



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201226502 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 07 月 01 日

(21)申請案號：100148052

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 12 月 22 日

(51)Int. Cl. : C09J133/20 (2006.01)

C09J133/14 (2006.01)

H01M4/62 (2006.01)

(30)優先權：2010/12/28 日本

2010-291863

2011/01/14 日本

2011-005871

(71)申請人：J S R 股份有限公司 (日本) JSR CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：梶原一郎 KAJIWARA, ICHIROU (JP)；真坂房澄 MASAKA, FUSAZUMI (JP)；茂木武志 MOGI, TAKESHI (JP)；助口大介 SUKEGUCHI, DAISUKE (JP)；本多達朗 HONDA, TATSUAKI (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：13 項 圖式數：1 共 71 頁

(54)名稱

電極用黏結劑組成物、電極用漿料、電極、及電氣化學裝置

(57)摘要

本發明之課題係以提供可製作具有良好的結著性，且充放電特性優異之電極之電極用黏結劑組成物。本發明相關之電極用黏結劑組成物，其特徵係含有下述(A)及(B)成份：(A)來自於 α ， β -不飽和腈化合物之構成單位 5 ~ 40 質量份、(B)來自於不飽和羧酸之構成單位 0.3 ~ 10 質量份；且，含有數平均粒徑為 50 ~ 400nm 之聚合物粒子，凝膠含有率為 90 ~ 99%，電解液膨潤率為 110 ~ 400%。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201226502 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 07 月 01 日

(21)申請案號：100148052

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 12 月 22 日

(51)Int. Cl. : C09J133/20 (2006.01)

C09J133/14 (2006.01)

H01M4/62 (2006.01)

(30)優先權：2010/12/28 日本

2010-291863

2011/01/14 日本

2011-005871

(71)申請人：J S R 股份有限公司 (日本) JSR CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：梶原一郎 KAJIWARA, ICHIROU (JP)；真坂房澄 MASAKA, FUSAZUMI (JP)；茂木武志 MOGI, TAKESHI (JP)；助口大介 SUKEGUCHI, DAISUKE (JP)；本多達朗 HONDA, TATSUAKI (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：13 項 圖式數：1 共 71 頁

(54)名稱

電極用黏結劑組成物、電極用漿料、電極、及電氣化學裝置

(57)摘要

本發明之課題係以提供可製作具有良好的結著性，且充放電特性優異之電極之電極用黏結劑組成物。本發明相關之電極用黏結劑組成物，其特徵係含有下述(A)及(B)成份：(A)來自於 α ， β -不飽和腈化合物之構成單位 5 ~ 40 質量份、(B)來自於不飽和羧酸之構成單位 0.3 ~ 10 質量份；且，含有數平均粒徑為 50 ~ 400nm 之聚合物粒子，凝膠含有率為 90 ~ 99%，電解液膨潤率為 110 ~ 400%。

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明為有關電極用黏結劑組成物、含有該黏結劑組成物與活性物質之電極用漿料、將該漿料塗佈於集電體之電極、具備有該電極之電氣化學裝置以及該黏結劑組成物之製造方法及保管方法。

【先前技術】

近年，作為電子設備之驅動用電源，要求著具有高電壓、高能量密度之蓄電裝置。特別是鋰離子蓄電池、鋰離子電容，被期待作為具有高電壓、高能量密度之蓄電裝置。

如此般之蓄電裝置中所使用的電極，係藉由將活性物質與電極用黏結劑之混合物塗佈，乾燥於集電板而製作。作為如此般之電極用黏結劑所要求之特性，有提高活性物質彼此之結合能力及活性物質與集電體之黏著能力（以下亦僅統稱為「結著性」）、將電極捲取步驟之耐磨擦性、於後續的裁斷等未有由所塗佈的電極用組成物層（以下亦僅稱為「活性物質層」）產生活性物質之微粉等之耐落粉適性等。藉由滿足此等要求特性之電極用黏結劑，電極之折疊方法、捲繞半徑等之設計自由度變高，可達成蓄電裝置之小型化。更，可舉例降低起因為電極用黏結劑之電池內部電阻。藉此，可實現良好的充放電特性。

例如，在特開2000-299109號公報中檢討著藉由控制

電極用黏結劑之組成來提昇上述特性之技術。又，在特開 2010-205722 號公報、特開 2010-3703 號公報中檢討著使用具有環氧基或羥基之黏結劑來提昇上述特性之技術。更，在特開 2010-245035 號公報中檢討著控制殘留雜質之含有量之技術。

【發明內容】

〔發明所欲解決的課題〕

然而，以如此般之以往黏結劑組成物時，由於黏結劑本身即成為電極之電阻成分，故兼具良好的充放電特性及良好的結著性為困難。又，維持橫跨長期間之良好的充放電特性及良好的結著性為更困難。

更，由於電極用黏結劑組成物為以有機粒子分散於分散媒中之狀態，故因製造後之處理或保管環境之變化有產生凝聚體之情形。如此所產生的凝聚體，於製作電極之際，有成為短路原因之情形。更，使用已產生如此般凝聚體之黏結劑組成物所製作的電氣化學裝置時，起因為電極所產生之極稀少之缺陷，而有產生引燃等問題之虞。因此，切盼著一種降低異物之新黏結劑之開發，其中，該黏結劑係可製造出前述缺陷之產生為極少之電極者。又，對於未產生異物之電極黏結劑組成物之保管方法亦具有要求。

在此，本發明相關之幾個樣態，係藉由解決上述課題，以提供可製作具有良好的結著性，且充放電特性優異之電極之電極用黏結劑組成物。更，以提供可製作能維持橫

跨長期間之良好的結著性與良好的充放電特性之電極之電極用黏結劑組成物。

更，本發明之其他樣態係用來解決如上述般以往技術之課題，以提供如分隔器（separator）破損般之不良之發生率為極低，並極難產生引燃等之問題，可作為安全性高之電氣化學裝置之電極材料所使用的電極用黏結劑組成物。更，本發明之其他樣態，就提昇電極之收率之觀點而言，以提供在保管如此般之電極用黏結劑組成物時，未產生異物之保管方法。

