

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 980 178**

51 Int. Cl.:

H01B 1/04 (2006.01)

H01M 4/62 (2006.01)

C01B 32/182 (2007.01)

C01B 32/184 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.02.2019 PCT/KR2019/001482**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.08.2019 WO19156462**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2019 E 19750782 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2024 EP 3716289**

54 Título: **Nuevo material conductor, electrodo que comprende el material conductor, batería secundaria que comprende el electrodo y método para preparar el material conductor**

30 Prioridad:

07.02.2018 KR 20180015292

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

30.09.2024

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KIM, TAE GON;
KIM, SEUL KI;
JUNG, WANG MO y
LEE, SANG WOOK**

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 980 178 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

Nuevo material conductor, electrodo que comprende el material conductor, batería secundaria que comprende el electrodo y método para preparar el material conductor

Campo técnico

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

Esta solicitud reivindica el beneficio de la solicitud de patente coreana n.º 10-2018-0015292, presentada el 7 de febrero de 2018, en la Oficina Surcoreana de Propiedad Intelectual.

Campo técnico

La presente invención se refiere a un material conductor, que incluye una estructura donde están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno, en el que el contenido de oxígeno es del 1 % en peso o superior basándose en el peso total del material conductor y la razón de picos D/G es de 2,0 o menos cuando se mide el espectro Raman; a un electrodo que incluye el material conductor; a una batería secundaria que incluye el electrodo; y a un método para preparar el material conductor tal como se define en las reivindicaciones.

Antecedentes de la técnica

En los últimos años, ha habido un aumento espectacular en la demanda de baterías como fuentes de energía con el desarrollo técnico y el aumento de la demanda de dispositivos móviles y, por consiguiente, están llevándose a cabo diversos estudios sobre baterías que pueden satisfacer diversas demandas. En particular, están estudiándose activamente baterías secundarias que tienen una vida útil y características excelentes y al mismo tiempo tienen una alta densidad de energía como fuente de alimentación para tales dispositivos.

Una batería secundaria de litio se refiere a una batería en la que se incluye un electrolito no acuoso que contiene iones de litio en un conjunto de electrodos que incluye un electrodo positivo que incluye un material activo de electrodo positivo que permite la intercalación/desintercalación de iones de litio, un electrodo negativo que incluye un material activo de electrodo negativo que permite la intercalación/desintercalación de iones de litio, y un separador microporoso interpuesto entre el electrodo positivo y el electrodo negativo.

El electrodo positivo y/o el electrodo negativo, para mejorar la conductividad, pueden incluir un material conductor. Convencionalmente, se usaba principalmente un material conductor de tipo punto (por ejemplo, negro de carbono) y también se usaba un material conductor lineal (por ejemplo, nanotubo de carbono, nanofibra de carbono, etc.) para mejorar adicionalmente la conductividad.

Sin embargo, aunque el material conductor lineal tiene una excelente conductividad eléctrica, la dispersión en la suspensión formadora de electrodo no se logra fácilmente debido a la naturaleza del material que crece hasta convertirse en un tipo haz y/o tipo enmarañado y, por consiguiente, surge un problema porque la resistencia en el electrodo se vuelve no uniforme. Para resolver el problema de la dispersabilidad, puede introducirse un grupo funcional en un material conductor lineal. Sin embargo, la introducción puede provocar una reacción secundaria en la superficie de un material conductor, dificultando así la producción en masa y la aplicación.

Mientras tanto, puede usarse grafeno como material conductor plano. El grafeno tiene la ventaja de que tiene una excelente conductividad eléctrica. Sin embargo, aunque es ventajoso formar grafeno como una sola capa para mejorar la conductividad, el procedimiento de preparación de un tipo de una sola capa es muy difícil, aumentando así el coste de producción. Por el contrario, cuando el grafeno tiene un grosor superior a un nivel adecuado, existe el problema de que la mejora de la conductividad eléctrica es insuficiente. Además, incluso cuando el propio grafeno tiene un grosor de 10 nm o menos, que es inferior a un nivel apropiado, existe el problema de que el contacto superficial excesivo del grafeno impide el movimiento hacia el electrolito en el electrodo, lo que da como resultado un deterioro del rendimiento de la batería (por ejemplo, un aumento en la resistencia del electrodo). El documento GB 2 520 496 A se refiere a un método para la producción de estructuras de nanoplaquetas de óxido de grafeno y/u óxido de grafito (GO). El documento WO 2017/041171 A1 se refiere a un procedimiento de recubrimiento que recubre un sustrato continuo de bobina a bobina con un recubrimiento similar al grafeno. El documento US 2017/162291 A1 se refiere a un procedimiento para producir una película altamente conductora de láminas de grafeno unidas por conductores que están altamente orientadas. El documento US 2014/127567 A1 se refiere a un electrodo negativo para un dispositivo de almacenamiento de energía y a un dispositivo de almacenamiento de energía. El documento US 2012/282446 A1 se refiere a materiales de carbono, a un producto que los comprende y a un método para prepararlos. El documento US 4 279880 A se refiere a un negro de acetileno que tiene una alta conductividad eléctrica y una alta capacidad de absorción de líquidos. El documento EP 3 136 481 A1 se refiere a un método para producir un material de carbono de electrodo negativo para una batería secundaria de litio.

Por consiguiente, existe una demanda de un material conductor que pueda prepararse con bastante facilidad en

comparación con el método convencional y que pueda mejorar la capacidad de una batería debido a su excelente conductividad eléctrica.

Divulgación de la invención

Problema técnico

Un aspecto de la presente invención proporciona un nuevo material conductor que puede prepararse con bastante facilidad en comparación con el método convencional y que puede mejorar la capacidad de una batería debido a su excelente conductividad eléctrica; un electrodo que incluye el material conductor; una batería secundaria que incluye el electrodo; y un método para preparar el material conductor.

Solución técnica

Según una realización a modo de ejemplo de la presente invención, se proporciona un material conductor, que incluye una estructura donde están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno, en el que el contenido de oxígeno es del 1 % en peso o superior basándose en el peso total del material conductor y la razón de picos D/G es de 2,0 o menos cuando se mide el espectro Raman; en el que la lámina de grafeno tiene un tamaño lateral de 50-90 nm.

Según otra realización a modo de ejemplo de la presente invención, se proporciona un método para preparar un material conductor, que incluye: una etapa de preparar un material conductor preliminar; en el que la etapa de preparar un material conductor preliminar comprende pirolizar gas de acetileno a una temperatura de 1.500 °C o superior; y una etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación, en el que la etapa de transformar un material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación comprende al menos uno de los siguientes: a) someter el material conductor preliminar a un primer tratamiento térmico en una atmósfera de oxígeno o atmósfera de aire a una temperatura de 200 °C a 800 °C; y b) hacer reaccionar el material conductor preliminar con vapor ácido a de 120 °C a 300 °C.

Según todavía otra realización a modo de ejemplo de la presente invención, se proporciona un electrodo que incluye el material conductor.

Según todavía otra realización a modo de ejemplo de la presente invención, se proporciona una batería secundaria que incluye el electrodo.

Efectos ventajosos

Según la presente invención, un nuevo material conductor que tiene una estructura en la que están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno puede dispersarse fácilmente dentro de una suspensión de electrodo debido al alto contenido de oxígeno. Además, dado que la tensión estructural puede resolverse durante el procedimiento de preparación del material conductor, el material conductor puede tener un alto grado de grafitización, teniendo así una baja resistencia al polvo y una capacidad de la batería mejorada. Además, puede simplificarse el procedimiento de preparación del material conductor.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra un diagrama esquemático y una imagen de TEM que ilustran un procedimiento de formación de una lámina de grafeno incluida en un material conductor de la presente invención.

