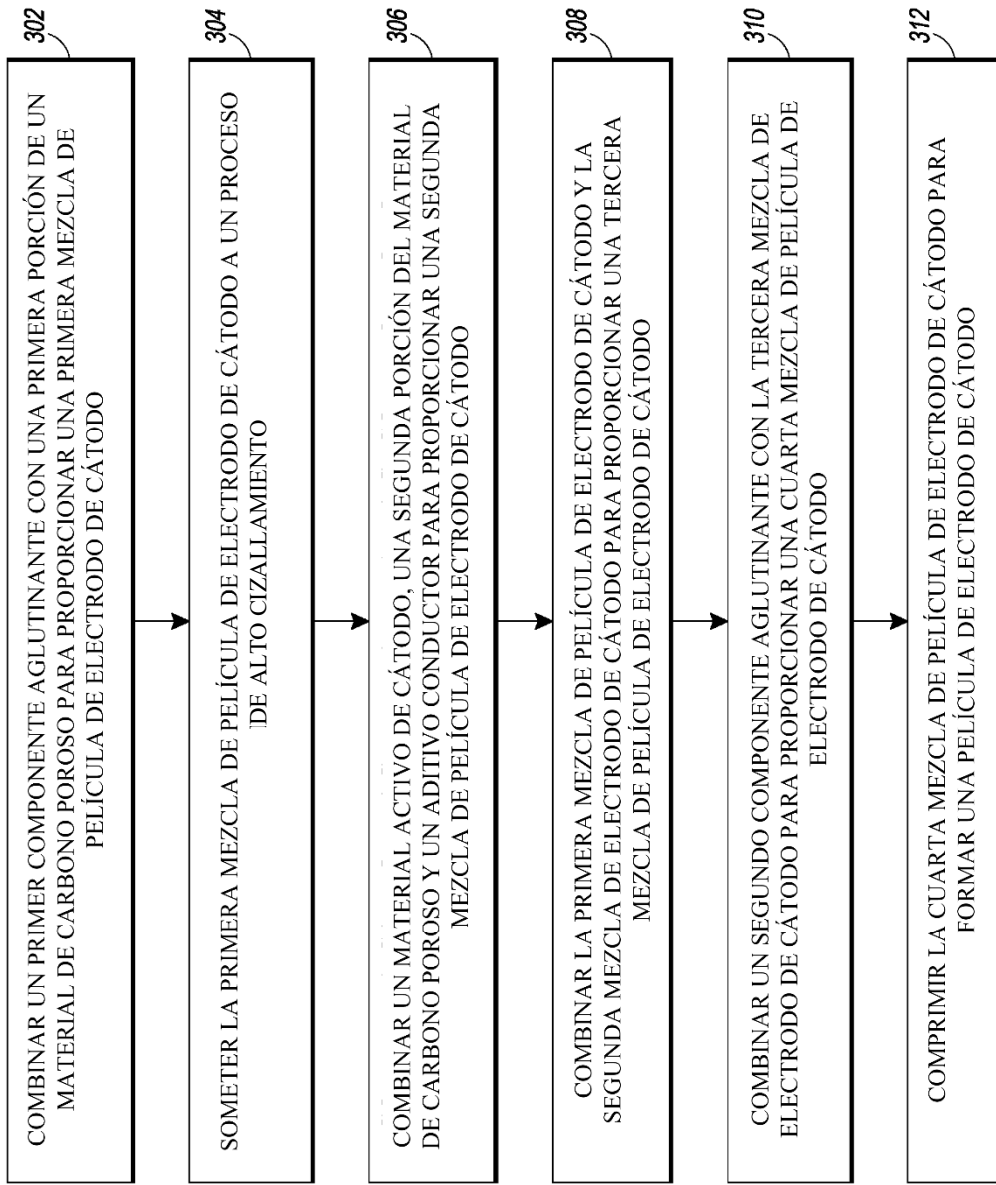
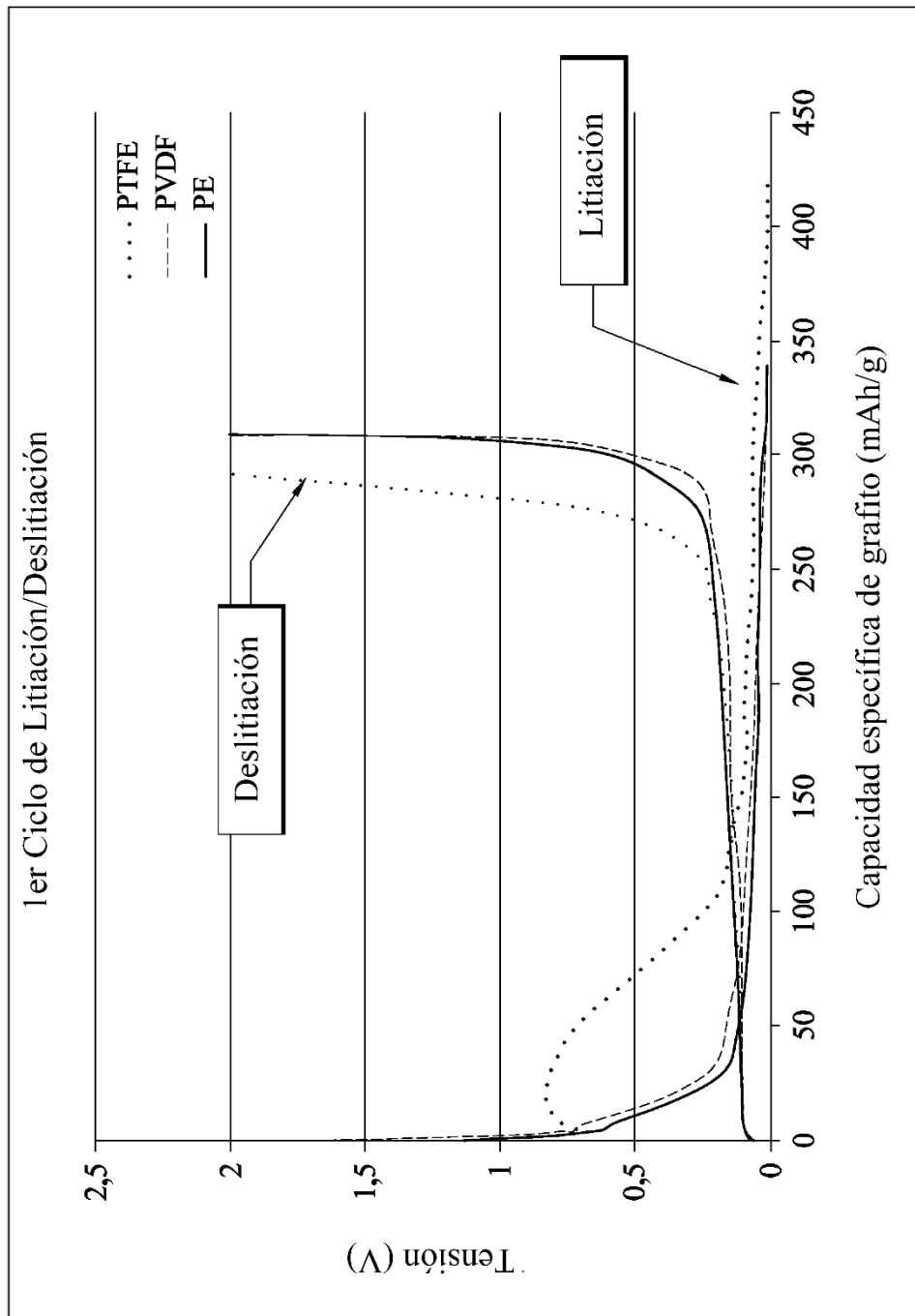
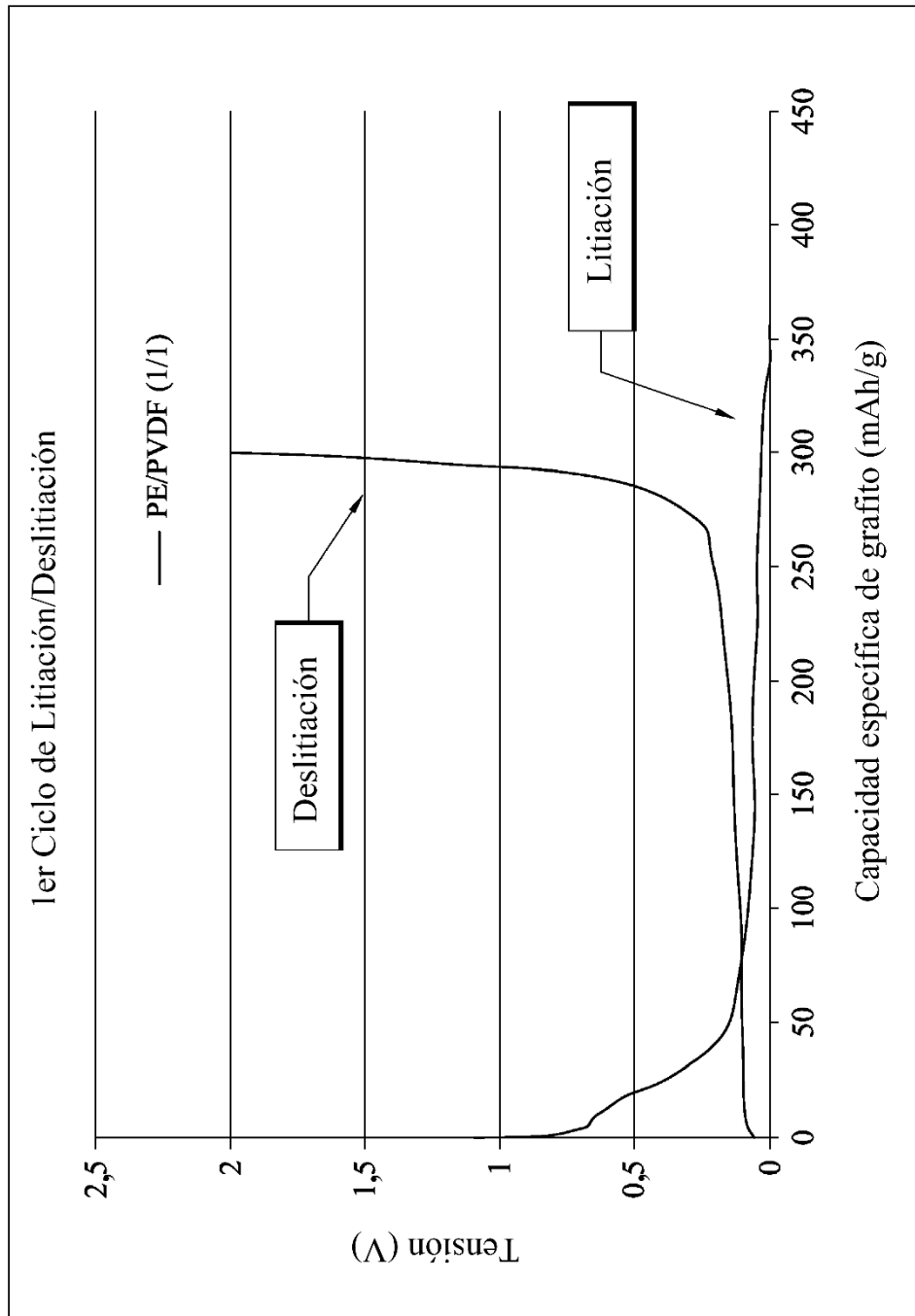