〔解決課題之手段〕

本發明係用來解決上述課題之至少一部份者，可作為以下之樣態或適用例來予以實現。

〔適用例1〕

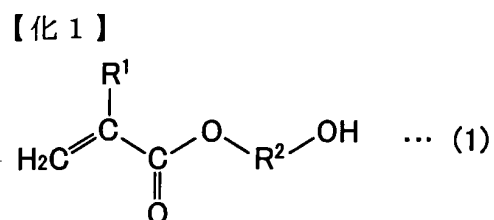
本發明相關之電極用黏結劑組成物之一樣態，其特徵係其係含有下述（A）及（B）成份：

（A）來自於 α, β -不飽和腈化合物之構成單位5～40質量份、

（B）來自於不飽和羧酸之構成單位0.3～10質量份；
且，含有數平均粒徑為50～400nm之聚合物粒子，凝膠含有率為90～99%，電解液膨潤率為110～400%。

〔適用例2〕

如適用例 1 之電極用黏結劑組成物，其中，前述聚合物粒子可進而含有來自於下述一般式（1）所示化合物之構成單位，



（式中， R^1 為氫原子或一價之烴基， R^2 為二價之烴基）。

〔適用例 3〕

如適用例 2 之電極用黏結劑組成物，其中，前述一般式（1）所示化合物可為甲基丙烯酸羥乙酯。

〔適用例 4〕

如適用例 1~適用例 3 中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，前述聚合物粒子可進而含有（C）來自於共軛二烯化合物之構成單位。

〔適用例 5〕

如適用例 1~適用例 4 中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，pH 可為 6 以上、8 以下。

〔適用例 6〕

如適用例 1~適用例 5 中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，以測粒儀測定時之每 1 mL 中之粒徑 20 μm 以上之粒

子數可為0個。

〔適用例7〕

本發明相關之電極用黏結劑組成物之製造方法之一樣態，其特徵係含有藉由過濾處理，使以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數成為0個之步驟。

〔適用例8〕

本發明相關之電極用漿料之一樣態，其特徵係含有活性物質及如適用例1~適用例6中任一項之電極用黏結劑組成物。

〔適用例9〕

本發明相關之電極之一樣態，其特徵係具備有集電體，及將如適用例8之電極用漿料塗佈及乾燥於前述集電體之表面上所形成的活性物質層。

〔適用例10〕

本發明相關之電氣化學裝置之一樣態，其特徵係具體有如適用例9之電極。

〔適用例11〕

本發明相關之電極用黏結劑組成物之保管方法之一樣態，其特徵係將如適用例1~適用例6中任一項之電極用黏

結劑組成物填充於溫度已控制在 2°C 以上、 30°C 以下之容器中，使相對於前述容器之內容積，扣除前述電極用黏結劑組成物所佔容積後之空隙部容積之比率成為 $1\sim 20\%$ 。

〔適用例12〕

如適用例11之電極用黏結劑組成物之保管方法，其中，前述空隙部氛圍之氧濃度可為 1% 以下。

〔適用例13〕

如適用例11或適用例12之電極用黏結劑組成物之保管方法，其中，由前述容器之金屬離子之溶出濃度可為 50ppm 以下。

〔發明效果〕

藉由本發明相關之電極用黏結劑組成物，可製作結著性優異之同時，充放電特性為優異之電極。又，藉由本發明相關之電極用黏結劑組成物，可製作能維持橫跨長期間之良好的結著性與良好的充放電特性之電極。

藉由本發明相關之電極用黏結劑組成物之保管方法，可抑制異物之產生，其結果可謀求電極收率之提昇。

〔實施發明的最佳型態〕

以下，對於本發明之實施型態進行說明，惟，本發明並不限定於以下之實施型態，又，理當可理解，在不超出

本發明之宗旨之範圍內，基於該所屬技術領域中具有通常知識者之一般知識，對於以下之實施型態加以適當之變更、改良等亦屬落入本發明之範圍內。

1. 電極用黏結劑組成物

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，其特徵係含有（A）來自於 α, β -不飽和腈化合物之構成單位5~40質量份及（B）來自於不飽和羧酸之構成單位0.3~10質量份；且，含有數平均粒徑為50~400nm之聚合物粒子，相對於凝固該聚合物粒子而得到聚合物之甲苯之不溶解分（凝膠含有率）為90~99%，將乾燥該聚合物粒子後所得到的連續薄膜浸漬於標準電解液之際之膨潤率（電解液膨潤率）為110~400%。

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，係作為活性物質之黏結劑所使用者，具體係作為正極活性物質之粒子彼此及正極活性物質與集電體金屬箔之黏結劑、或負極活性物質之粒子彼此及負極活性物質與集電體金屬箔之黏結劑來作用者。此時，相對於正極活性物質或負極活性物質100質量份，藉由以固形分為0.1~10質量份、較佳為0.5~5質量份之比例含有前述聚合物粒子，可進行作為電極用漿料之調製。若前述聚合物粒子之含有量未滿0.1質量份時，結著性有低下之情形；又，若超過10質量份時，在作為電池進行組裝之際，對於電池之各種特性有賦予不良影響之傾向。以下，對於本實施型態相關之電極用黏結劑組

成物中所含有的各成分進行詳細說明。

1.1. 聚合物粒子

本實施型態相關之電極用黏結劑中所含有的聚合物粒子，係含有（A）來自於 α, β -不飽和腈化合物之構成單位（以下亦稱為「（A）構成單位」）及（B）來自於不飽和羧酸之構成單位（以下亦稱為「（B）構成單位」）。尚，本發明中所謂的「構成單位」，藉由單體之進行聚合而成為聚合物，而該單體為構成重覆單位，係指為此重覆單位。

1.1.1. （A）來自於 α, β -不飽和腈化合物之構成單位

藉由含有（A）構成單位，聚合物粒子可因為電解液而適度地膨潤。即，由於溶劑侵入由聚合物鏈所構成的網絡構造中，並使網絡間隔擴大，故已溶劑化（solvated）之鋰離子穿過此網絡構造變得容易移動。其結果，認為使鋰離子之擴散性提昇。藉此，由於可降低電極電阻，故實現了良好的電極之充放電特性。

在作為用來構成（A）構成單位所使用的 α, β -不飽和腈化合物之具體例，舉例如丙烯腈、甲基丙烯腈、 α -氯丙烯腈、 α -乙基丙烯腈、二氰亞乙烯等。此等之中較佳為丙烯腈、甲基丙烯腈，特佳為丙烯腈。尚，此等（A）構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

將全構成單位作為100質量份時，（A）構成單位之含

有比例為5～40質量份，較佳為7～35質量份、更佳為10～30質量份。當（A）構成單位之含有比例為前述範圍時，與所使用電解液之親和性優異，且膨潤率不會變得過大，可對於電池特性之提昇貢獻。