La figura 2 muestra imágenes de TEM y TEM de barrido (STEM) del material conductor del ejemplo 1 de la presente invención.

La figura 3 muestra una imagen de SEM del material conductor del ejemplo 1 de la presente invención.

La figura 4 muestra (a) una imagen de TEM del material conductor según el ejemplo 1 de la presente invención y (b) una imagen de TEM del material conductor según el ejemplo 2 de la presente invención.

La figura 5 muestra una imagen de SEM del negro de carbono del ejemplo comparativo 2 de la presente invención.

Modo para llevar a cabo la invención

A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá con más detalle para permitir una comprensión más clara de la presente invención tal como se define en las reivindicaciones. Se entenderá que las palabras o los términos usados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones no se interpretarán con el significado definido en los diccionarios de uso común. Se entenderá además que debe interpretarse que las palabras o los términos tienen un significado que es coherente con su significado en el contexto de la técnica relevante y la idea

técnica de la invención, basándose en el principio de que un inventor puede definir adecuadamente el significado de las palabras o los términos para explicar mejor la invención.

<Nuevo material conductor>

El material conductor según una realización a modo de ejemplo de la presente invención puede incluir una estructura donde están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno, en el que el contenido de oxígeno puede ser del 1 % en peso o superior basándose en el peso total del material conductor y la razón de picos D/G puede ser de 2,0 o menos cuando se mide el espectro Raman; en el que la lámina de grafeno tiene un tamaño lateral de 50-90 nm.

Tal como se usa en el presente documento, lámina de grafeno se refiere a una estructura carbonosa que tiene un grosor de 20 nm o menos, flexibilidad y tiene forma de película delgada.

El material conductor puede tener una estructura en la que están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno. Específicamente, el material conductor puede ser tal que al menos dos láminas de grafeno estén conectadas directa o indirectamente entre sí.

El material conductor puede tener la forma de una partícula secundaria formada conectando una pluralidad de láminas de grafeno. Específicamente, la pluralidad de láminas de grafeno pueden conectarse entre sí para formar partículas secundarias en forma de una cadena larga, y más específicamente, las partículas secundarias en forma de una cadena larga pueden incluir una región en la que la pluralidad de láminas de grafeno están parcialmente agregadas. Dado que las partículas secundarias tienen una estructura de conexión única similar a una cadena, el material conductor tiene una conductividad eléctrica y una conductividad térmica excelentes.

El material conductor puede incluir además una parte de conexión conectada a al menos algunas de las láminas de grafeno de la pluralidad de láminas de grafeno. En la presente invención, cuando se prepara el material conductor, un material conductor preliminar (por ejemplo, negro de carbono) puede romperse mediante oxidación continua para formar láminas de grafeno, y también puede haber una parte en la que se mantenga la forma original sin romperse. En particular, la parte en la que se mantiene la forma original puede ser una parte correspondiente a la parte de conexión. Por tanto, la parte de conexión puede tener una forma no de grafeno, y la forma no de grafeno puede referirse a una forma de bulto con un grosor mayor que el de una lámina de grafeno, a diferencia de las láminas de grafeno descritas anteriormente.

Una parte de cada una de la pluralidad de láminas de grafeno pueden conectarse directamente entre sí. O de lo contrario, al menos algunas de la pluralidad de láminas de grafeno pueden conectarse entre sí a través de la parte de conexión, y específicamente, al menos algunas de cada una de la pluralidad de láminas de grafeno pueden conectarse a la parte de conexión. El material conductor de la presente invención puede incluir ambos métodos de conexión.

El material conductor puede ser uno en el que la forma del negro de carbono que tiene una forma de partícula cercana a una esfera (por ejemplo, negro de acetileno, negro de horno, negro térmico, negro de canal y negro de lámpara) se transforma mediante tratamiento de oxidación. Haciendo referencia al diagrama esquemático de la figura 1, la estructura de tejido del negro de carbono puede modificarse mediante tratamiento de oxidación para formar partículas que incluyen una pluralidad de láminas de grafeno. Cuando el negro de carbono está en forma de una partícula secundaria, puede formarse un material conductor en forma de una partícula secundaria en la que se agregan partículas que incluyen la pluralidad de láminas de grafeno.

El grosor promedio de la lámina de grafeno puede ser de 10 nm o menos, específicamente en un intervalo de 0,34 nm a 10 nm y más específicamente en un intervalo de 0,34 nm a 5 nm. Cuando se satisface el intervalo anterior, puede expresarse la flexibilidad única de la lámina de grafeno y puede mejorarse el contacto superficial mediante la lámina de grafeno y, por tanto, el material conductor puede tener una excelente conductividad eléctrica. La lámina de grafeno puede tener la forma de una capa apilada de hasta 10 capas de grafeno.

La lámina de grafeno tiene un tamaño lateral de 50-90 nm. El tamaño lateral de la lámina de grafeno puede controlarse según el grado de tratamiento térmico. Por ejemplo, el tamaño lateral de la lámina de grafeno puede controlarse realizando un tratamiento térmico adicional en una atmósfera inerte después del tratamiento de oxidación. Cuando se satisface el intervalo anterior, los iones en el electrolito pueden difundir sin problemas en el electrodo. Por consiguiente, puede mejorarse la característica de carga rápida de una batería y también puede mejorarse la característica de tasa. El tamaño lateral de la lámina de grafeno se refiere a la media de los 100 tamaños laterales de las láminas de grafeno observadas mediante SEM o TEM. En particular, el tamaño lateral se refiere a la longitud más larga de una línea cuando la línea se asumió desde un punto hasta otro punto dentro de una lámina de grafeno.

El contenido de oxígeno del material conductor puede ser del 1 % en peso o más basándose en el peso total del material conductor, y específicamente en un intervalo del 1-10 % en peso. Cuando se satisface el intervalo anterior, puede dispersarse sin problemas un material conductor dentro de una suspensión de electrodo que se forma

durante la preparación de un electrodo y, por tanto, puede mejorarse la conductividad del electrodo y puede mejorarse la capacidad de la batería preparada. El contenido de oxígeno puede medirse mediante el método de análisis elemental de C, H, O y N.

El contenido de oxígeno puede lograrse durante el procedimiento de realización del tratamiento de oxidación del negro de carbono. Específicamente, puede formarse un grupo funcional que contiene oxígeno en la superficie de un material conductor mediante tratamiento de oxidación. El grupo funcional que contiene oxígeno puede ser al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un grupo carboxilo, un grupo hidroxilo y un grupo carbonilo. Después del procedimiento de tratamiento de oxidación, el contenido de oxígeno puede controlarse adicionalmente mediante el tratamiento térmico de un material conductor en una atmósfera inerte.

El material conductor puede tener un mayor grado de grafitización que el negro de carbono antes del tratamiento de oxidación. Específicamente, la alta tensión estructural provocada por la tensión superficial del negro de carbono se elimina parcialmente por la formación de láminas de grafeno, y puede aumentar el grado de grafitización del material conductor preparado.