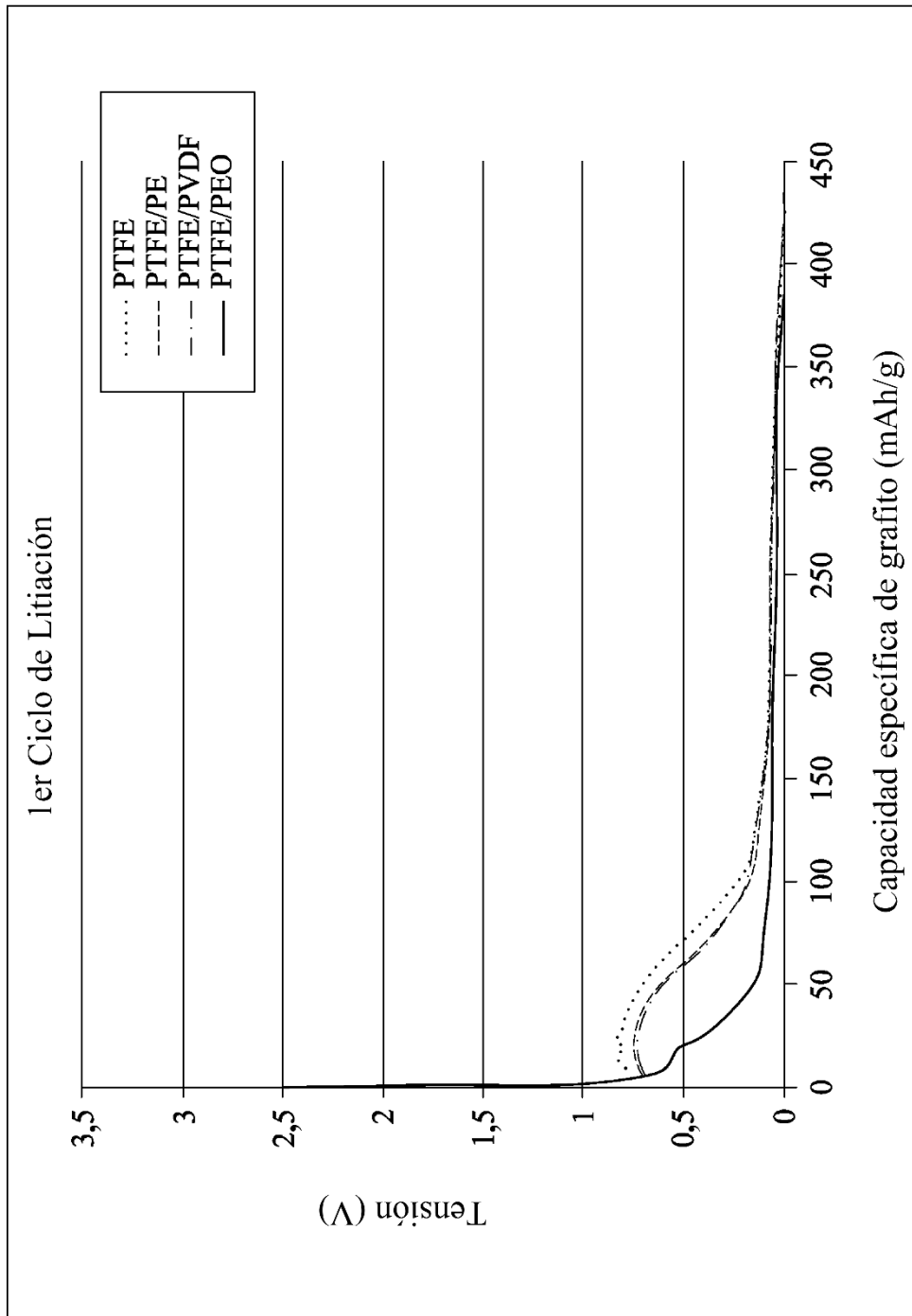
FIG. 3

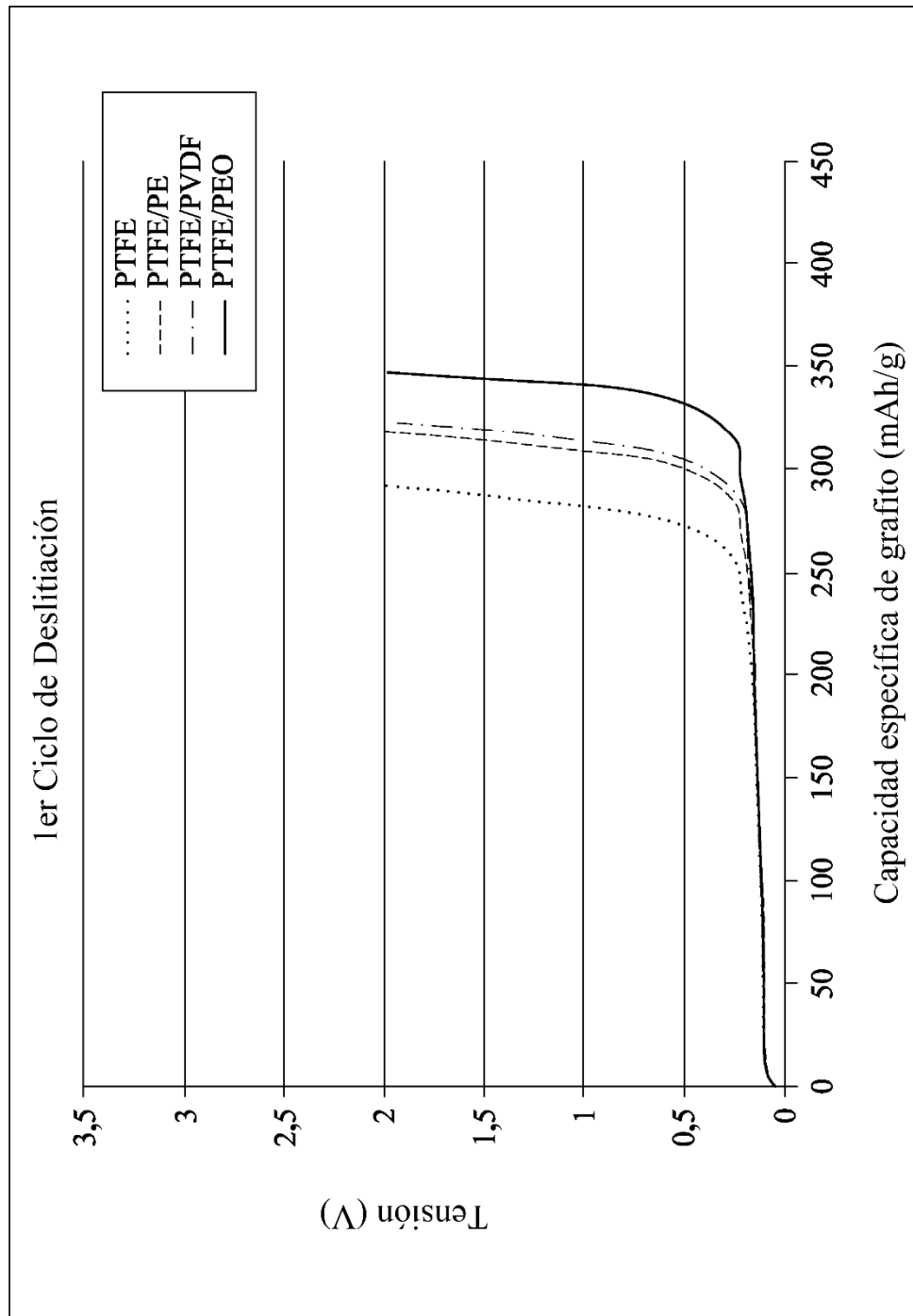
**FIG. 4** (Realización no reivindicada)

Aglutinante	Capacidad de 1a Litiación (mAh/g)	Capacidad de 1a Deslitiación (mAh/g)	Capacidad Irreversible (mAh/g)
PTFE	418	291	127
PVDF	332	309	23
PE	339	309	30

FIG. 5 (Realización no reivindicada)

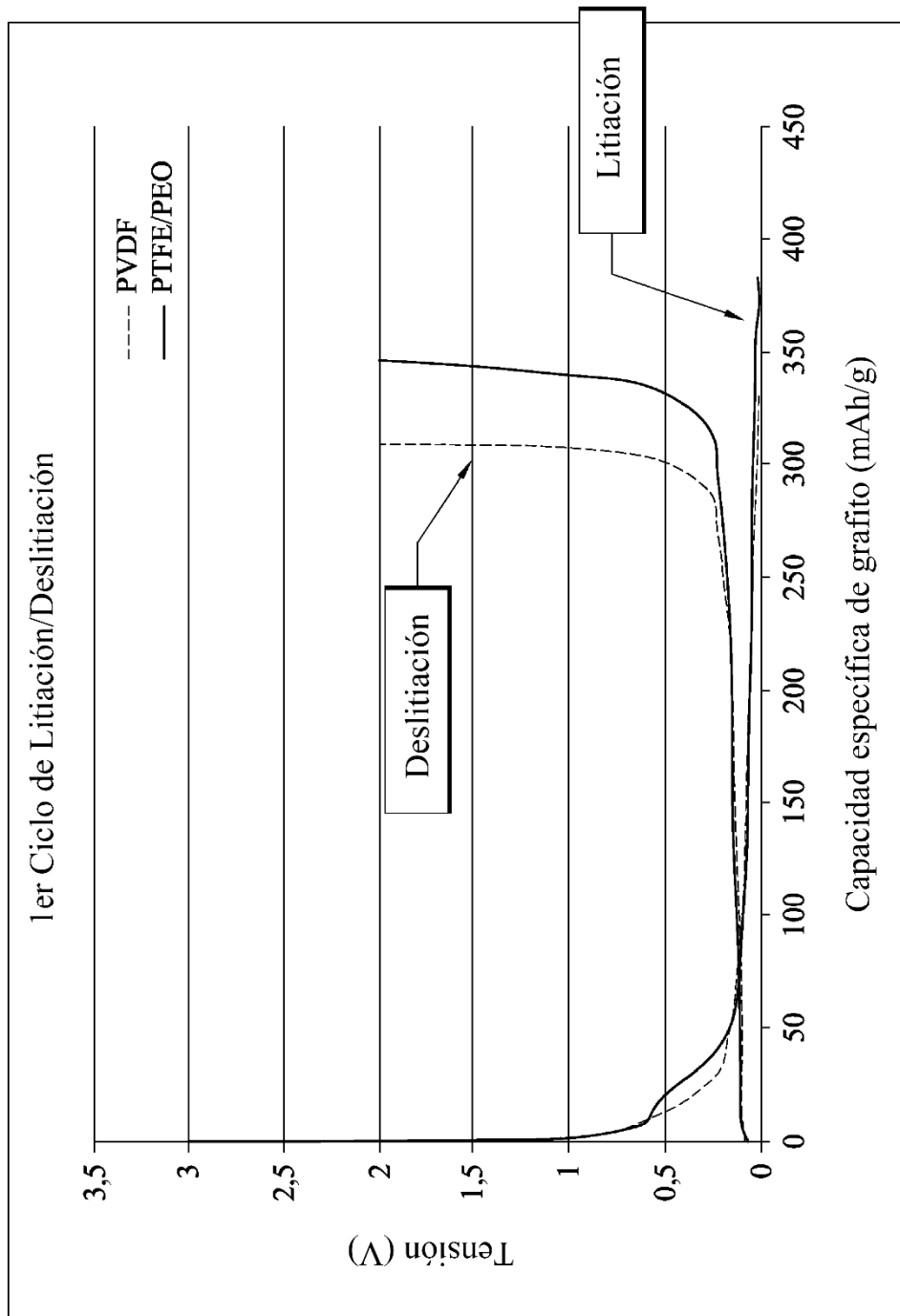
**FIG. 6** (Realización no reivindicada)