1.1.2. （B）來自於不飽和羧酸之構成單位

聚合物粒子藉由含有（B）構成單位，在將本發明發明之電極用黏結劑組成物與活性物質混合之際，不會使活性物質凝聚，並可製作活性物質為已良好分散之混合物（漿料）。藉此，將混合物塗佈後所製作的電極，可成為幾近均勻之分布。其結果，可製作出結著缺陷為少之電極。即，認為是結著性之提昇。

在作為用來構成（B）構成單位所使用的不飽和羧酸之具體例，舉例如丙烯酸、甲基丙烯酸、丁烯酸、馬來酸、福馬酸、伊康酸等之單或二羧酸（酐）等。此等之中又以丙烯酸、甲基丙烯酸、伊康酸為特佳。尚，此等（B）構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

將全構成單位作為100質量份時，（B）構成單位之含有比例為0.3～10質量份，較佳為0.3～6質量份。當（B）構成單位之含有比例為前述範圍時，在電極用漿料之調製時，聚合物粒子之分散安定性優異，且不易生成凝聚物。又，亦可抑制經時性之漿料黏度之上昇。

1.1.3. （C）來自於共軛二烯化合物之構成單位

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子，較佳為進而含有（C）來自於共軛二烯化合物之構成單位（以下亦稱為「（C）構成單位」）者。

藉由含有（C）構成單位，聚合物粒子可具有強結著力。即，由於聚合物粒子被賦予來自於共軛二烯化合物之橡膠彈性，故可追循於電極之體積收縮或擴大等之變化。藉此，使結著性提昇，更認為是具有維持長期間之充放電特性之耐久性者。

在作為用來構成（C）構成單位所使用的共軛二烯化合物之具體例，舉例如1,3-丁二烯、2-甲基-1,3-丁二烯、2,3-二甲基-1,3-丁二烯、2-氯-1,3-丁二烯、取代直鏈共軛戊二烯類、取代及側鏈共軛己二烯類等。此等之中特佳為1,3-丁二烯。尚，此等（C）構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

將全構成單位作為100質量份時，（C）構成單位之含有比例較佳為60質量份以下、更佳為25～55質量份、特佳為35～50質量份。當（C）構成單位之含有比例為前述範圍時，可更提昇結著性。

1.1.4. （D）來自於芳香族乙烯基化合物之構成單位

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子，較佳為進而含有（D）來自於芳香族乙烯基化合物之構成單位（以下亦稱為「（D）構成單位」）者。

在作為用來構成（D）構成單位所使用的芳香族乙烯

基化合物之具體例，舉例如苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、p-甲基苯乙烯、乙烯基甲苯、氯苯乙烯、二乙烯基苯等。此等之中特佳為苯乙烯。尚，此等（D）構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

將全構成單位作為100質量份時，（D）構成單位之含有比例較佳為60質量份以下、更佳為10～55質量份、特佳為20～50質量份。當（D）構成單位之含有比例為前述範圍時，聚合物粒子對於作為活性物質所使用的石墨會具有適度之結著性。又，所得到的電極層，為柔軟性或對於集電體之結著性為良好者。

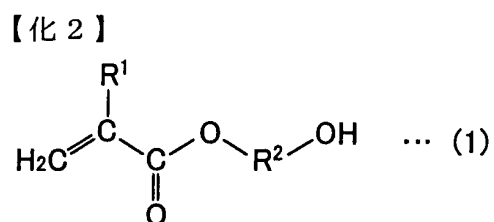
1.1.5. （E）來自於（甲基）丙烯酸酯化合物之構成單位

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子，較佳為進而含有（E）來自於（甲基）丙烯酸酯化合物之構成單位（以下亦稱為「（E）構成單位」）者。尚，在本說明書中，稱呼為「～（甲基）丙烯酸酯」時，意味著「～丙烯酸酯」及「～甲基丙烯酸酯」。

若使用之電極用黏結劑組成物含有（A）構成單位，且為包含未含有（E）構成單位之聚合物粒子時，該聚合物粒子對於電解液之膨潤度會變大，電極電阻會降低，相反地，活性物質彼此及活性物質層與集電體之界面之結著性會降低，無法充分地保持電極構造，而有充放電特性劣化之情形。然而，藉由使用包含含有（A）構成單位與（E）構成單位之聚合物粒子電極用黏結劑組成物，因為此等

之相乘效果，該聚合物粒子之對於電解液之膨潤度變大，電極電阻降低之同時，可充分地保持活性物質。

在作為用來構成（E）構成單位所使用的（甲基）丙烯酸酯化合物，較佳為下述一般式（1）所示化合物。



上述一般式（1）中， R^1 為氫原子或一價之烴基，較佳為一價之烴基、更佳為碳數1～6之經取代或未取代之烷基、特佳為甲基。又， R^2 為二價之烴基，較佳為碳數1～6之經取代或未取代之伸烷基。在作為用來構成（E）構成單位所使用的上述一般式（1）所示化合物之具體例，舉例如甲基丙烯酸2-羥乙酯、甲基丙烯酸2-羥丙酯、甲基丙烯酸3-羥丙酯、甲基丙烯酸4-羥丁酯、甲基丙烯酸5-羥戊酯、甲基丙烯酸6-羥己酯等。此等之中較佳為甲基丙烯酸2-羥乙酯。尚，此等（E）構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

又，本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子，可含有上述一般式（1）所示化合物以外之（E）來自於（甲基）丙烯酸酯化合物之構成單位。作為如此般之（甲基）丙烯酸酯化合物之具體例，舉例如（甲基）丙烯酸甲酯、（甲基）丙烯酸乙酯、（甲基）丙烯酸正丙酯、（甲基）丙烯酸異丙酯、（甲基）丙烯酸正丁酯、（甲基）丙烯酸異丁酯、（甲基）丙烯酸正戊酯、（

甲基) 丙烯酸異戊酯、(甲基) 丙烯酸己酯、(甲基) 丙烯酸 2-己酯、(甲基) 丙烯酸辛酯、(甲基) 丙烯酸異壬酯、(甲基) 丙烯酸癸酯等。此等之中較佳為(甲基) 丙烯酸甲酯、(甲基) 丙烯酸正丁酯、(甲基) 丙烯酸異丁酯，更佳為(甲基) 丙烯酸甲酯。尚，此等(E) 構成單位可以單獨一種或組合二種以上使用。