El material conductor se caracteriza porque la razón de picos D/G puede ser de 2,0 o menos cuando se mide el espectro Raman, específicamente en un intervalo de 0,9 a 2,0 y más específicamente de 1,1 a 1,8. En el espectro Raman, el pico G en las proximidades de 1.590 cm^{-1} es el resultado del modo de vibración E_{2g} del enlace sp^2 del carbono, y el pico D en las proximidades de 1.350 cm^{-1} aparece cuando hay un defecto en el enlace sp^2 . Es decir, en el caso en el que se satisface la razón de picos D/G, significa que puede obtenerse un alto grado de grafitización y, por consiguiente, cuando se usa el material conductor, la capacidad de la batería y las características eléctricas pueden mejorarse por la alta conductividad eléctrica del material conductor.

Con respecto al material conductor, el valor calculado mediante la ecuación 1 a continuación puede ser de 0,2 o menos, específicamente de 0 a 0,15 y más específicamente de 0 a 0,1.

[Ecuación 1]

$$\frac{|b-a|}{a}$$

En la ecuación 1 anterior, "a" representa un área de superficie específica (m^2/g) del material conductor medida mediante el método BET de adsorción de nitrógeno y "b" representa un índice de adsorción de yodo (mg/g) del material conductor. Cuando el material conductor incluye una estructura de poros en el interior de o entre las partículas, pueden adsorberse una pluralidad de moléculas de nitrógeno (N_2) de tamaño pequeño dentro de los poros. En cambio, al yodo (I_2), que es una molécula relativamente grande, le resulta difícil entrar en los poros en comparación con las moléculas de nitrógeno y, por tanto, el índice de adsorción de yodo mostrado no es grande. Es decir, cuando la estructura de poros está presente, el valor según la ecuación 1 se vuelve grande. Dicho de otro modo, en el material conductor de la presente invención, cuando el valor según la ecuación 1 es de 0,2 o menos, significa que el material conductor no incluye microporos. Es decir, cuando no hay poros presentes, el grado de adsorción de yodo y el grado de adsorción de nitrógeno son similares entre sí y, por tanto, el valor de la ecuación 1 se vuelve más pequeño. Esto significa que la superficie del material conductor es una superficie libre. Específicamente, las láminas de grafeno se forman cuando la mayoría de los negros de carbono se transforman en una estructura hueca mediante tratamiento de oxidación y la estructura se destruye continuamente mediante el tratamiento de oxidación. En particular, las láminas de grafeno pueden formarse con una forma tal que las láminas de grafeno se abran hacia afuera sin formar una estructura de poros.

Con respecto al material conductor, la superficie específica (m^2/g) del material conductor medida mediante el método BET de adsorción de nitrógeno puede ser de $200\text{ m}^2/\text{g}$ o superior, específicamente en un intervalo de $300\text{ m}^2/\text{g}$ a $1.100\text{ m}^2/\text{g}$ y más específicamente en un intervalo de $500\text{ m}^2/\text{g}$ a $900\text{ m}^2/\text{g}$. Cuando se satisface el intervalo anterior de área de superficie específica, significa que el área de la lámina de grafeno en el material conductor es grande y, por consiguiente, incluso si la cantidad de un material conductor en el electrodo es pequeña, puede garantizarse la conductividad del electrodo.

<Electrodo>

Un electrodo según otra realización a modo de ejemplo de la presente invención puede incluir un material conductor de la realización a modo de ejemplo descrita anteriormente. El electrodo puede ser un electrodo positivo o un electrodo negativo. El electrodo puede incluir un colector de corriente o una capa de material activo dispuesta sobre el colector de corriente.

El electrodo positivo puede incluir un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo positivo, que está dispuesta sobre el colector de corriente e incluye un material activo de electrodo positivo. El electrodo negativo puede incluir un colector de corriente y una capa de material activo de electrodo negativo, que está dispuesta sobre el colector de corriente e incluye un material activo de electrodo negativo. Además, cada una de la capa de material activo de electrodo positivo y la capa de material activo de electrodo negativo pueden incluir un aglutinante.

El colector de corriente no está particularmente limitado siempre que el colector de corriente tenga conductividad eléctrica sin inducir ningún cambio químico en la batería en cuestión. Por ejemplo, como colector de corriente pueden usarse aquellos en los que la superficie de cobre, acero inoxidable, aluminio, níquel, titanio, carbono sinterizado o aluminio o acero inoxidable se trató con carbono, níquel, titanio, plata, etc. Específicamente, como colector de corriente pueden usarse metales de transición que adsorben bien el carbono (por ejemplo, cobre y níquel). La capa de material activo de electrodo positivo o una capa de material activo de electrodo negativo pueden estar dispuestas en uno o ambos lados del colector de corriente, respectivamente.

El material activo de electrodo positivo puede ser un material activo de electrodo positivo que se usa comúnmente. Específicamente, los ejemplos del material activo de electrodo positivo pueden incluir compuestos en capas (por ejemplo, óxido de litio-cobalto (LiCoO_2), óxido de litio-níquel (LiNiO_2), etc.) o compuestos sustituidos con uno o más metales de transición; óxidos de litio-manganeso con las fórmulas $\text{Li}_{1+y_1}\text{Mn}_{2-y_1}\text{O}_4$ ($0 \leq y_1 \leq 0,33$), LiMnO_3 , LiMn_2O_3 , LiMnO_2 , etc.; óxidos de litio-cobre (Li_2CuO_2); óxidos de vanadio (por ejemplo, LiV_3O_8 , V_2O_5 , $\text{Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$, etc.); óxidos de litio-níquel de tipo sitio de Ni representados por la fórmula $\text{LiNi}_{1-y_2}\text{M}_1\text{O}_2$ (donde M1 es Co, Mn, Al, Cu, Fe, Mg, B o Ga, con la condición de $0,01 \leq y_2 \leq 0,3$); óxidos compuestos de litio-manganeso representados por la fórmula $\text{LiMn}_2-y_3\text{M}_2\text{O}_2$ (donde M2 es Co, Ni, Fe, Cr, Zn o Ta, con la condición de $0,01 \leq y_3 \leq 0,1$) o $\text{Li}_2\text{Mn}_3\text{M}_3\text{O}_8$ (donde M3 es Fe, Co, Ni, Cu o Zn); LiMn_2O_4 en el que parte del Li en la fórmula se sustituye por un ion de metal alcalinotérreo, pero el material activo de electrodo positivo no se limita a los mismos.

El material activo de electrodo negativo puede ser una partícula de material activo a base de grafito o una partícula de material activo a base de silicio. Como partícula de material activo a base de grafito puede usarse al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en grafito artificial, grafito natural, fibra de carbono grafitizado y microperlas de mesocarbono grafitizado. En particular, cuando se usa grafito artificial, puede mejorarse la característica de tasa. Como partícula de material activo a base de silicio puede usarse al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en Si, SiO_x ($0 < x < 2$), material compuesto de Si-C y aleaciones de Si-Y (donde Y es un elemento seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un metal alcalinotérreo, un metal de transición, un elemento del grupo 13, un elemento del grupo 14, un elemento de tierras raras y una combinación de los mismos). En particular, cuando se usa Si, puede obtenerse una alta capacidad de una batería.