**FIG. 7A** (Realización no reivindicada)

**FIG. 7B** (Realización no reivindicada)

Aglutinante	Capacidad de la 1a Litiación (mAh/g)	Capacidad de la 1a Deslitiación (mAh/g)	Capacidad Irreversible (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
PTFE	418	291	127	30
PTFE/PE	422	317	105	25
PTFE/PVDF	435	323	112	26
PTFE/PEO	382	346	36	9

FIG. 7C (Realización no reivindicada)

**FIG. 8A** (Realización no reivindicada)

Aglutinante	Capacidad de la 1a Litiación (mAh/g)	Capacidad de la 1a Deslitiación (mAh/g)	Capacidad Irreversible (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
PTFE/PEO (seco)	382	346	36	9
PVDF (húmedo)	332	309	23	7

FIG. 8B (Realización no reivindicada)

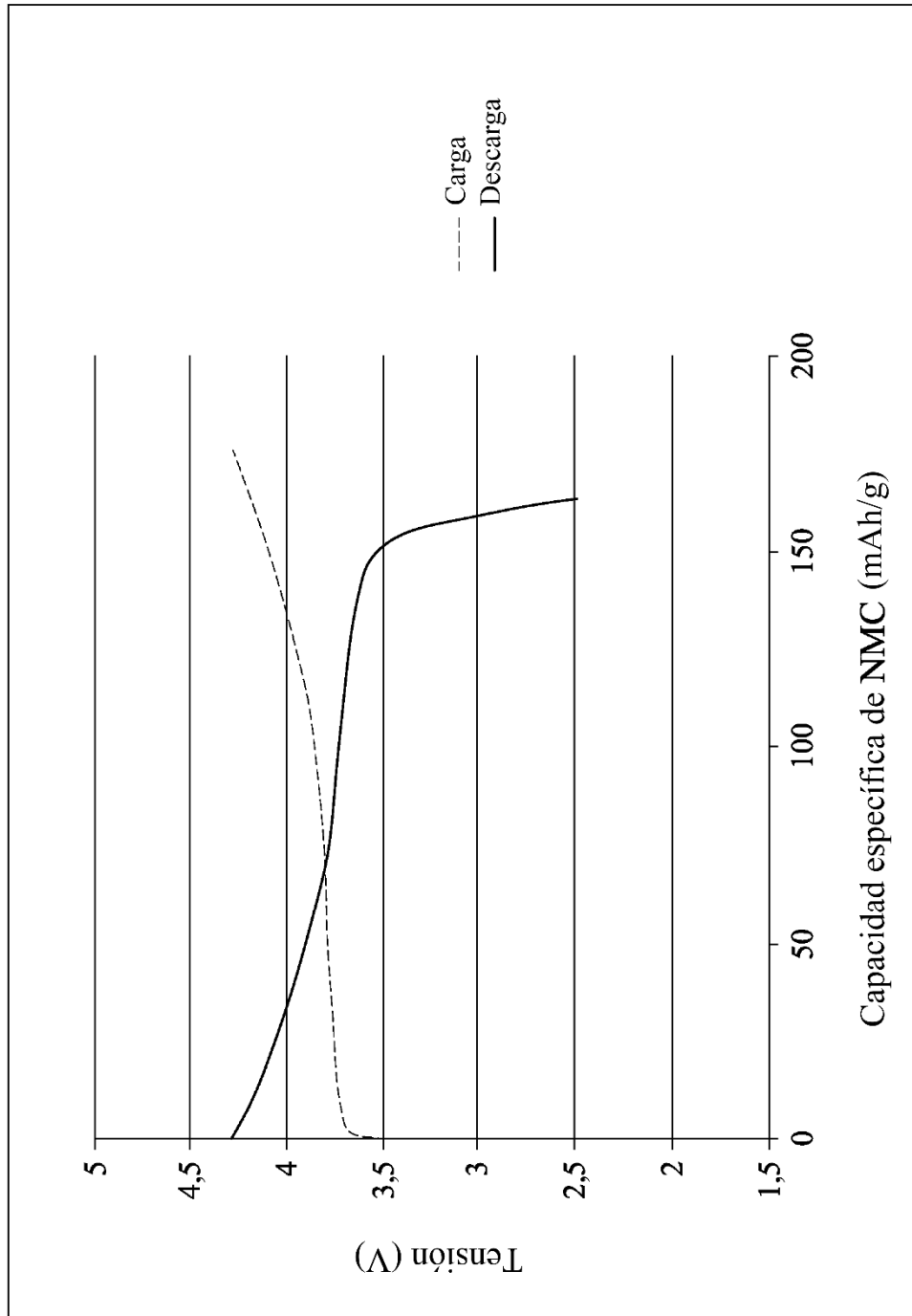


FIG. 9

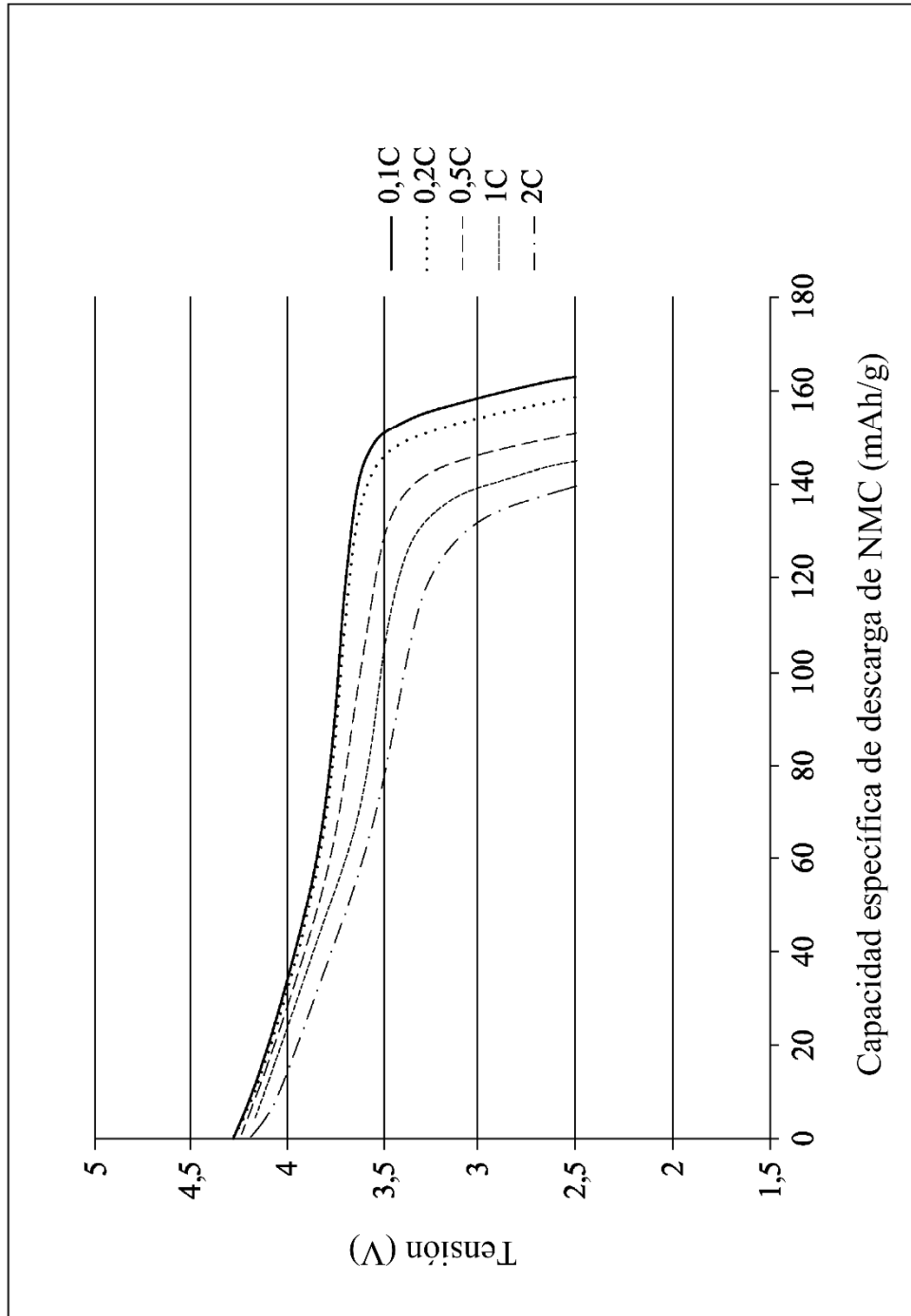


FIG. 10