將全構成單位作為100質量份時，(E) 構成單位之含有比例較佳為40質量份以下、更佳為5~35質量份、特佳為10~30質量份。特別是當(E) 構成單位為上述一般式(1) 所示化合物時，較佳為20質量份以下、更佳為1~10質量份、特佳為2~5質量份。當(E) 構成單位之含有比例為前述範圍時，所得到的聚合物粒子與電解液之親和性會成為適度者，可抑制在電池中因為電極用黏結劑組成物成為電氣電阻成分之內部電阻之上昇，同時防止因為過度地吸收電解液之結著性之降低。

1.1.6. 來自於其他共聚合單體之構成單位

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子，除了上述構成單位以外，可含有來自於可與此等共聚合之單體化合物(以下亦僅稱為「其他之共聚合單體」) 之構成單位。

作為其他共聚合單體之具體例，舉例如(甲基) 丙烯醯胺、N-羥甲基丙烯醯胺等之乙烯性不飽和羧酸之烷基醯胺；乙酸乙烯酯、丙酸乙烯酯等之羧酸乙烯基酯；乙烯性

不飽和二羧酸之酸酐；單烷基酯；單醯胺類；胺基乙基丙烯醯胺、二甲基胺基甲基甲基丙烯醯胺、甲基胺基丙基甲基丙烯醯胺等之乙烯性不飽和羧酸之胺基烷基醯胺等。尚，此等共聚合單體可以單獨一種或組合二種以上使用，又，亦可併用交聯性之共聚合單體。

1.1.7. 聚合物粒子之數平均粒徑

聚合物粒子之數平均粒徑為50～400nm之範圍，較佳為70～350nm之範圍。當聚合物粒子之數平均粒徑為前述範圍時，在形成電極時之乾燥步驟中，結著性有提昇之傾向。又，所得到的電極，由於活性物質・聚合物粒子・集電體之相互之間可形成充分有效之黏著點之數，故宜。尚，聚合物粒子之數平均粒徑，可藉由使用以動態光散射法作為測定原理之粒度分布測定裝置而予以求得。

作為如此般之粒度分布測定裝置，例如，可例舉Coulter LS230、LS100、LS13 320（以上、Beckman Coulter, Inc製），或ALV5000（ALV公司製）、FPAR-1000（大塚電子（股）製）等。此等粒度分布測定裝置，不僅僅只是將聚合物粒子之一次粒子作為評價對象，一次粒子凝聚所形成的二次粒子亦可作為其評價對象。因此，藉由此等粒度分布測定裝置所測定的粒度分布，可作為電極用漿料中所含有聚合物粒子之分散狀態之指標。尚，聚合物粒子之數平均粒徑亦可藉由將電極用漿料離心分離使活性物質粒子沈降後，使用上述粒度分布測定裝置測定其

上清液之方法來進行測定。

1.1.8. 聚合物粒子之玻璃轉移溫度 (T_g)

聚合物粒子之玻璃轉移溫度 (T_g) ，若為依據 JIS K7121藉由示差掃描熱量測定 (DSC) 測定時，較佳為 $-50 \sim 25^{\circ}\text{C}$ 、更佳為 $-30 \sim 5^{\circ}\text{C}$ 。當玻璃轉移溫度為前述範圍時，可賦予聚合物粒子之對於活性物質層之更好的柔軟性與黏著性，因而可使結著性更提昇，故宜。

1.2. 聚合物粒子之製作方法

有關本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子之合成方法未特別限定，但可藉由二階段之乳化聚合步驟而容易地製作。

1.2.1. 第一階段之聚合步驟

第一階段之乳化聚合步驟中所使用的 (I) 單體成分，係含有例如 α, β -不飽和腈化合物、共軛二烯化合物、芳香族乙烯基化合物、(甲基) 丙烯酸酯化合物、及其他共聚合單體等之非羧酸系單體與不飽和羧酸等之羧酸系單體。(I) 單體成分中所含有非羧酸系單體之含有比例，就非羧酸系單體與羧酸系單體之合計 100 質量 % 中，較佳為 $80 \sim 92$ 質量 % 、更佳為 $82 \sim 92$ 質量 % 。當非羧酸系單體之含有比例為 $80 \sim 92$ 質量 % 時，於調製電極用漿料時，聚合物粒子之分散安定性優異，且不易產生凝聚物。又，亦可

抑制經時性之漿料黏度之上昇。

在（I）單體成分中，前述非羧酸系單體中之（甲基）丙烯酸酯化合物之含有比例較佳為14～30質量%。當（甲基）丙烯酸酯化合物之含有比例為前述範圍時，於調製電極用漿料時，聚合物粒子之分散安定性優異，且不易產生凝聚物。又，所得到聚合物粒子與電解液之親和性會成為適度者，可防止因為過度地吸收電解液之結著性之降低。

在（I）單體成分中，非羧酸系單體中之共軛二烯化合物之含有比例較佳為10～60質量%，芳香族乙烯基化合物之比例較佳為20～50質量%。又，羧酸系單體中之伊康酸比例較佳為50～85質量%。

1.2.2. 第二階段之聚合步驟

第二階段之乳化聚合步驟中所使用的（II）單體成分，係含有例如 α, β -不飽和腈化合物、共軛二烯化合物、芳香族乙烯基化合物、（甲基）丙烯酸酯化合物、及其他共聚合單體等之非羧酸系單體與不飽和羧酸等之羧酸系單體。（II）單體成分中所含有非羧酸系單體之含有比例，就非羧酸系單體與羧酸系單體之合計100質量%中，較佳為94～99質量%、更佳為96～98質量%。當非羧酸系單體之含有比例為前述範圍時，於調製電極用漿料時，聚合物粒子之分散安定性優異，且不易產生凝聚物。又，亦可抑制經時性之漿料黏度之上昇。

在 (II) 單體中，非羧酸系單體中之 (甲基) 丙烯酸酯化合物之含有比例較佳為 11.5 質量 % 以下。當 (甲基) 丙烯酸酯化合物之含有比例為 11.5 質量 % 以下時，所得到聚合物粒子與電解液之親和性會成為適度者，可防止因為過度地吸收電解液之結著性之降低。