Como aglutinante puede incluirse al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un copolímero de poli(fluoruro de vinilideno)-hexafluoropropileno (PVDF-co-HFP), poli(fluoruro de vinilideno), poli(acrilonitrilo), poli(metacrilato de metilo), poli(alcohol vinílico), carboximetilcelulosa (CMC), almidón, hidroxipropilcelulosa, celulosa regenerada, polivinilpirrolidona, tetrafluoroetileno, polietileno, polipropileno, poli(ácido acrílico), un monómero de etileno-propileno-dieno (EPDM), EPDM sulfonado, caucho de estireno-butadieno (SBR), caucho fluorado, poli(ácido acrílico) y materiales en los que el hidrógeno se sustituye por Li, Na, Ca, etc., y además pueden incluirse diversos copolímeros de los mismos.

<Batería secundaria>

La batería secundaria según otra realización a modo de ejemplo de la presente invención puede incluir un electrodo negativo, un electrodo positivo, un separador interpuesto entre el electrodo positivo y el electrodo negativo y un electrolito, y al menos uno del electrodo positivo y el electrodo negativo puede ser un electrodo de otras realizaciones a modo de ejemplo descritas anteriormente.

Como separador puede usarse cualquier separador que se use convencionalmente en baterías secundarias sin limitación particular, siempre que el separador pueda separar un electrodo negativo y un electrodo positivo y proporcione una trayectoria de movimiento para los iones de litio, y en particular, es deseable que el separador tenga baja resistencia frente al movimiento de iones del electrolito y tenga una excelente capacidad de humidificación del electrolito. Específicamente, puede usarse una película polimérica porosa, por ejemplo, una película polimérica porosa preparada mediante un polímero a base de poliolefina (por ejemplo, un homopolímero de etileno, un homopolímero de propileno, un copolímero de etileno/buteno, un copolímero de etileno/hexeno y un copolímero de etileno/metacrilato) o una estructura en capas de dos o más capas. Además, pueden usarse materiales textiles no tejidos fabricados de materiales textiles no tejidos porosos convencionales (por ejemplo, fibras de vidrio con un alto punto de fusión, fibras de poli(tereftalato de etileno), etc. Además, puede usarse un separador sobre el cual se recubre un material que contiene un componente cerámico o un material polimérico para garantizar la resistencia al calor o la resistencia mecánica y, opcionalmente, puede usarse el separador con una estructura de una sola capa o de múltiples capas.

Los ejemplos del electrolito pueden incluir un electrolito de base orgánica, un electrolito de base inorgánica, un electrolito de polímero sólido, un electrolito de polímero de tipo gel, un electrolito inorgánico sólido, un electrolito

inorgánico de tipo masa fundida, etc., que pueden usarse para la preparación de baterías secundarias, pero el electrolito no se limita a los mismos.

Específicamente, el electrolito puede incluir un disolvente orgánico no acuoso y una sal metálica.

Como disolvente orgánico no acuoso, por ejemplo, pueden usarse disolventes orgánicos apróticos (por ejemplo, N-metil-2-pirrolidinona, carbonato de propileno, carbonato de etileno, carbonato de butileno, carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, gamma-butirolactona, 1,2-dimetoxietano, tetrahidrofurano, 2-metiltetrahidrofurano, dimetilsulfóxido, 1,3-dioxolano, formamida, dimetilformamida, dioxolano, acetonitrilo, nitrometano, formiato de metilo, acetato de metilo, triéster de ácido fosfórico, trimetoximetano, derivados de dioxolano, sulfolano, metilsulfolano, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona, derivados de carbonato de propileno, derivados de tetrahidrofurano, éter, propionato de metilo, propionato de etilo, etc.).

En particular, el carbonato de etileno y el carbonato de propileno, que son carbonatos cíclicos de entre los disolventes orgánicos a base de carbonato, son disolventes orgánicos con alta viscosidad, y estos disolventes pueden usarse deseablemente porque pueden disociar bien la sal de litio debido a su alta permitividad. Cuando un carbonato cíclico de este tipo se mezcla en una razón apropiada con un carbonato lineal (por ejemplo, carbonato de dimetilo y carbonato de dietilo) que tiene una baja viscosidad y una baja permitividad, es posible preparar un electrolito que tiene una alta conductividad eléctrica y, por tanto, puede usarse más deseablemente.

Como sal metálica puede usarse una sal de litio. La sal de litio es un material que puede disolverse fácilmente en la disolución electrolítica no acuosa. Como aniones de la sal de litio puede usarse al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en F^- , Cl^- , I^- , NO_3^- , $N(CN)_2^-$, BF_4^- , ClO_4^- , PF_6^- , $(CF_3)_2PF_4^-$, $(CF_3)_3PF_3^-$, $(CF_3)_4PF_2^-$, $(CF_3)_5PF^-$, $(CF_3)_6P^-$, $CF_3SO_3^-$, $CF_3CF_2SO_3^-$, $(CF_3SO_2)_2N^-$, $(FSO_2)_2N^-$, $CF_3CF_2(CF_3)_2CO^-$, $(CF_3SO_2)_2CH^-$, $(SF_5)_3C^-$, $(CF_3SO_2)_3C^-$, $CF_3(CF_2)_7SO_3^-$, $CF_3CO_2^-$, $CH_3CO_2^-$, SCN^- y $(CF_3CF_2SO_2)_2N^-$.

Con el fin de mejorar las características de vida útil de la batería, inhibir la reducción de la capacidad de la batería, mejorar la capacidad de descarga de las baterías, etc., el electrolito puede incluir además, entre los componentes de electrolito, al menos un tipo de aditivo (por ejemplo, un compuesto a base de carbonato de haloalquileo (por ejemplo, carbonato de difluoroetileno), piridina, fosfito de trietilo, trietanolamina, éter cíclico, etilendiamina, n-glima, triamida hexafosfórica, derivados de nitrobenzono, azufre, colorantes de quinona-imina, oxazolidinona N-sustituida, imidazolidina N,N-sustituida, dialquil éter de etilenglicol, sal de amonio, pirrol, 2-metoxietanol, tricloruro de aluminio, etc.).

Según otra realización a modo de ejemplo de la presente invención, se proporciona un módulo de batería que incluye la batería secundaria como celda unitaria y un bloque de baterías que incluye el módulo de batería. El módulo de batería y el bloque de baterías incluyen una batería secundaria que tiene alta capacidad, una característica de alta tasa y una característica de alto ciclo y, por tanto, el módulo de batería y el bloque de baterías pueden usarse como fuente de alimentación para dispositivos de tamaño mediano/grande seleccionados del grupo que consiste en vehículos eléctricos, vehículos eléctricos híbridos, vehículos eléctricos híbridos enchufables y sistemas de almacenamiento de energía eléctrica.

<Método de preparación de material conductor>

El método para preparar un material conductor según todavía otra realización a modo de ejemplo de la presente invención incluye: un método para preparar un material conductor, que incluye: una etapa de preparar un material conductor preliminar, en el que la etapa de preparar un material conductor preliminar comprende pirolizar gas de acetileno a una temperatura de 1.500 °C o superior; y una etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación, en el que la etapa de transformar un material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación incluye al menos uno de a) someter el material conductor preliminar a tratamiento térmico en una atmósfera de oxígeno o atmósfera de aire a una temperatura de 200 °C a 800 °C; y b) hacer reaccionar el material conductor preliminar con vapor ácido a de 120 °C a 300 °C.

En la etapa de preparar el material conductor preliminar, el material conductor preliminar puede ser negro de carbono. Específicamente, el material conductor preliminar puede ser al menos uno seleccionado del grupo que consiste en negro de acetileno, negro de horno, negro térmico, negro de canal y negro de lámpara. Más específicamente, el material conductor preliminar puede ser negro de acetileno que se prepara a la temperatura más alta y, por tanto, tiene básicamente un excelente grado de grafitización.