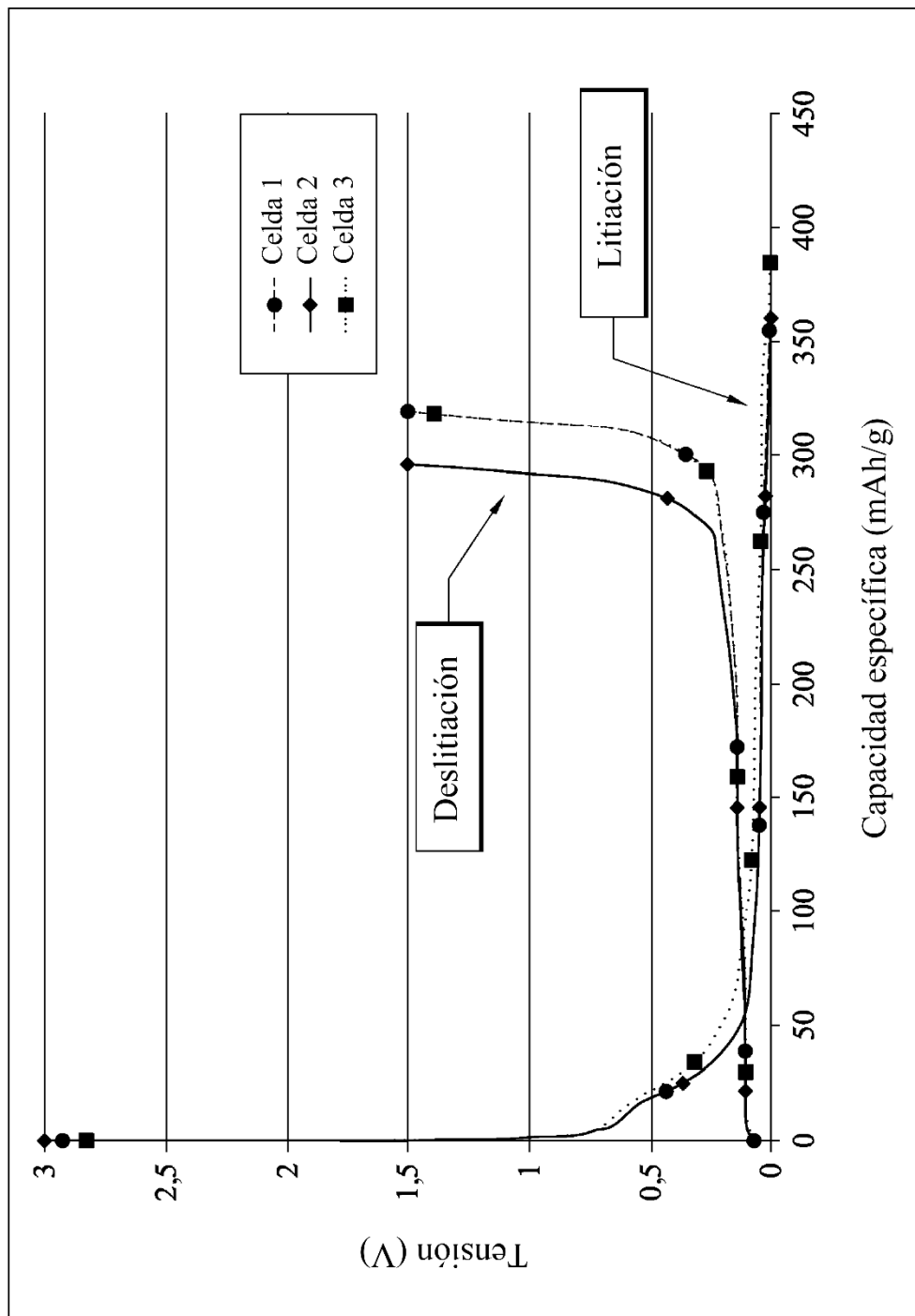


FIG. IIA

	Capacidad de Carga Específica (mAh/g)	Capacidad de Descarga Específica (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
Celda 1	388	319	17,8
Celda 2	364	296	18,7
Celda 3	385	317	17,7

FIG. IIB

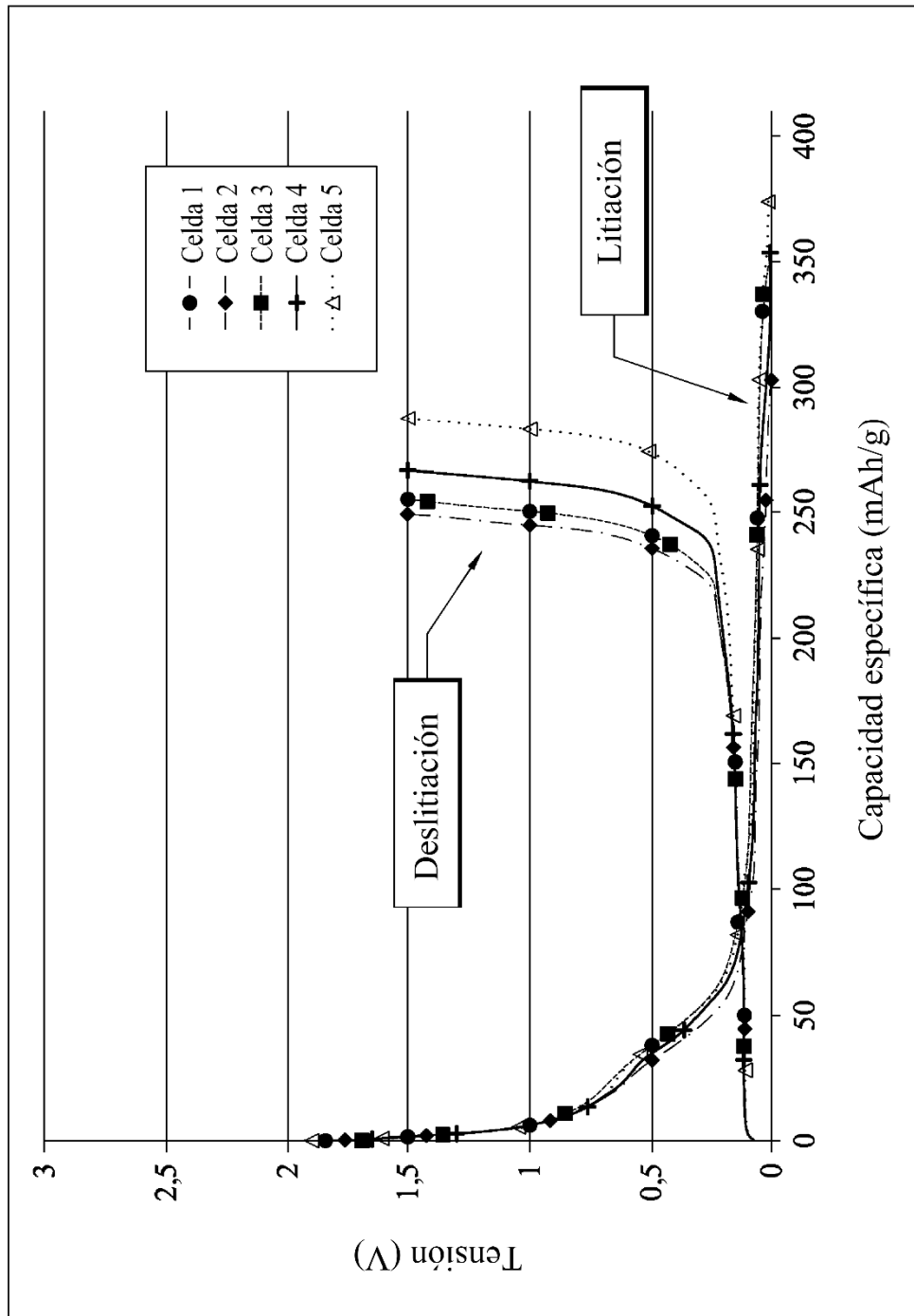


FIG. 12A

	Capacidad de Carga Específica (mAh/g)	Capacidad de Descarga Específica (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
Celda 1	341	255	25,1
Celda 2	330	248	24,9
Celda 3	370	280	24,4
Celda 4	338	254	24,8
Celda 5	374	287	23,1

FIG. 12B

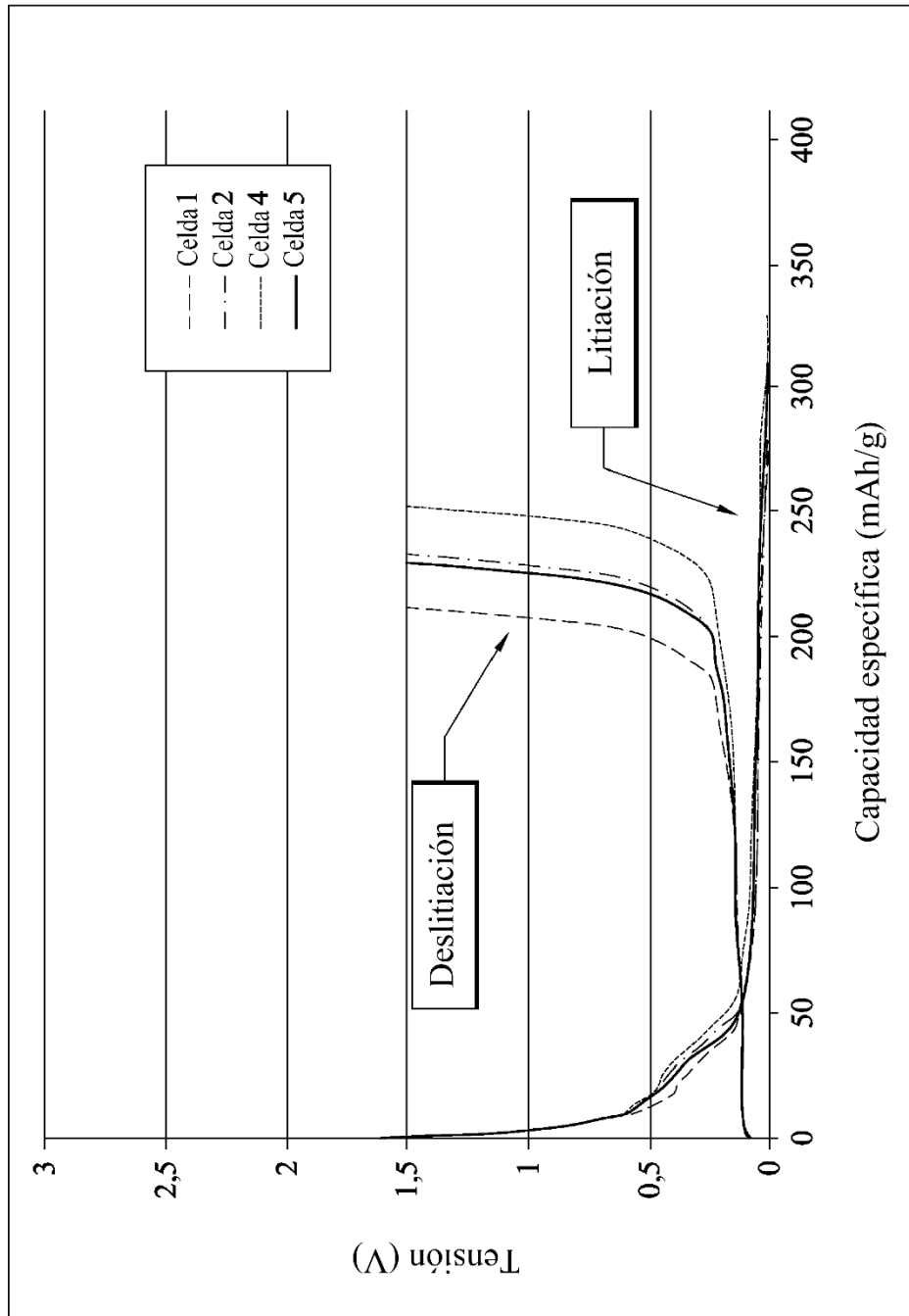


FIG. 13A

	Capacidad de Carga Específica (mAh/g)	Capacidad de Descarga Específica (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
Celda 1	286	213	25,8
Celda 2	311	234	24,8
Celda 4	331	254	23,3
Celda 5	305	231	24,4