又，在聚合物粒子構成單體中，(I) 單體成分與 (II) 單體成分之質量比 ((I) / (II) 比) 較佳為 0.05 ~ 0.5、更佳為 0.1 ~ 0.4。當 (I) / (II) 比為前述範圍時，於調製電極用漿料時，聚合物粒子之分散安定性優異，且不易產生凝聚物。又，亦可抑制經時性之漿料黏度之上升。

1.2.3. 乳化聚合

乳化聚合步驟係於水性媒體中，在乳化劑、聚合起始劑及分子量調節劑之存在下進行。以下，對於在乳化聚合步驟所使用的各材料進行說明。

1.2.3.1. 乳化劑

作為乳化劑之具體例，舉例如高級醇之硫酸酯鹽、烷基苯磺酸鹽、烷基二苯基醚二磺酸鹽、脂肪族磺酸鹽、脂肪族羧酸鹽、脫氫松香酸鹽、萘磺酸之福馬林縮合物、非離子性界面活性劑之硫酸酯鹽等之陰離子性界面活性劑；聚乙二醇之烷基酯型、烷基苯基醚型、烷基醚型等之非離子性界面活性劑；全氟丁基磺酸鹽、含全氟烷基之磷酸酯

、含全氟烷基之羧酸鹽、全氟烷基環氧乙烷加成物等之氟系界面活性劑。尚，乳化聚合步驟時，此等乳化劑可以單獨一種或組合二種以上使用。

1.2.3.2. 聚合起始劑

作為聚合起始劑之具體例，舉例如過硫酸鋰、過硫酸鉀、過硫酸鈉、過硫酸銨等之水溶性聚合起始劑；異丙苯過氧化氫、過氧化苯甲醯、t-丁基氫過氧化物、過氧化乙醯、二異丙基苯氫過氧化物、1,1,3,3-四甲基丁基氫過氧化物等之油溶性聚合起始劑。此等之中，較佳為過硫酸鉀、過硫酸鈉、異丙苯過氧化氫、t-丁基氫過氧化物。尚，乳化聚合步驟，此等聚合起始劑可以單獨一種或組合二種以上使用。聚合起始劑之使用量未特別限制，可考量單體組成、聚合反應系之pH、其他添加劑等之組合予以適當地調整。

1.2.3.3. 分子量調節劑

作為分子量調節劑之具體例，舉例如n-己硫醇、n-辛硫醇、t-辛硫醇、n-十二硫醇、t-十二硫醇、n-十八硫醇等之烷基硫醇；二硫化二甲基黃原酸酯、二硫化二異丙基黃原酸酯等之黃原酸化合物；terpinolene、四甲基硫拉母二硫化物、四乙基硫拉母二硫化物、四甲基硫拉母單硫化物等之硫拉母系化合物；2,6-二-t-丁基-4-甲基酚、苯乙烯化酚等之酚系化合物；烯丙醇等之烯丙基化合物；二氯甲烷

、二溴甲烷、四溴化碳等之鹵化烴化合物； α -苄氧基苯乙烯、 α -苄氧基丙烯酸腈、 α -苄氧基丙烯酸醯胺等之乙烯基醚；三苯基乙烷、五苯基乙烷、丙烯醛、甲基丙烯醛、硫代乙醇酸、硫代蘋果酸、巰乙酸2-乙基己酯、 α -甲基苯乙烯二聚物等。尚，乳化聚合步驟時，此等分子量調節劑可以單獨一種或組合二種以上使用。

1.2.4. 乳化聚合之條件

第一階段之乳化聚合步驟，較佳為以聚合溫度40～80℃、聚合時間2～4小時之條件來進行。在第一階段之乳化聚合步驟中，聚合轉化率較佳為50%以上、更佳為60%以上。又，第二階段之乳化聚合步驟，較佳為以聚合溫度40～80℃、聚合時間2～6小時之條件來進行。

乳化聚合結束後，較佳為藉由添加中和劑來進行中和處理，使分散液之pH成為5～10左右。作為使用的中和劑，未特別限定，通常舉例如氫氧化鈉、氫氧化鉀等之金屬氫氧化物或氨。藉由將分散液之pH設定於5～10之範圍，使分散液之摻合安定性變得良好，較佳為6～9、更佳為6～8、又更佳為7～8.5。將乳化聚合步驟之全固形分濃度設定為50質量%以下時，可使反應以分散安定性良好地進行，較佳為45質量%以下、更佳為40質量%以下。又，藉由在中和處理後進行濃縮，可使粒子之安定性更為良好之同時，並使成為高固形分化。

1.3. 其他添加劑

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中，視所需，可添加水溶性增黏劑等各種添加劑。作為添加劑之具體例，舉例如羧甲基纖維素、甲基纖維素、羥甲基纖維素、乙基纖維素、聚乙烯基醇、聚丙烯酸（鹽）、氧化澱粉、磷酸化澱粉、酪蛋白等之水溶性增黏劑；六偏磷酸鈉、三聚磷酸鈉、焦磷酸鈉、聚丙烯酸鈉等之分散劑；非離子性、陰離子性界面活性劑等之乳膠（latex）之安定化劑。

1.4. 凝膠含有率

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之凝膠含有率為90～99%，較佳為92～99%、更佳為94～99%。當凝膠含有率為前述範圍時，聚合物粒子變得不易溶解於電解液中，可抑制因橫跨長期間之過電壓之上昇所對於電池特性之不良影響。當凝膠含有率未滿前述範圍時，作為用來將活性物質予以橫跨長期間地固定之電極用黏結劑之能力會不足，故不宜。又，當凝膠含有量超過前述範圍時，由於對於集電板之密著力會降低，故不宜。

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之凝膠含有率，可藉由以下之程序所算出。

首先，將甲醇添加於電極用黏結劑組成物中使凝固，將其所得到的凝固物進行真空乾燥以除去水分。於如此般所得到的凝固物（W0（g））中加入甲苯使膨潤溶解。之後，將此使用已秤量之300篩孔之金屬網進行過濾，並使

甲苯由其濾液蒸發乾燥，測定其乾燥物之質量（ W_1 （g））。凝膠含有率（%），可由上述所得到之值依據下述式（2）予以算出。

$$\text{凝膠含有率（\%）} = \left(\left(W_0 - W_1 \right) / W_0 \right) \times 100 \quad \cdots (2)$$