La etapa de preparar el material conductor preliminar incluye la pirólisis del gas de acetileno, y puede formarse negro de carbono, y específicamente negro de acetileno, mediante la pirólisis. El gas de acetileno puede ser un gas de acetileno de alta pureza, específicamente una pureza del 95 % o superior y más específicamente una pureza del 98 % o superior.

La pirólisis puede ser una descomposición térmica del gas de acetileno a una temperatura de 1.500 °C o superior, específicamente de 1.500 °C a 2.200 °C y más específicamente de 1.500 °C a 2.000 °C. Cuando se satisface el

intervalo anterior, el grado de grafitización del material conductor preliminar preparado puede ser alto y, por tanto, el grado de grafitización de un material conductor que está preparándose también puede ser alto. Por consiguiente, puede mejorarse la conductividad eléctrica del material conductor.

- 5 El material conductor preliminar puede ser negro de carbono, pero se prefiere que el material conductor preliminar sea negro de acetileno por los siguientes motivos. La lámina de grafeno, que se incluye en el material conductor de la presente invención, puede formarse mediante transformación de la superficie de un material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación. El negro de acetileno formado durante la pirólisis tiene un alto grado de grafitización en la superficie. Por consiguiente, la estructura de una lámina de grafeno puede formarse sin problemas cuando el negro de acetileno se somete a tratamiento de oxidación, en comparación con cuando se somete a tratamiento de oxidación otro negro de carbono que contiene esencialmente un grupo funcional que contiene oxígeno en parte en la superficie.

- 15 La pirólisis puede realizarse ajustando la temperatura interna de un reactor al intervalo de temperatura anterior, inyectando gas de acetileno en el reactor y luego realizando la pirólisis instantáneamente. Además, durante este procedimiento, pueden añadirse adicionalmente aire, oxígeno y H_2O para controlar la densidad del material conductor, el grupo funcional que contiene oxígeno, etc., y puede controlarse la estructura de conexión dentro del material conductor.

- 20 La etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación puede incluir al menos uno de los siguientes: (a) someter el material conductor preliminar a un primer tratamiento térmico en una atmósfera de oxígeno o atmósfera de aire a una temperatura de 200 °C a 800 °C (etapa (a)); y (b) hacer reaccionar el material conductor preliminar con vapor ácido a de 120 °C a 300 °C (etapa (b)).

- 25 En la etapa (a), la atmósfera de oxígeno o atmósfera de aire puede formarse inyectando oxígeno o aire en un reactor en el que se recibe el material conductor preliminar. Específicamente, la estructura de la lámina de grafeno puede formarse según el procedimiento de oxidación en el reactor según el ajuste de la cantidad adecuada de oxígeno o aire que se introduce y la velocidad del mismo, la temperatura de reacción y el tiempo de reacción durante el primer tratamiento térmico. Además, las condiciones para el procedimiento de oxidación pueden variar debido a las diferencias en la densidad del material conductor preliminar, la cantidad de grupo funcional que contiene oxígeno, etc.

- 35 En la etapa (a), el primer tratamiento térmico puede realizarse controlando la temperatura del reactor, en el que se recibe el material conductor preliminar. El primer tratamiento térmico puede realizarse a una temperatura de 200 °C a 800 °C y específicamente a una temperatura de 200 °C a 450 °C. Cuando se satisface la temperatura anterior, es posible evitar la oxidación extremadamente rápida del material conductor preliminar y puede formarse una lámina de grafeno de un tamaño deseable. El primer tratamiento térmico puede realizarse durante 1-50 horas.

- 40 En la etapa (b), el material conductor preliminar puede oxidarse reaccionando con vapor ácido y, por tanto, puede formarse grafeno. Específicamente, el vapor ácido puede ser un vapor derivado de una disolución de ácido, tal como HCl , HNO_3 , etc. La temperatura del vapor ácido que reacciona con el material conductor preliminar puede estar en el intervalo de 120 °C a 300 °C.

- 45 Después de la etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación, puede realizarse adicionalmente un segundo procedimiento de tratamiento térmico en una atmósfera inerte para aumentar el tamaño de la lámina de grafeno formada. Específicamente, el método para preparar el material conductor puede incluir además, después de la etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación, una etapa de someter el material conductor preliminar transformado a un segundo tratamiento térmico a una temperatura de 500 °C o superior. En particular, la atmósfera inerte puede formarse a vacío o en una atmósfera de cualquier gas seleccionado del grupo que consiste en helio, argón y nitrógeno. La temperatura del segundo tratamiento térmico puede ser de 500 °C o superior, específicamente en un intervalo de 500 °C a 2800 °C y más específicamente en un intervalo de 600 °C a 1600 °C.

- 55 El mecanismo por el cual se forma el material conductor descrito en la presente invención mediante el método para preparar el material conductor puede ser tal como sigue. Durante la preparación del material conductor, el tratamiento de oxidación se realiza con respecto al negro de carbono esférico o de tipo cadena (específicamente negro de acetileno) en condiciones particulares donde el tamaño promedio de las partículas primarias esféricas es de 50 nm o menos y las partículas primarias habitualmente comparten los tejidos. En este caso, la penetración y la reacción de oxidación de un agente oxidante (por ejemplo, oxígeno, vapor ácido, etc.) se producen a partir de partes defectuosas (por ejemplo, límite de grano, dislocación, etc., existentes en la microestructura unitaria del negro de carbono). Cuando el tratamiento de oxidación se realiza durante un determinado periodo de tiempo en el intervalo de temperatura descrito en el método de producción, el agente oxidante penetra incluso en la microestructura del negro de carbono y, por tanto, se produce la oxidación. En particular, para resolver la tensión estructural de la microestructura dentro de las partículas primarias que tienen un radio de curvatura mayor que el radio de curvatura de la superficie de las partículas primarias esféricas, la reacción de oxidación se produce rápidamente en el interior. Por consiguiente, los carbonos internos son oxidados por gases tales como CO , CO_2 , CH_4 , etc., y las partículas

primarias se transforman en un tipo hueco. A medida que la estructura superficial de las partículas primarias huecas se destruye mediante el continuo tratamiento de oxidación, pueden resolverse la mayoría de las tensiones estructurales que quedan en las partículas primarias esféricas y aparecerán láminas de grafeno durante este procedimiento. Por consiguiente, el procedimiento de transformación puede acelerarse a medida que el tamaño promedio de las partículas primarias (es decir, negro de carbono) se vuelve más pequeño, a medida que la densidad interna de las partículas se vuelve más pequeña y a medida que el contenido del grupo funcional que contiene oxígeno se vuelve más grande. Además, se prefiere más la etapa (a) que la etapa (b), ya que la etapa (a) puede acelerar adicionalmente el procedimiento de transformación.

A continuación en el presente documento, se describirán con detalle ejemplos de la presente invención de tal manera que pueda llevarse a cabo fácilmente por un experto habitual en la técnica a la que pertenece la presente invención. Sin embargo, la invención puede realizarse de muchas formas diferentes y no debe interpretarse como limitada a los ejemplos expuestos en el presente documento.

Ejemplo 1 (referencia): Preparación de material conductor

(1) Formación de material conductor preliminar (negro de acetileno)

Se pulverizó instantáneamente gas de acetileno con una pureza del 98 % sobre un reactor que tenía una temperatura interna de 2.000 °C y se pirolizó para formar negro de acetileno.