FIG. 13B

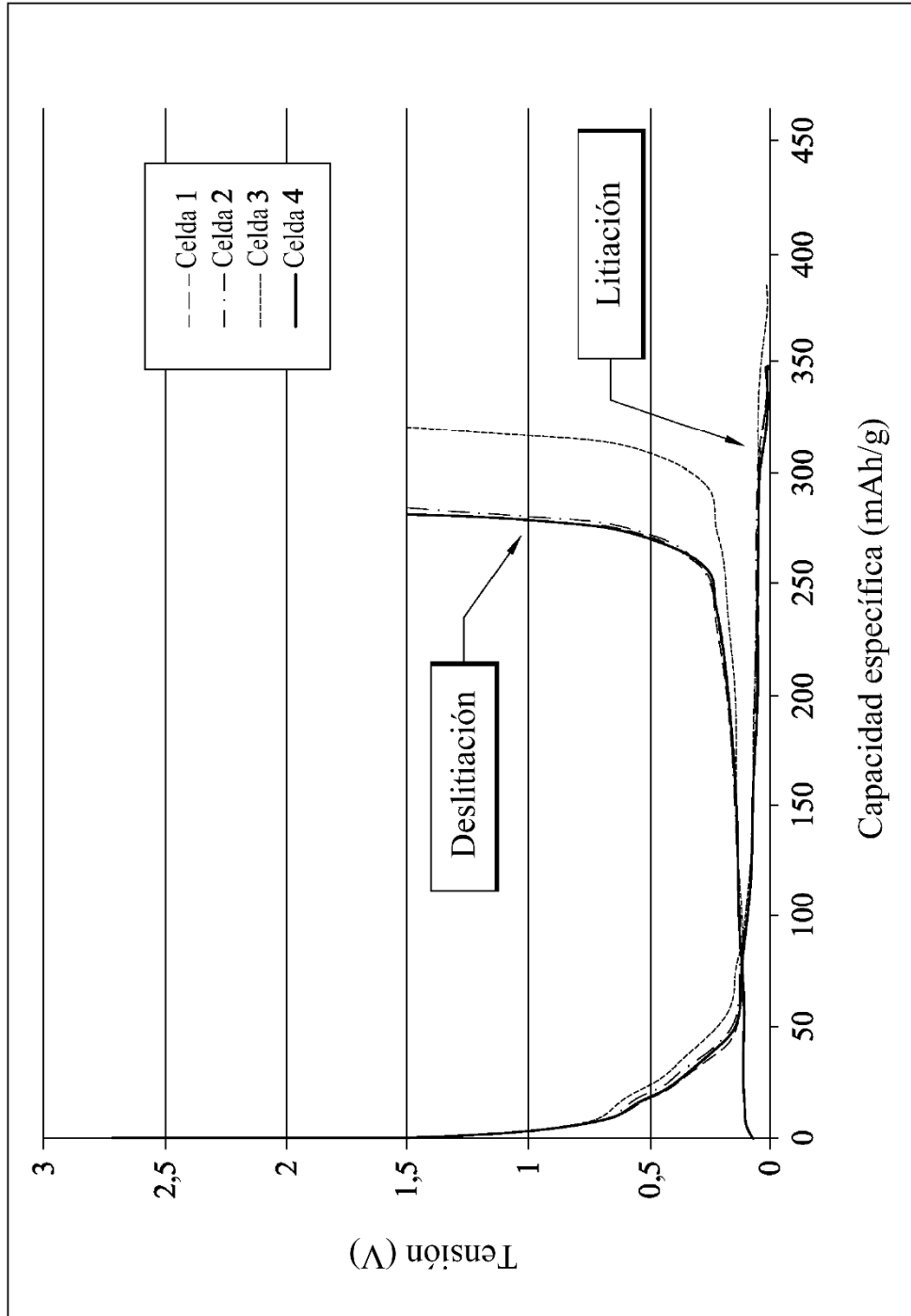


FIG. 14A

	Capacidad de Carga Específica (mAh/g)	Capacidad de Descarga Específica (mAh/g)	Capacidad Irreversible (%)
Celda 1	344	281	18,1
Celda 2	348	284	18,3
Celda 3	385	321	16,6
Celda 4	343	282	17,8

FIG. 14B

Aglutinante	Condiciones de procesamiento de polvo	Capacidad Irreversible Promedio (%)
PVDF	Mezclado a temperatura ambiente	18
PTFE	Mezclado a temperatura ambiente	24,5
PTFE/PVDF	Enfriado antes de mezclar	24,6
PTFE/PVDF	Mezclado a temperatura ambiente	17,7