1.5. 電解液膨潤率

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之電解液膨潤率為110～400%，較佳為130～350%、更佳為150～300%。當電解液膨潤率為前述範圍時，對於電解液聚合物粒子可適度地進行膨潤。其結果，已溶劑化之鋰離子可容易地到達活性物質，使電極電阻有效地降低，並可實現更良好的充放電特性。更，由於未產生大的體積變化，故結著性亦優異。另一方面，當電解液膨潤率未滿前述範圍時，雖結著性為良好，但會阻礙鋰離子之到達活性物質，由於電極電阻會增大，故不宜。當電解液膨潤率超過前述範圍時，雖電極電阻會降低，但由於結著性會劣化，故不宜。

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之電解液膨潤率，可藉由以下之程序所算出。

首先，將電極用黏結劑組成物流入於指定的框內，以常溫使乾燥得到乾燥薄膜。之後，將乾燥薄膜由框中取出，進一步以80℃×3小時使加熱乾燥得到試驗用薄膜。接著，將所得到的試驗用薄膜（ W_0' （g））浸漬於標準電解液中，進行1天之80℃加溫使膨潤。之後，將試驗用薄膜由

標準電解液中取出，將附著於薄膜表面之電解液擦拭後，測定試驗後之浸漬後質量（ $W1'$ （g））。電解液膨潤率（%），可由上述所得到之值依據下述式（3）予以算出。

$$\text{電解液膨潤率（\%）} = \left(W1' / W0' \right) \times 100 \quad \cdots (3)$$

尚，在本說明書中，所謂的「標準電解液」，係指對於將碳酸乙烯酯（EC）與碳酸二乙酯（DEC）以體積比為5：5進行混合後之混合溶劑，使作為電解質之 $LiPF_6$ 以成為1M之濃度般溶解之電解液。

1.6. 其他特徵

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，可使用如上述般之電極用黏結劑組成物，以測粒儀測定時，較佳為每1mL中之粒徑 $20\mu m$ 以上之粒子數為0個。藉由如此般之電極用黏結劑組成物，由於以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑 $20\mu m$ 以上之粒子數為0個，故因為黏結劑中所含有粒子而使分隔器破損（即，分隔器因粒子而被貫穿）之不良發生率極低，可作為構成安全性高之電氣化學裝置之電極材料使用。

以往的電極用黏結劑組成物，由於未進行將較指定之粒徑為大的粒子予以除去之操作，故認為含有較指定之粒徑為大的粒子。如此般時，在電流通過之際，當前述大粒子帶電時，前述大粒子會被吸引至跨越分隔器之電極側，

而有貫穿分隔器、或貫穿分隔器使產生龜裂之可能性。如此地，以往的電極用黏結劑組成物會產生使分隔器破損之不良（具體為前述的大粒子貫穿分隔器、或貫穿分隔器使產生龜裂之不良）之可能性。然後，當分隔器破損時，由於會通電，故電氣化學裝置有引起硬短路（hard short）之可能性，當引起硬短路時，極稀少之情形有例如電氣化學裝置會引燃等之問題。另一方面，藉由本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，由於未含有如貫穿分隔器、或貫穿分隔器使產生龜裂之粒子（較指定之粒徑為大的粒子），故可製作出無如前述般問題之安全性高之電氣化學裝置之電極。在此，所謂的較指定之粒徑為大的粒子，具體為具有與將正極與負極分開之分隔器之厚度為同程度大小之粒徑之粒子。尚，分隔器之厚度通常為 $10\sim 30\mu\text{m}$ 。當分隔器之厚度為較 $10\mu\text{m}$ 為更薄時，容易破損，有成為電氣化學裝置之不良原因之虞。

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，只要是能滿足前述條件之範圍內未特別限制，除了前述條件以外，以測粒儀測定時之每 1mL 中之粒徑 $15\mu\text{m}$ 以上、未滿 $20\mu\text{m}$ 之粒子數，較佳為 $0\sim 35000$ 個，更佳為 $0\sim 4000$ 個。更，以測粒儀測定時之每 1mL 中之粒徑超過 $10\mu\text{m}$ 、未滿 $15\mu\text{m}$ 之粒子數，較佳為 $0\sim 500000$ 個、更佳為 $0\sim 200000$ 個。如此般地，當指定粒徑之粒子為前述範圍內時，可使因此等粒子而使分隔器破損之可能性更為降低。又，黏結劑容易成為電阻成分，且當此黏結劑局部化時，易有電阻增大等之缺陷

，惟，藉由使指定粒徑之粒子成為如前述範圍內時，黏結劑不易局部化。因此，具有前述電阻不易增大等優點。

尚，在本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中，係將每 1mL 中之粒子數使用測粒儀進行測定，並依每一指定粒徑區分來規定粒子數。

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物，如同上述般地，係使聚合性單體聚合而得到者。換句話說，為含有來自於前述聚合性單體之構造單位之聚合物粒子者，藉由此聚合物粒子而展現出作為黏結劑之機能。

在本實施型態相關之電極用黏結劑組成物中，前述聚合物粒子之（固形分換算）濃度較佳為 20～56 質量%、更佳為 23～55 質量%、特佳為 25～54 質量%。當前述濃度為前述範圍內時，由於在黏結劑中聚合物粒子會安定化（以良好分散之狀態存在），有可得到長期間安定性優異之黏結劑組成物等之優點。當前述濃度未滿 20 質量%時，有生產性變低等之缺陷。即，將藉由聚合所得到的反應液直接作為黏結劑予以使用時，必需將藉由聚合所得到的聚合物粒子之濃度降低。因而生產性變低。另一方面，當超過 56 質量%時，由於黏結劑之黏度會過度增加，有無法得到足夠之長期間安定性之虞。

1.7. 電極用黏結劑組成物之製造方法

本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之製造方法，如上述般地，於已合成有聚合物粒子之反應液中，視所需

地在添加上述添加劑後，其特徵為使用深度型（depth type）或打摺型（pleats type）之過濾器進行過濾，得到以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數為0個的濾液。藉由本實施型態相關之電極用黏結劑組成物之製造方法，因為黏結劑中所含有粒子而使分隔器破損（即，分隔器因粒子而被貫穿）之不良發生率極低，可得到能製作構成安全性高之電氣化學裝置之電極之電極用黏結劑組成物。

在此，在本說明書中所謂的深度型過濾器，亦被稱為深層過濾或體積過濾型過濾器之高精度過濾過濾器。如此般之深度型過濾器，有將已形成多數孔之過濾膜層合之成為層合構造者、或將纖維束捲起者等。作為深度型過濾器，具體舉例如Profile II、Nexis NXA、Nexis NXT、Poly-Fine XLD、Ultipleat Profile等（全數為日本PALL公司製）、Depth cartridge filter、Wound cartridge filter等（全數為ADVANTEC公司製）、CP過濾器、BM過濾器等（全數為JNC公司製）、Slope-pure、DIA、Micro-cilia等（全數為Rokitechno公司製）等。