(2) Preparación de material conductor

Posteriormente, se ajustó la temperatura interna del reactor que contenía el negro de acetileno a 250 °C, seguido de un tratamiento de oxidación durante 30 horas mientras se introducía oxígeno en el mismo. Como resultado, se obtuvo un material conductor que tenía una estructura de partículas secundarias en la que están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno que tienen un tamaño lateral de 40 nm (véanse las figuras 2 y 3).

Ejemplo 2: Preparación de material conductor

Para el material conductor obtenido en el ejemplo 1, se realizó un tratamiento térmico adicional en una atmósfera inerte a 900 °C durante 1 hora, y se obtuvo un material conductor que tenía una estructura de partículas secundaria en la que están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno que tienen un tamaño lateral de 65 nm. Haciendo referencia a la figura 4, se confirmó que el material conductor del ejemplo 1 ilustrado en la figura 4(a) se transformó en el material conductor del ejemplo 2 ilustrado en la figura 4(b). Específicamente, se confirmó que estaban interconectadas las láminas de grafeno adyacentes entre sí por el tratamiento térmico y se aumentó el tamaño lateral.

Ejemplo comparativo 1: Preparación de material conductor convencional (negro de carbono)

Se preparó un negro de carbono (negro de acetileno) en forma de una partícula secundaria que tenía partículas primarias agregadas. El tamaño de partícula promedio de las partículas primarias de negro de carbono preparadas fue de 12 nm (Denka Co., Ltd., negro de acetileno pequeño (SAB)).

Ejemplo comparativo 2: Preparación de material conductor convencional (negro de carbono)

Se preparó un negro de carbono en forma de una partícula secundaria que tenía partículas primarias agregadas. El tamaño de partícula promedio de las partículas primarias de negro de carbono preparadas fue de 23 nm (Denka Co., Ltd., negro de acetileno normal (NAB)) (véase la figura 5).

Ejemplo comparativo 3: Preparación de material conductor convencional (negro de carbono)

Se preparó un negro de carbono en forma de una partícula secundaria que tenía partículas primarias agregadas. El tamaño de partícula promedio de las partículas primarias de negro de carbono preparadas fue de 45 nm (Denka Co., Ltd., negro de acetileno grande (LAB)).

A continuación en el presente documento, se midieron y evaluaron las propiedades físicas de los materiales conductores de los ejemplos 1 y 2 y las de los ejemplos comparativos 1 a 3. Los resultados se muestran en la tabla 1 a continuación. Específicamente, las propiedades físicas se evaluaron tal como sigue.

1) Tamaño lateral de la lámina de grafeno (nm): se midió el tamaño de 100 láminas de grafeno en un material conductor mediante TEM (JEOL, JEM-2010F) y se evaluó basándose en el valor promedio.

2) Área de superficie específica (m²/g) de adsorción de nitrógeno: se midió el área de superficie específica mediante desgasificación a 200 °C durante 8 horas usando el dispositivo de medición BET (BEL-SORP-MAX, Nippon Bell), seguido de absorción/desorción de N₂ a 77 K.

3) Índice de adsorción de yodo (mg/g): medido según la norma ASTM D1510.

4) Contenido de oxígeno (% en peso): se midieron las cantidades de los elementos C, H y N usando el dispositivo de análisis elemental (CHN-coder MT-5, Yanako), y se calculó el contenido de oxígeno (oxígeno) (diferencial) reflejando el contenido de ceniza residual.

5) Razón D/G de espectro Raman: medida analizando el espectro Raman mediante el láser de iones de Ar con una longitud de onda de 514,5 nm usando el dispositivo de análisis de espectro Raman (NRS-2000B, Jasco).

[Tabla 1]

	Tamaño lateral de la lámina de grafeno o tamaño promedio de la partícula primaria de negro de carbono (nm)	Área de superficie específica de adsorción de nitrógeno (m ² /g)	Índice de adsorción de yodo (mg/g)	Contenido de oxígeno (% en peso)	Razón D/G de espectro Raman
Ejemplo 1 (referencia)	41 (lámina de grafeno)	825	849	8,9	1,42
Ejemplo 2	65 (lámina de grafeno)	712	736	3,2	1,27
Ejemplo comparativo 1	12 (partícula primaria de negro de carbono)	376	456	4,7	1,68
Ejemplo comparativo 2	23 (partícula primaria de negro de carbono)	135	152	0,3	1,23
Ejemplo comparativo 3	45 (partícula primaria de negro de carbono)	58	68	0,1	0,96

Ejemplo 3 (referencia): Preparación de suspensión de electrodo

Se mezclaron Li[Ni_{0,6}Mn_{0,2}Co_{0,2}]O₂ (es decir, un material activo de electrodo positivo), poli(fluoruro de vinilideno) (PVdF) (es decir, un aglutinante) y el material conductor del ejemplo 1 en N-metilpirrolidona (NMP) (es decir, un disolvente) en una razón en peso de 96,5:1,5:2,0 para preparar una suspensión de electrodo.

Ejemplo 4 y ejemplos comparativos 5 a 8: Preparación de suspensión de electrodo

Se prepararon las suspensiones de electrodo del ejemplo 4 y los ejemplos comparativos 4 a 6 de la misma manera que en el ejemplo 3 (referencia), excepto porque, para el material conductor, se usó cada uno de los materiales conductores del ejemplo 2 y los ejemplos comparativos 1 a 3 en lugar del material conductor del ejemplo 1, respectivamente.

Ejemplo experimental 1: Evaluación de la resistencia al polvo

Se secaron a vacío las suspensiones de electrodo de los ejemplos 3 y 4 y los ejemplos comparativos 4 a 6 a una temperatura de 130 °C durante 3 horas y se pulverizaron para preparar un polvo. Luego, se preparó el polvo en forma de gránulo en las condiciones (25 °C, en una atmósfera de humedad relativa del 50 % con una carga de 9,8 MPa) usando el equipo Loresta GP de Mitsubishi Chem Analytech Co. Luego, se midió la resistencia al polvo mediante el método de 4 sondas y los resultados se muestran en la tabla 2.

[Tabla 2]

	Ejemplo 3 (referencia)	Ejemplo 4	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6
Resistencia al polvo (Ω)	127	97	148	154	189

Según la tabla 2 anterior, las resistencias al polvo del ejemplo 3 (referencia) y el ejemplo 4, en los que se usó el material conductor según la presente invención, fueron significativamente menores que las de los ejemplos comparativos 4 a 6, en los que se usó el negro de carbono en forma de una partícula secundaria. Es decir, se confirmó que, dado que los materiales conductores según la presente invención tenían una forma de partícula secundaria en la que estaban interconectadas láminas de grafeno, se aumentó el contacto superficial entre los materiales activos y los materiales conductores, siendo así capaces de mejorar significativamente la conductividad eléctrica de la suspensión y los electrodos. Además, a partir del resultado de que la resistencia al polvo del ejemplo

4 es significativamente menor que la del ejemplo 3 (referencia), se confirmó que el control del tamaño de la lámina de grafeno a un nivel apropiado mediante un tratamiento térmico adicional puede tener un efecto significativo sobre la mejora de la conductividad eléctrica.