FIG. 15

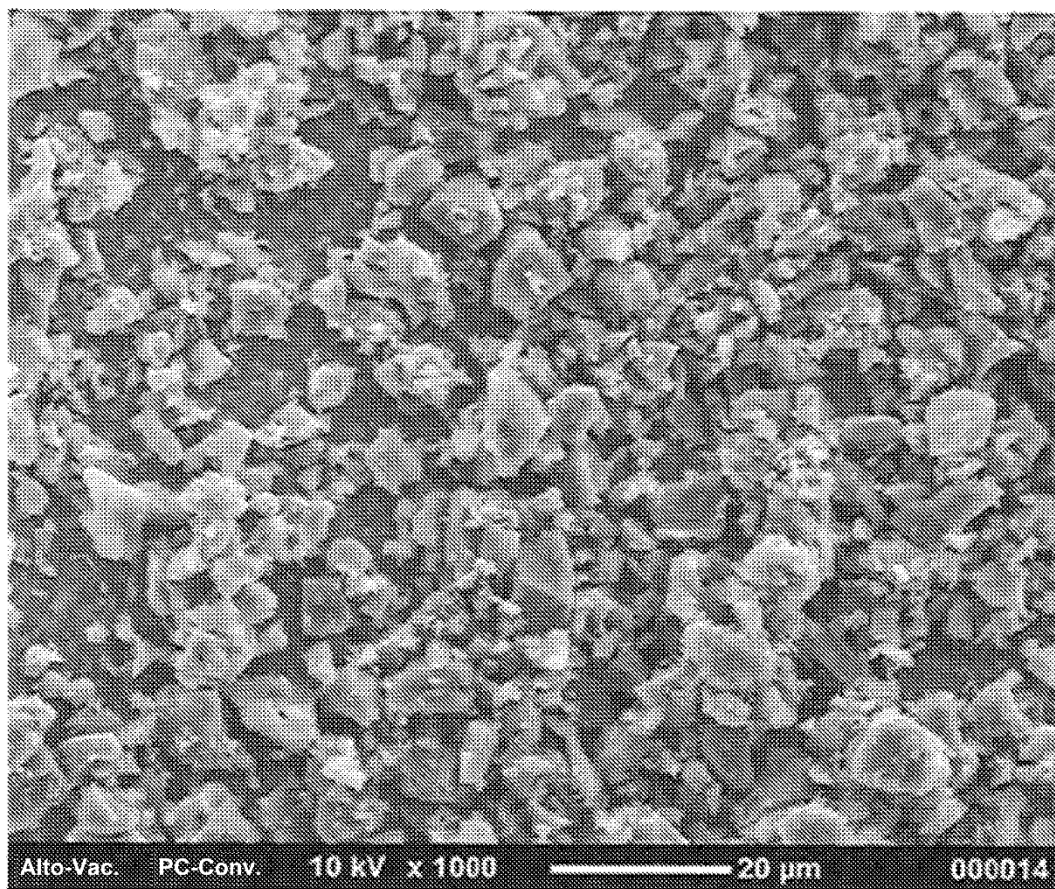


FIG. 16

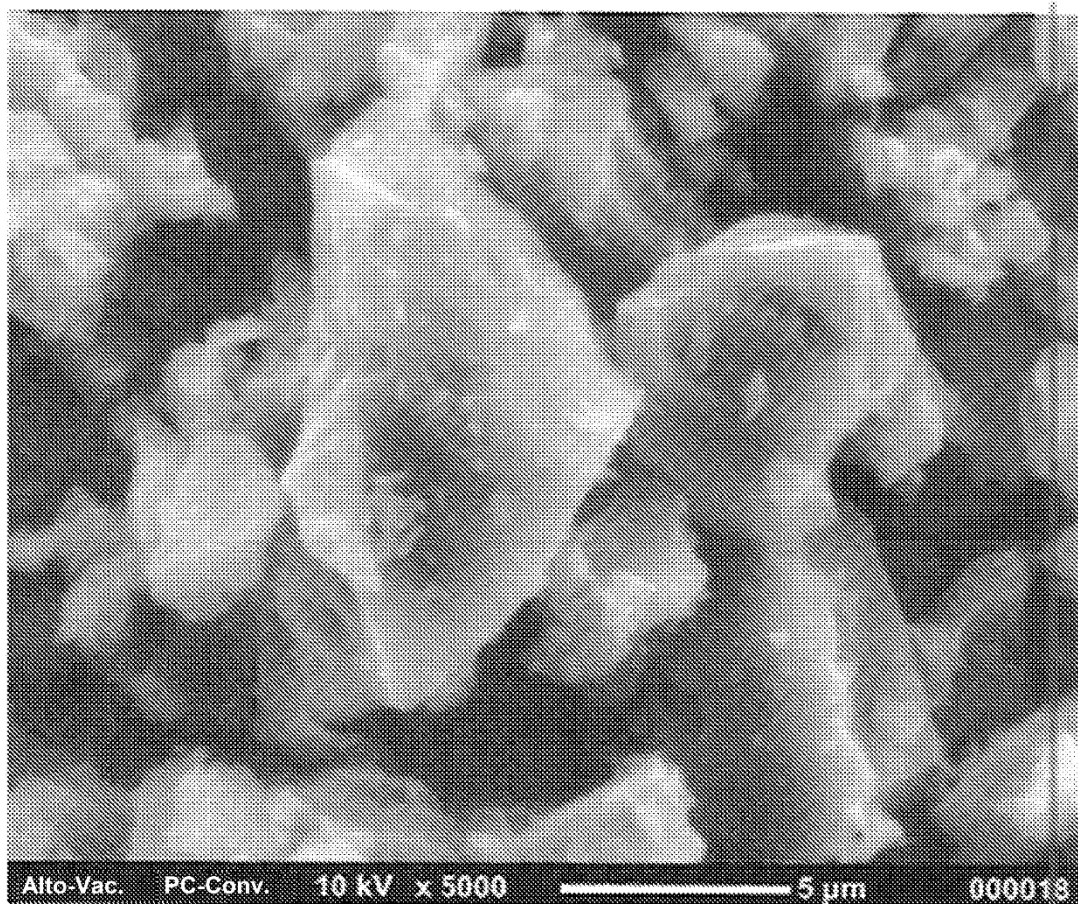


FIG. 17

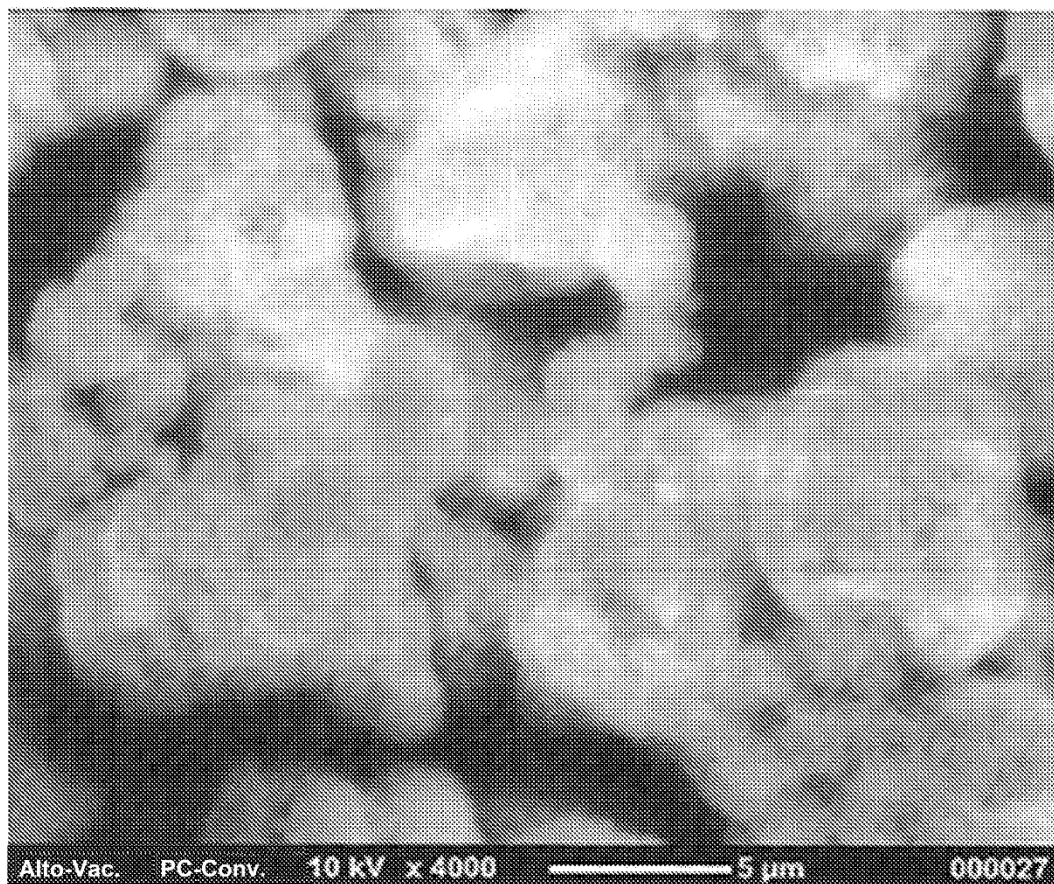


FIG. 18

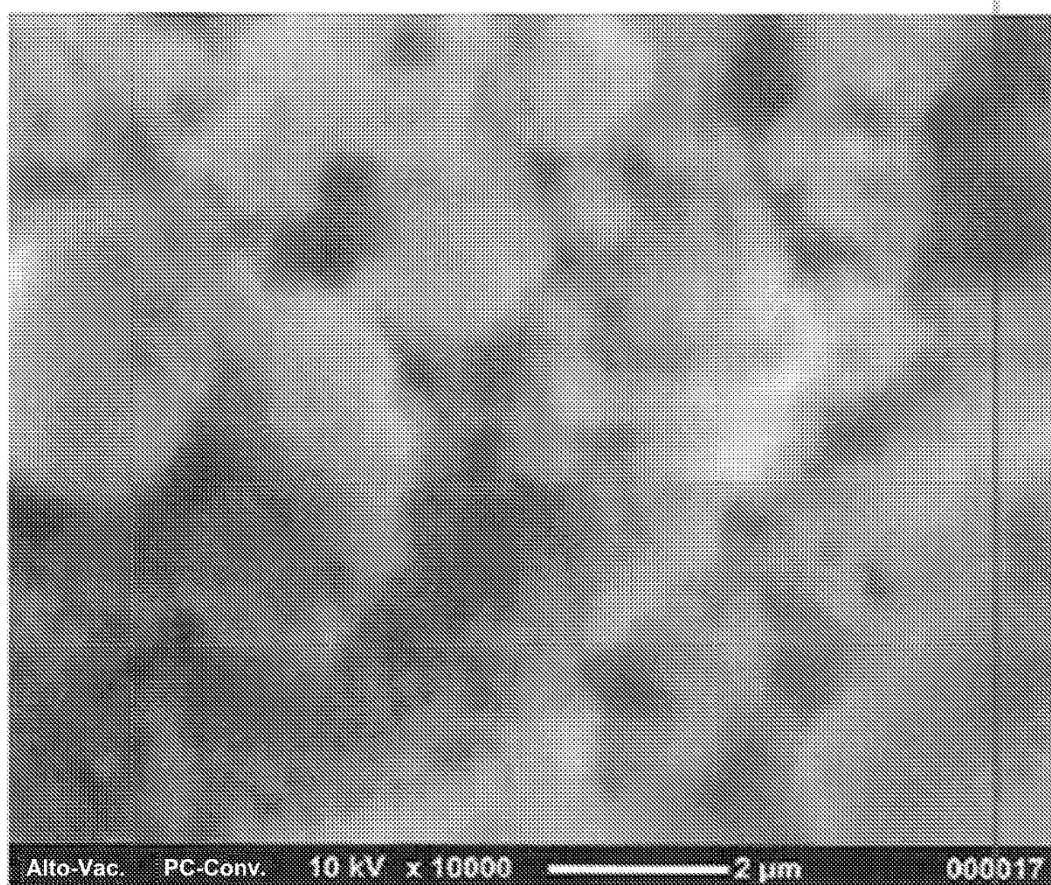


FIG. 19

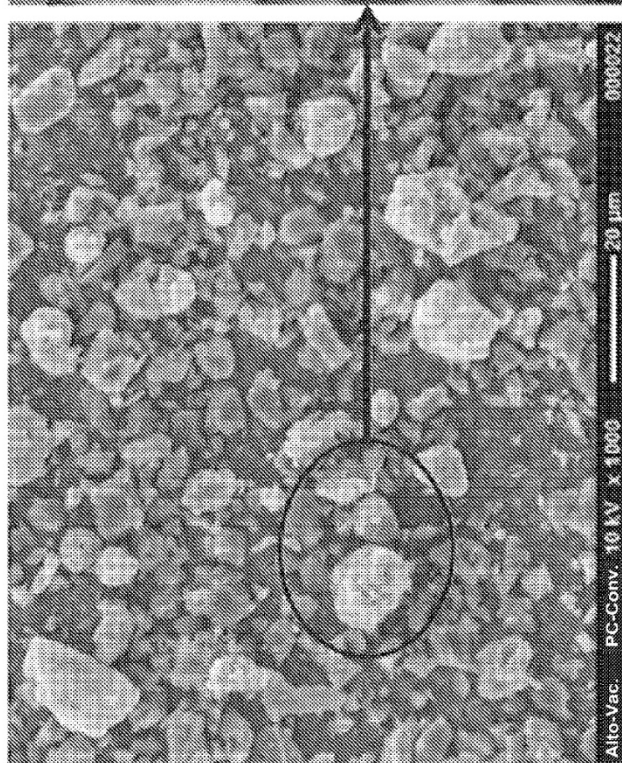


FIG. 20

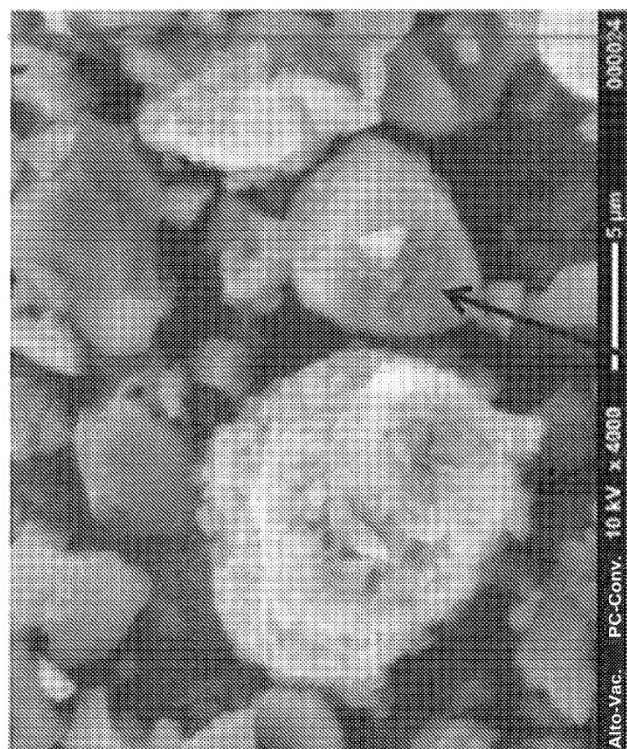