作為深度型過濾器，較佳為使用定額過濾精度為 $1.0\sim 20\mu\text{m}$ 者，更佳為使用定額過濾精度為 $5.0\sim 10\mu\text{m}$ 者。藉由使用定額過濾精度為前述範圍者，可效率良好地得到以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數為0個之濾液。又，由於被過濾器捕捉之粗大粒子數為最小值，故可延長過濾器之可使用期間。

又，所謂的打摺型過濾器，係將由不織布、濾紙、金屬篩孔等所構成的精密過濾膜薄片進行摺折加工後，於形成為筒狀之同時，將前述薄片之摺之接合口液密地進行密封，且，將筒之兩端液密地進行密封所得到的筒狀高精度過濾過濾器。

作為打摺型過濾器，較佳為使用定額過濾精度為 $1.0 \sim 20\mu\text{m}$ 者，更佳為使用定額過濾精度為 $5.0 \sim 10\mu\text{m}$ 者。藉由使用定額過濾精度為前述範圍者，可效率良好地得到以測粒儀測定時之每 1mL 中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數為0個之濾液。又，由於被過濾器捕捉之粗大粒子數為最小值，故可延長過濾器之可使用期間。

作為打摺型（pleats type）過濾器，具體可舉例如 HDCII、Poly-Fine II等（全數為日本PALL公司製）、PP pleat cartridge filter（ADVANTEC公司製）、Porousfine（JNC公司製）、Certain-pore、micro-pure等（全數為Rokitechno公司製）等。

進行過濾之際之條件（過濾器前後之壓力差（差壓）、液溫等），只要是在可得到以測粒儀測定時之每 1mL 中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數為0個之濾液之範圍內未特別限制，例如，差壓為在未超過所使用過濾器之最大耐差壓之範圍予以適當地設定即可，具體較佳為 $0.2 \sim 0.4\text{MPaG}$ 。又，液溫較佳為 $10 \sim 50^\circ\text{C}$ 。

過濾步驟，例如，可使用如圖1所示般之過濾裝置100來進行。過濾裝置100係具備有：將除去異物前之電極用

黏結劑組成物進行儲藏並供給之供給槽1；用來將除去異物前之電極用黏結劑組成物以一定之流量流通之定量泵2；具有匣過濾器（未示圖）及收納（安裝）此匣過濾器之外罩（housing）之過濾器4；位於定量泵2及過濾器4途中之脈動防止器3；配置於脈動防止器3及過濾器4之間之第一壓力計7a；配置於過濾器4之下游之第二壓力計7b。然後，過濾裝置100係具備有將黏結劑由過濾器4回流至供給槽1之回流導管6及將藉由過濾器4所過濾過的電極用黏結劑組成物排出之排出導管5。

在過濾裝置100中，使用前述聚合步驟所得到的反應液，係由供給槽1藉由定量泵2供給於已昇壓之脈動防止器3。因定量泵2而具有脈動時，脈動係藉由脈動防止器3而被降低。由脈動防止器3所排出的反應液係供給於過濾器4，在除去異物後，通過排出導管5而被回收。此被回收之回收液為電極用黏結劑組成物。在此，在本說明書中，所謂的「異物」，即為粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子。

當通過排出導管5所回收液體之異物之除去不充分時，不會將回收液製成電極用黏結劑組成物，亦可通過回流導管6回流至供給槽1，再次使用過濾器4進行過濾。又，當不會產生因定量泵2之脈動時，可無需配置脈動防止器3。更，當反應液之黏度高時，藉由將供給槽、導管、或此雙方之加溫，可使反應液之黏度降低。即，供給槽、導管、或此雙方，可進而具備有可加溫之加溫手段。如此般地，當反應液之黏度高時，可提昇生產性。

尚，雖然過濾裝置100為具備有第一壓力計7a及第二壓力計7b，但亦可使用未具備有壓力計之過濾裝置。惟，藉由具備有第一壓力計7a及第二壓力計7b，可管理過濾器所產生之差壓而使過濾器為正常地進行機能。又，取代供給槽1，可直接由搬運用容器（container）供給除去異物前之電極用黏結劑組成物。然後，過濾裝置100為使用1個過濾器4之例，但亦可使用複數個過濾器。使用複數個過濾器時，可將複數個過濾器進行串連連結，或並連配置。

1.8. 電極用黏結劑組成物之保管方法

本實施型態相關之電極用黏結劑之保管方法（以下，亦僅稱為「保管方法」），可適合使用於使用上述方法所製作，且每1mL中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數為0個之電極用黏結劑組成物。特別是，當電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子為含有具有容易凝聚傾向之氟系聚合物時，可發揮本發明方法之效果。

本實施型態相關之保管方法，必須將該電極用黏結劑組成物以 $2\sim 30^{\circ}\text{C}$ 之溫度進行保管，較佳為 $10\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。當超過前述範圍時，於長期間之保存之中，在容器壁面之氣液界面聚合物粒子會凝聚，並有產生異物之傾向，而無法安定地進行保管。當未滿前述範圍時，在液中聚合物粒子會凝聚，並有產生凝膠狀物或異物之傾向，而無法安定地進行保管。

本實施型態相關之保管方法，在將上述電極用黏結劑

組成物填充並進行保存之容器中，相對於該容器之內容積，扣除電極用黏結劑組成物所佔容積後之空隙部容積之比率（%）（以下，亦稱為「空隙率」）必須為1～20%，較佳為3～15%、更佳為5～10%。當空隙率超過前述範圍時，保管溫度變化時，水分之揮發會變大，其結果，在氣液界面會產生聚合物粒子之凝聚，並產生異物，故無法安定地進行保管。當空隙率未滿前述範圍時，因溫度之變化而電極用黏結劑組成物產生體積變化時，由於容器會產生變形或容器之破裂，故無法安定地進行保管。

本實施型態相關之保管方法，該空隙部氛圍之氧濃度較佳為1%以下。當該空隙部氛圍之氧濃度為前述範圍時，於長期間之保存之中，黏結劑成分不會氧化、變質，可抑制聚合物粒子之凝聚，可有效地抑制異物之產生。