5 Ejemplo 5 (referencia): Preparación de batería secundaria

(1) Preparación de electrodo positivo

10 Se aplicó la suspensión de electrodo del ejemplo 3 (referencia) a un colector de corriente de electrodo positivo (Al) que tenía un grosor de 20 μm y se secó a 130 °C para preparar un electrodo positivo.

(2) Preparación de batería secundaria

15 Se mezclaron grafito (es decir, un material activo de electrodo negativo), negro de carbono (es decir, un material conductor de electrodo negativo), caucho de estireno-butadieno (SBR) (es decir, un aglutinante de electrodo negativo) y carboximetilcelulosa (CMC) en agua destilada en una razón en peso de 96,5:2:1:0,5 para preparar una suspensión de electrodo negativo. Se aplicó la suspensión preparada a un colector de corriente de electrodo negativo (Cu) con un grosor de 10 μm y se secó a 100 °C para preparar un electrodo negativo.

20 Luego, se preparó una monocelda combinando un separador a base de polietileno que tenía un grosor de 15 μm para interponerse entre el electrodo negativo y el electrodo positivo preparados, y se inyectó la disolución electrolítica (carbonato de etileno (EC)/carbonato de etilmetilo (EMC) = 1/2 (razón en volumen), hexafluorofosfato de litio (LiPF₆, 1 mol)) en la monocelda para preparar una batería secundaria de litio.

25 Ejemplo 6 y ejemplos comparativos 7 a 9: Preparación de batería secundaria

30 Se prepararon las baterías secundarias del ejemplo 6 y los ejemplos comparativos 7 a 9 de la misma manera que en el ejemplo 5 (referencia), excepto porque, para la suspensión de electrodo en la preparación de un electrodo positivo, se usó cada una de las suspensiones del ejemplo 4 y los ejemplos comparativos 4 a 6 en lugar de la suspensión del ejemplo 3 (referencia), respectivamente.

Ejemplo experimental 2: Evaluación de la capacidad de descarga según la tasa C de descarga

35 Se evaluaron las baterías secundarias de litio preparadas en el ejemplo 5 (referencia) y el ejemplo 6 y los ejemplos comparativos 7 a 9 según la tasa C de descarga y los resultados se muestran en la tabla 3 a continuación. Específicamente, la tasa C de carga se fijó a 0,2 C y se evaluó la capacidad de descarga a 2,0 C con respecto a la capacidad de descarga a 0,2 C (%) mientras se aumentaba la tasa C de descarga desde 0,2 C hasta 2,0 C.

[Tabla 3]

	Ejemplo 5 (referencia)	Ejemplo 6	Ejemplo comparativo 7	Ejemplo comparativo 8	Ejemplo comparativo 9
Capacidad de descarga a 2,0 C con respecto a capacidad de descarga a 0,2 C (%)	83,9	86,1	79,8	75,2	71,7

45 Según la tabla 3, las capacidades de las baterías del ejemplo 5 (referencia) y el ejemplo 6, donde se usó el material conductor según la presente invención, mostraron valores más altos en comparación con los de los ejemplos comparativos 7 a 9, donde se usó el negro de carbono en forma de una partícula secundaria. Es decir, se confirmó que la conductividad eléctrica de los electrodos puede mejorarse significativamente mediante la aplicación del nuevo material conductor de la presente invención en forma de una partícula secundaria donde están interconectadas láminas de grafeno.

REIVINDICACIONES

1. Material conductor que comprende una estructura donde están interconectadas una pluralidad de láminas de grafeno,
 en el que el contenido de oxígeno es del 1 % en peso o superior basándose en el peso total del material conductor; y
 la razón de picos D/G es de 2,0 o menos tal como se mide mediante espectro Raman;
 en el que la lámina de grafeno tiene un tamaño lateral de 50-90 nm.

2. Material conductor según la reivindicación 1, en el que un valor calculado mediante la siguiente ecuación 1 es igual a 0,2 o menos:

[Ecuación 1]

$$\frac{|b-a|}{a}$$

en la que, en la ecuación 1 anterior, a es un área de superficie específica (m²/g) medida mediante el método BET de adsorción de nitrógeno y b es un índice de adsorción de yodo (mg/g) del material conductor.

3. Material conductor según la reivindicación 1, que comprende además una parte de conexión conectada a al menos una parte de la pluralidad de láminas de grafeno, teniendo la parte de conexión una forma no de grafeno.

4. Material conductor según la reivindicación 3, en el que al menos una parte de cada una de la pluralidad de láminas de grafeno está conectada a la parte de conexión.

5. Material conductor según la reivindicación 1, en el que el grosor promedio de la lámina de grafeno es de 10 nm o menos.

6. Material conductor según la reivindicación 1, en el que el área de superficie específica (m²/g) del material conductor medida mediante el método BET de adsorción de nitrógeno es de 200 m²/g o superior.

7. Método para preparar un material conductor según la reivindicación 1, comprendiendo el método:

una etapa de preparar un material conductor preliminar; en el que la etapa de preparar un material conductor preliminar comprende pirolizar gas de acetileno a una temperatura de 1.500 °C o superior; y

una etapa de transformar el material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación,

en el que la etapa de transformar un material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación comprende al menos uno de los siguientes:

a) someter el material conductor preliminar a un primer tratamiento térmico en una atmósfera de oxígeno o atmósfera de aire a una temperatura de 200 °C a 800 °C; y

b) hacer reaccionar el material conductor preliminar con vapor ácido a de 120 °C a 300 °C.

8. Método según la reivindicación 7, en el que el material conductor preliminar es negro de acetileno.

9. Método según la reivindicación 7, que comprende además, después de la etapa de transformar un material conductor preliminar mediante tratamiento de oxidación, someter el material conductor preliminar transformado mediante tratamiento de oxidación a un segundo tratamiento térmico a una temperatura de 500 °C o superior en una atmósfera inerte.

10. Electrodo que comprende al menos un material conductor según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

11. Bateria secundaria, que comprende:

un electrodo positivo;

5 un electrodo negativo;

un separador interpuesto entre el electrodo positivo y el electrodo negativo; y

10 un electrolito,

en la que al menos uno del electrodo positivo y el electrodo negativo es un electrodo según la reivindicación 10.