FIG. 21

Agregados de PVDF

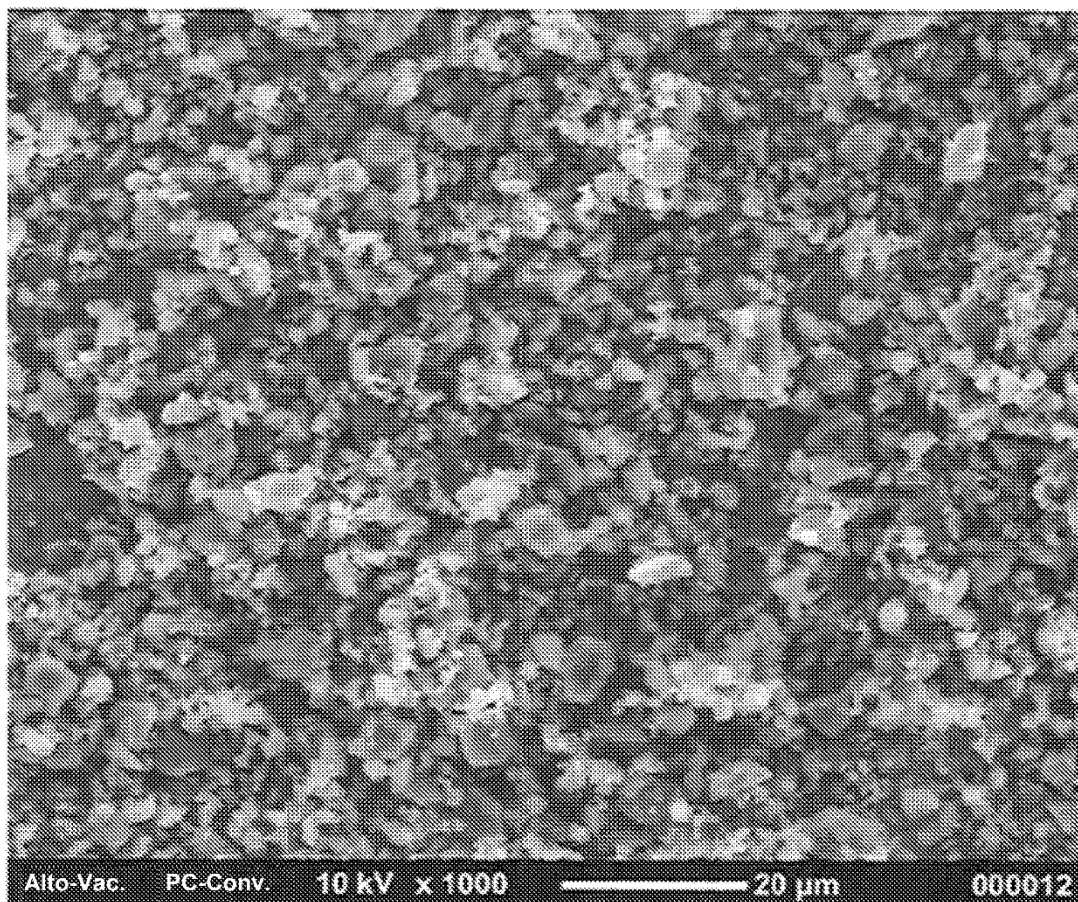


FIG. 22

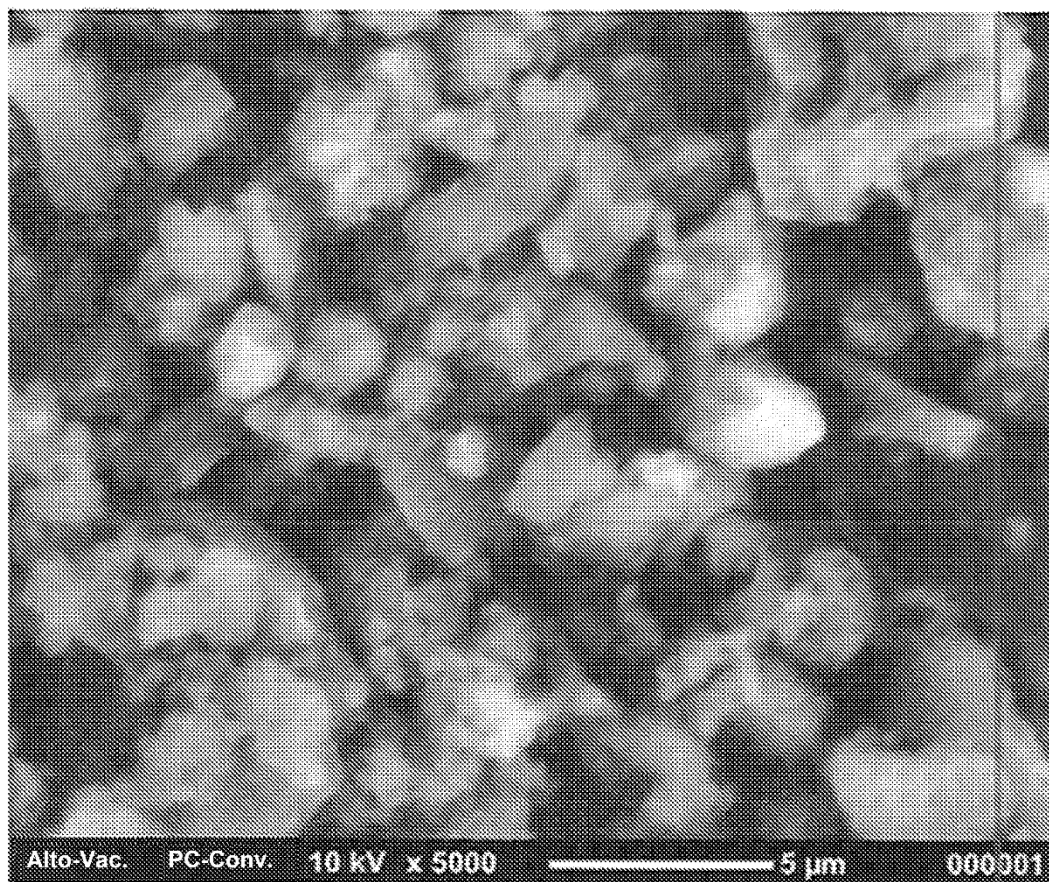


FIG. 23

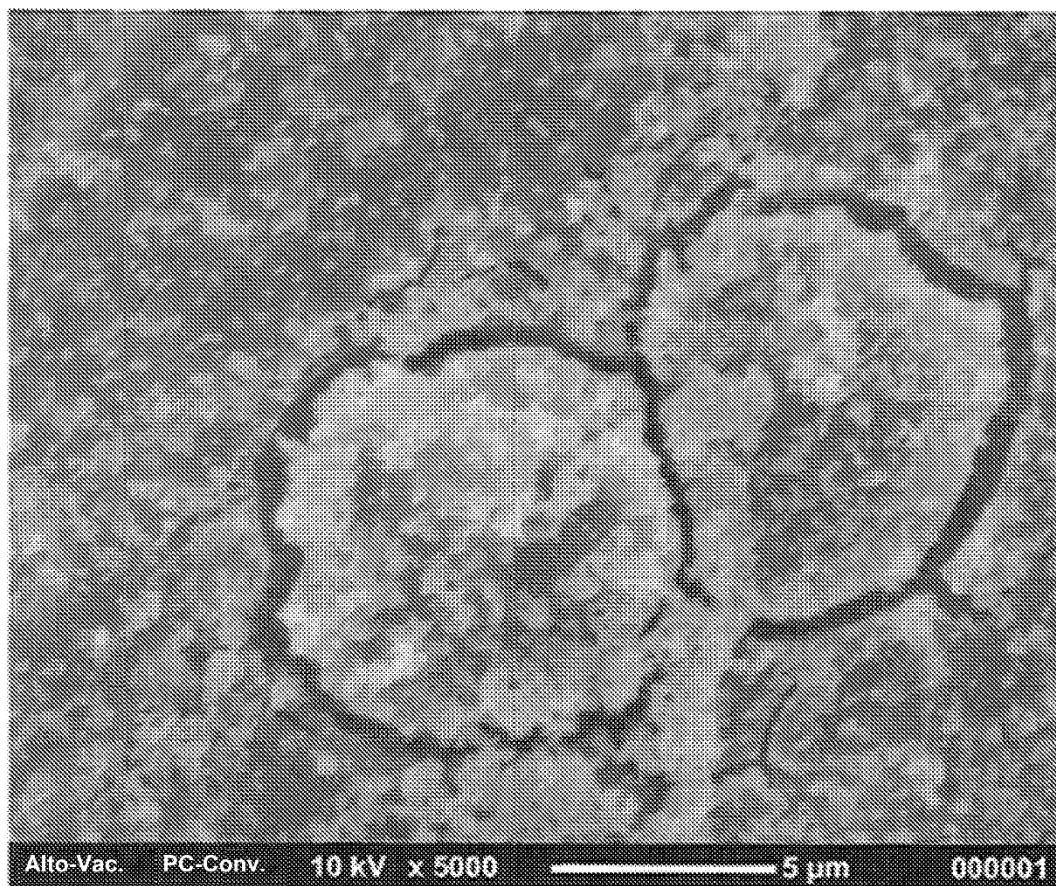


FIG. 24

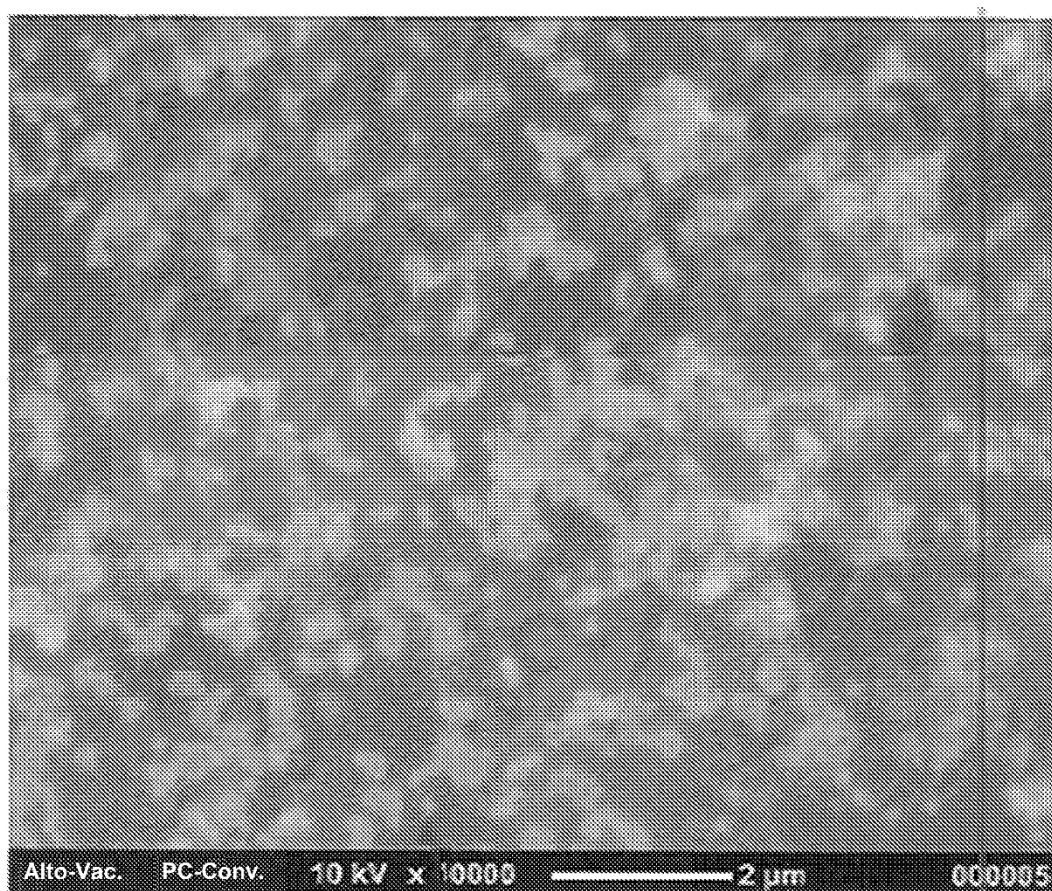


FIG. 25

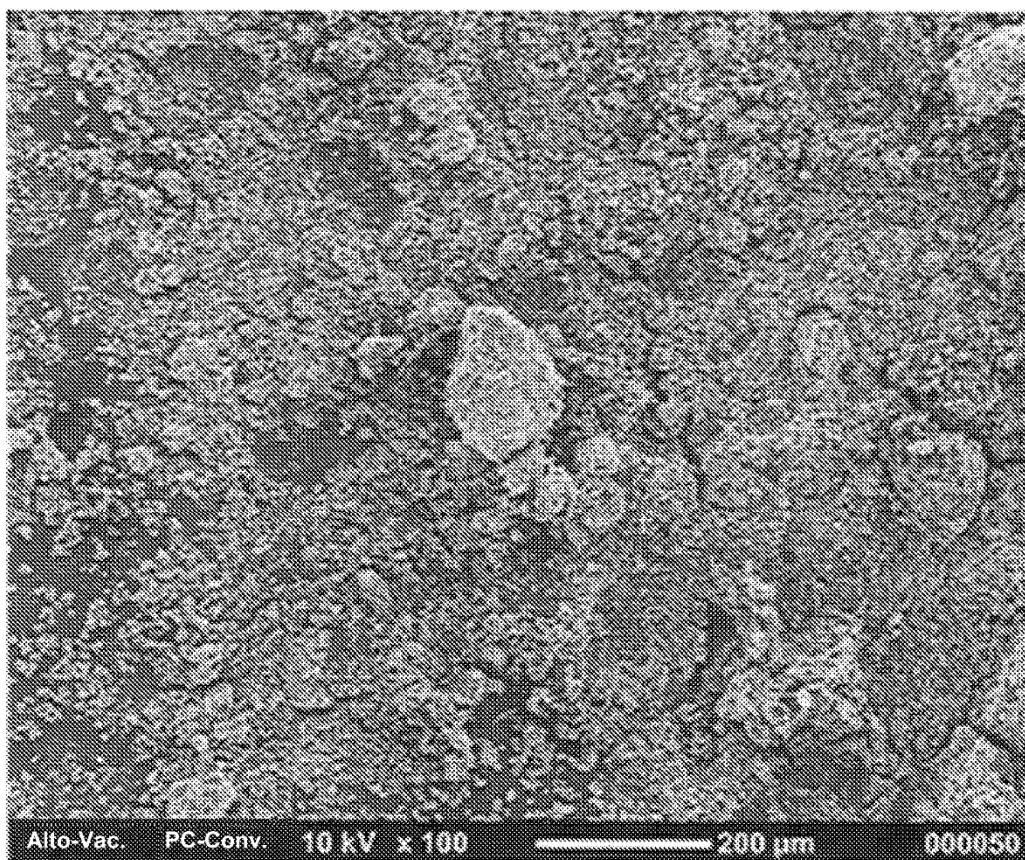


FIG. 26

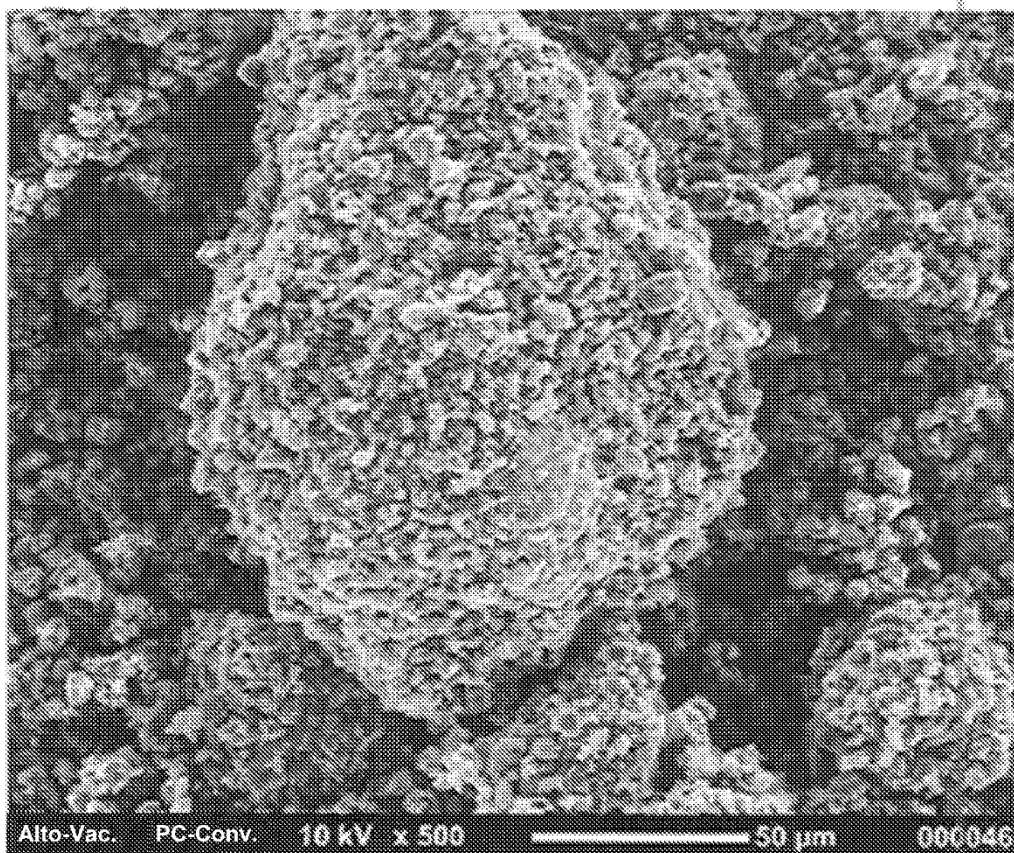


FIG. 27

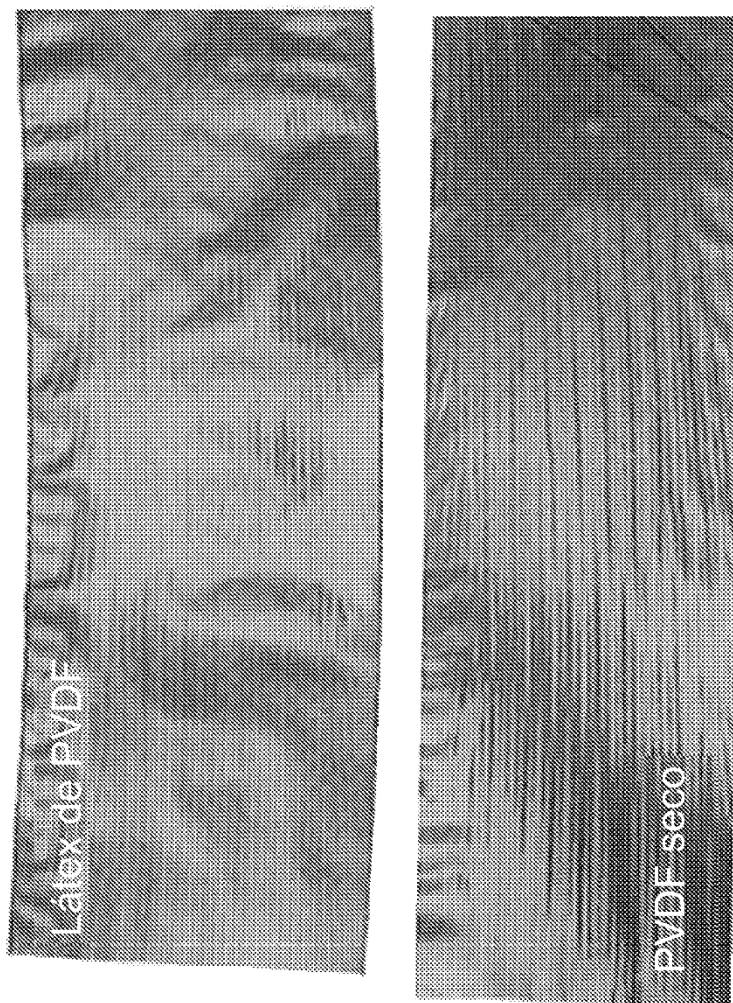
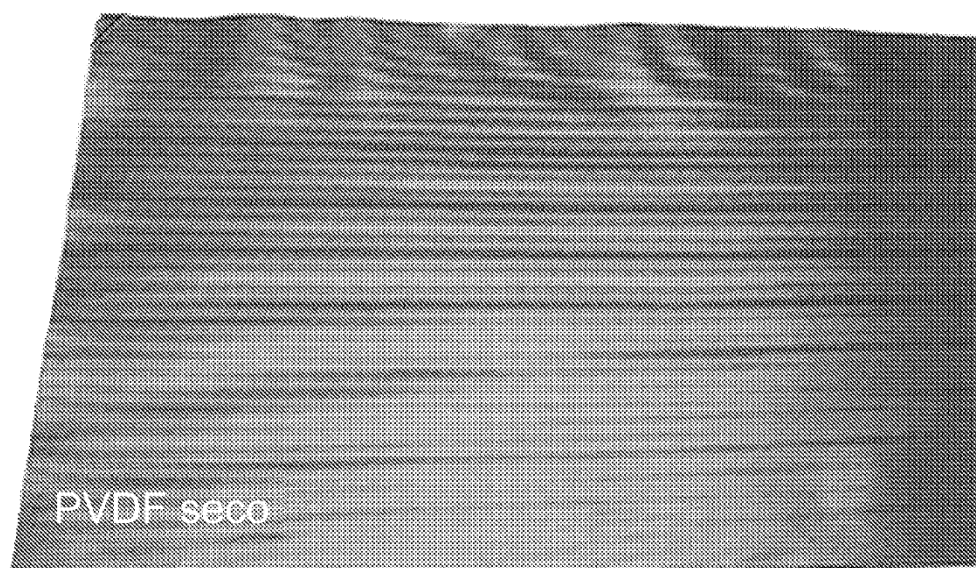
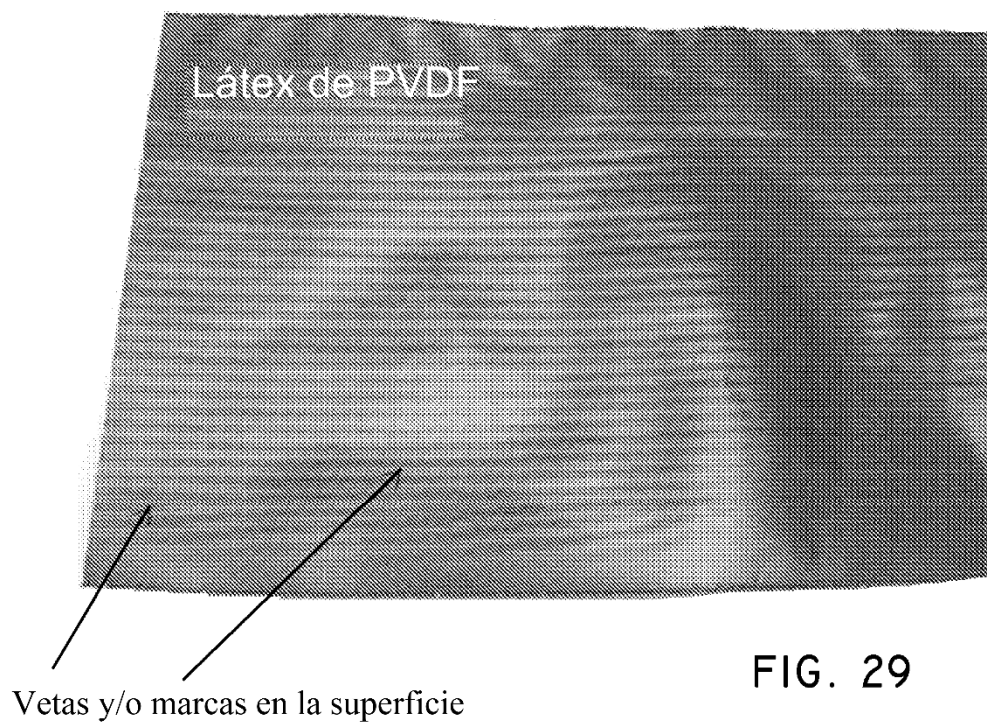


FIG. 28



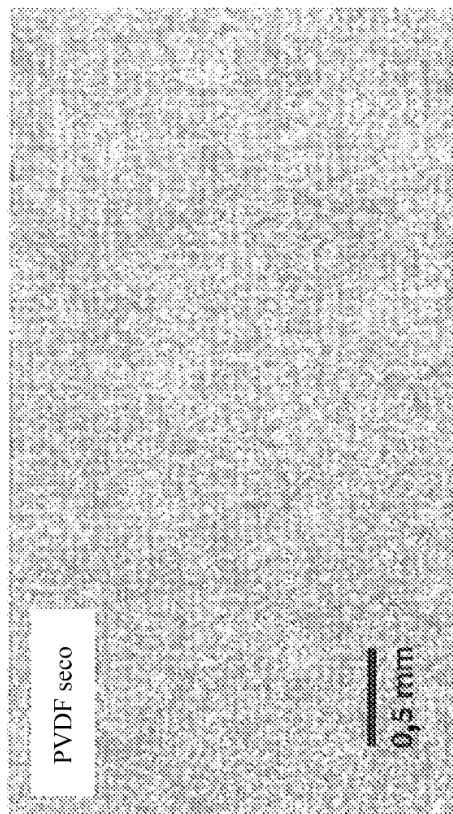


FIG. 32

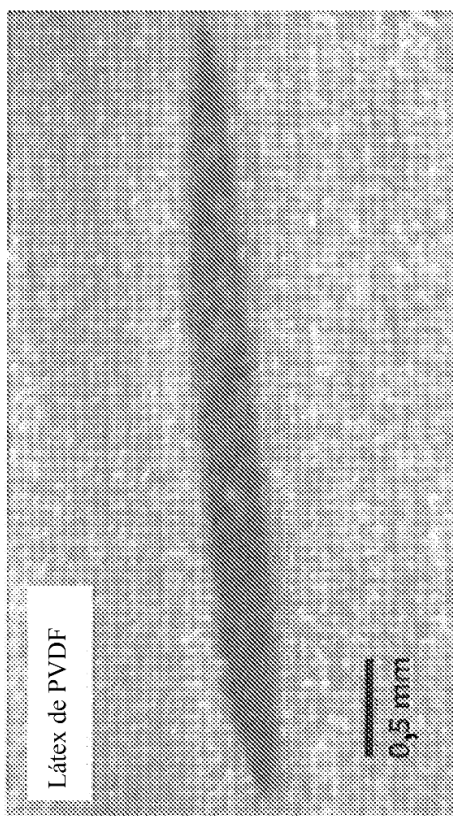


FIG. 31