FIG. 1

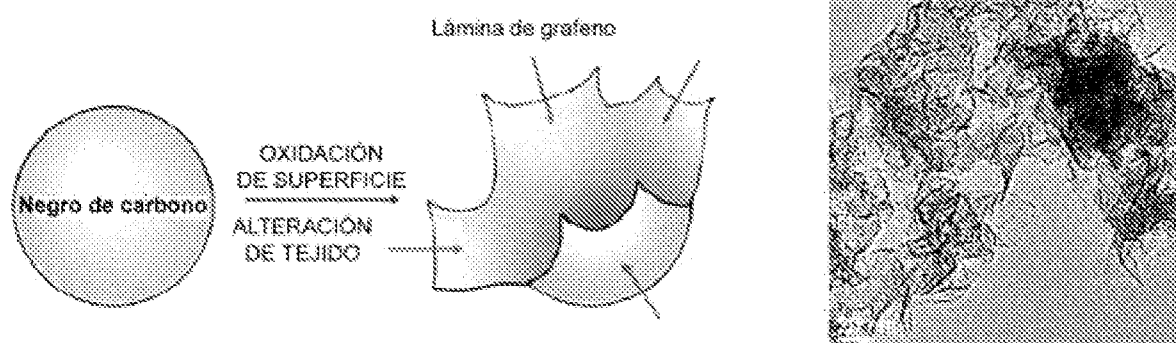


FIG. 2

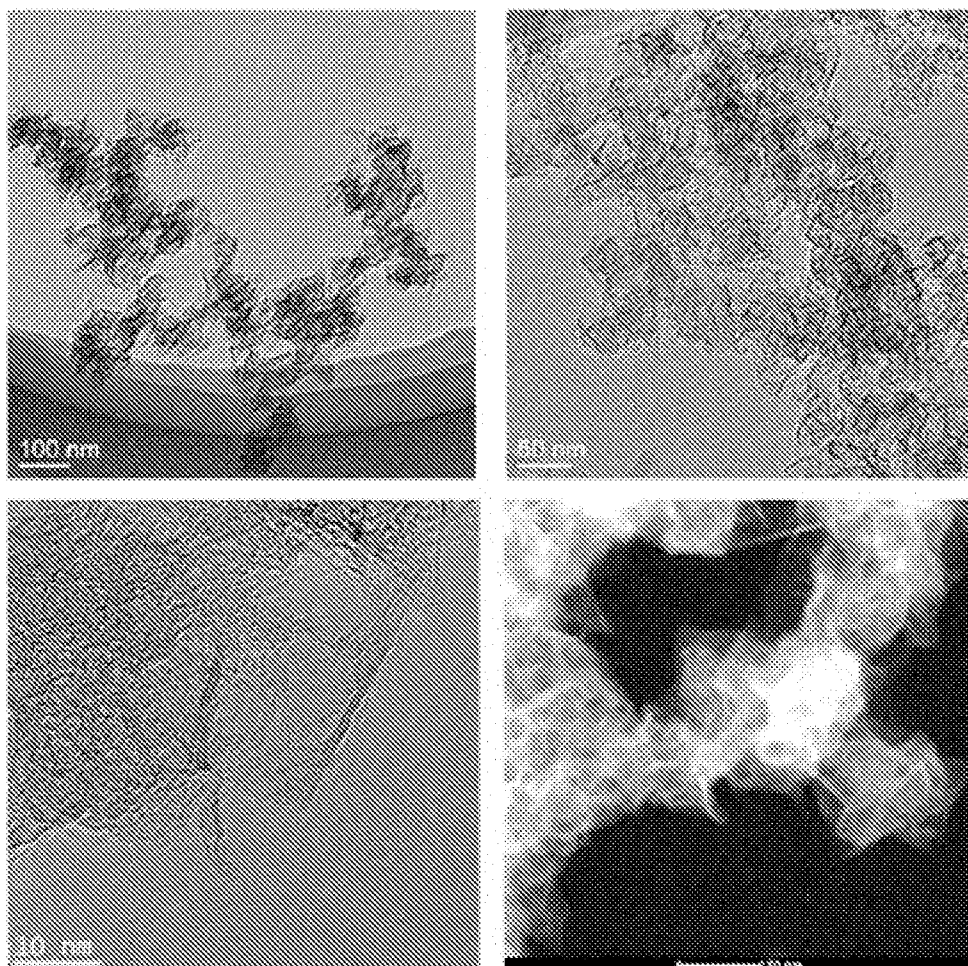


FIG. 3

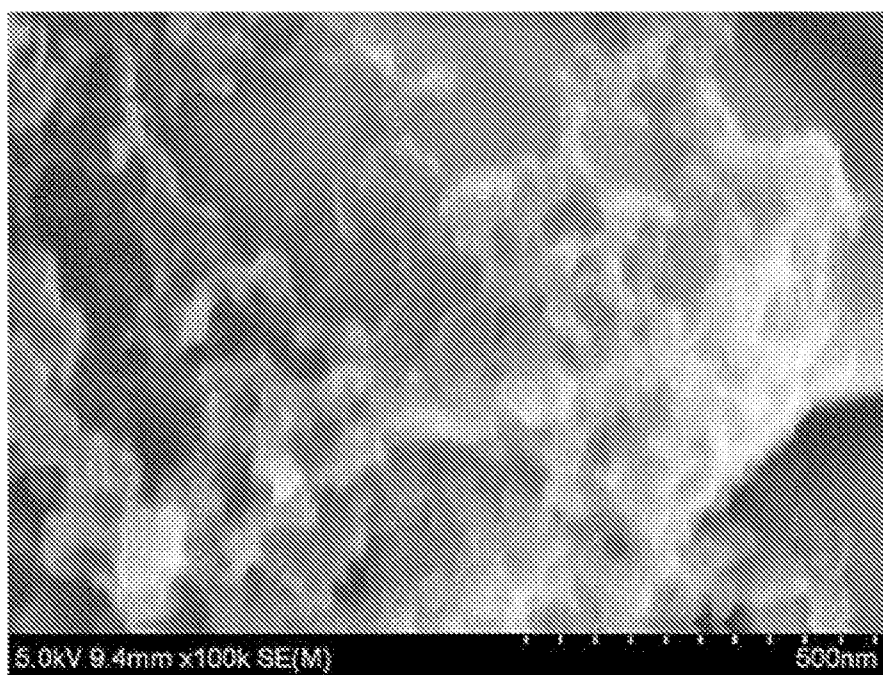
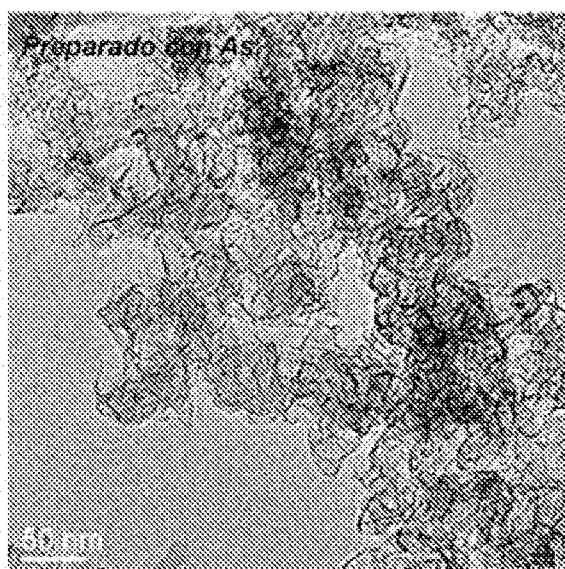
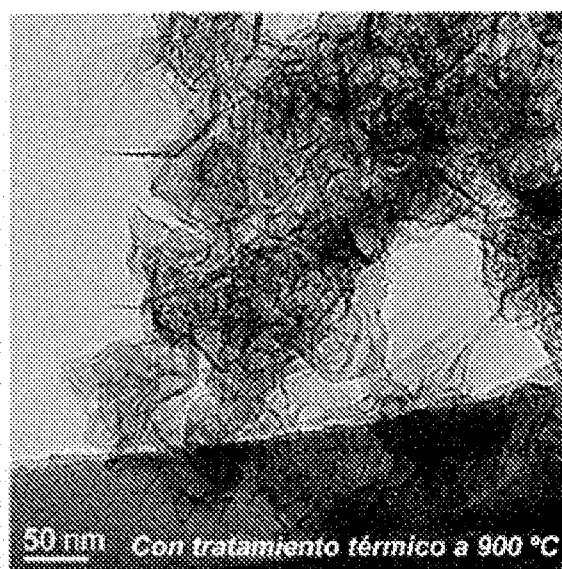


FIG. 4



(a)



(b)

FIG. 5