本實施型態相關之保管方法時，由保管上述電極用黏結劑組成物之容器之金屬離子之溶出濃度，較佳為50ppm以下。當金屬離子溶出於組成物中時，由於會破壞分散於組成物中聚合物粒子表面之界面電位之均衡，故變得容易產生凝聚。如此般地，在形成活性物質層之際，由於已凝聚之粒子形成致命的導電路徑之可能性高，故不宜。

尚，如此般金屬溶出為少之容器，較佳為以玻璃製、樹脂製之材質所構成者。例如，較佳可使用藉由日本國特開昭59-035043號方法等所製造的潔淨容器。

藉由本實施型態相關之保管方法，即使保存期間為6個月、較佳為12個月、又更佳為18個月，於保管中電極用

黏結劑組成物之品質幾乎未變化。又，亦未產生凝膠狀物。因此，可使用與使用製造後立即的電極用黏結劑組成物所形成的活性物質層為相同之條件，來形成相同的活性物質層。又，可提昇電極用黏結劑組成物之生產性之效果，隨著保存期間為6個月、12個月、18個月，越長時效果為越大。

2. 電極用漿料

本實施型態相關之電極用漿料，係含有活性物質及上述電極用黏結劑組成物。藉由本實施型態相關之電極用漿料，由於為含有上述電極用黏結劑組成物者，故具有良好的結著性，並可製作充放電特性優異之電極。又，因前述黏結劑中所含有粒子而使分隔器破損（即，分隔器因粒子而被貫穿）之不良發生率極低，可製作安全性高的電極。

2.1. 活性物質

活性物質，未有特別限定者。當使用於鋰離子蓄電池電極時，作為負極活性物質可使用碳。作為碳之具體例，舉例如將酚樹脂、聚丙烯腈、纖維素等有機高分子化合物藉由鍛燒所得到的碳材料；將焦炭或瀝青藉由鍛燒所得到的碳材料；人造石墨；天然石墨等。作為正極活性物質，例如，磷酸鋰鐵、鈷酸鋰、錳酸鋰、鎳酸鋰、三成分系鎳鈷錳酸鋰、鋰鎳鈷鋁複合氧化物等。又，使用於電雙層電容（器）電極時，可使用活性碳、活性碳纖維、矽石、氧

化鋁等。又，使用於鋰離子電容電極時，可使用石墨、難石墨化碳、硬質碳、焦炭等之碳材料、或聚并苯（polyacene）系有機半導體（PAS）等。

2.2. 添加劑

本實施型態相關之電極用漿料中可添加增黏劑、六偏磷酸鈉、三聚磷酸鈉、聚丙烯酸鈉等之分散劑、作為乳膠之安定化劑之非離子性或陰離子性界面活性劑、消泡劑等之添加劑。

2.3. 電極用漿料之調製

本實施型態相關之電極用漿料中，相對於活性物質100質量份，前述電極用黏結劑組成物，以固形分換算時較佳為含有0.1～10質量份、更佳為含有0.5～5質量份。當電極用黏結劑組成物之含有量為前述範圍時，電極用黏結劑組成物變得不易溶解於電解液，並可抑制因過電壓之上升所對於電池特性之不良影響。

在本實施型態相關之電極用漿料之調製中，對於混合電極用黏結劑組成物、活性物質，及視所需所使用的添加劑，可利用攪拌機、脫泡機、玻璃研磨機、高壓均質機等。又，電極用漿料之調製，較佳在減壓下來進行。藉此，可防止所得到的活性物質層內氣泡之產生。

3. 電極

本實施型態相關之電極，為具備有集電體，及將前述電極用漿料塗佈及乾燥於述集電體之表面上所形成之活性物質層者。尚，本實施型態相關之電極，可將活性物質層形成於集電體之一側之面上，或將活性物質層形成於集電體之兩側之面上。藉由本實施型態相關之電極，由於為具有將上述電極用漿料塗佈，乾燥於集電體之表面所得到的活性物質層，故結著性變得良好，亦成為充放電特性優異者。又，因前述黏結劑中所含有粒子而使分隔器破損（即，分隔器因粒子而被貫穿）之不良發生率極低，可成為安全性高的電極。

3.1. 集電體

作為集電體之具體例，舉例如金屬箔、蝕刻金屬箔、展開金屬（expand metal）等。作為構成集電體之材料之具體例，舉例如鋁、銅、鎳、鉭、不銹鋼、鈦等之金屬材料，可因應作為目的之蓄電裝置之種類而適當地選擇使用。集電體之厚度，在構成鋰離子蓄電池用電極時，較佳為 $5\sim 30\mu\text{m}$ 、更佳為 $8\sim 25\mu\text{m}$ 。又，在構成電雙層電容（器）用電極時，集電體之厚度較佳為 $5\sim 100\mu\text{m}$ 、更佳為 $10\sim 70\mu\text{m}$ 、特佳為 $15\sim 30\mu\text{m}$ 。

3.2. 活性物質層之製作

作為塗佈電極用漿料之手段之具體例，舉例如刮刀法、逆輥法、逗點式桿（comma bar）法、凹版法、氣刀法

等。又，作為電極用漿料塗佈膜之乾燥處理條件，處理溫度較佳為 $20 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 、更佳為 $50 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 。又，處理時間較佳為 $1 \sim 120$ 分鐘、更佳為 $5 \sim 60$ 分鐘。

作為壓製加工手段之具體例，舉例如超高壓壓製機、軟壓光機、1噸壓製機等。壓製加工之條件，因應於所使用之加工機而適當地進行設定。如此般所形成的活性物質層，厚度為 $40 \sim 100\mu\text{m}$ ，密度為 $1.3 \sim 2.0\text{g}/\text{cm}^3$ 。如此般所得到的電極，可適合作為鋰離子蓄電池、電雙層電容（器）、鋰離子電容等蓄電裝置之電極來使用。

4. 蓄電裝置

使用本實施型態相關之電極可製作出鋰離子蓄電池、電雙層電容（器）、鋰離子電容、等之蓄電裝置。例如，在構成鋰離子蓄電池時，係使用將由鋰化合物所構成的電解質溶解於溶劑中之電解液。

作為電解質之具體例，舉例如 LiClO_4 、 LiBF_4 、 LiI 、 LiPF_6 、 LiCF_3SO_3 、 LiAsF_6 、 LiSbF_6 、 LiAlCl_4 、 LiCl 、 LiBr 、 $\text{LiB}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ 、 LiCH_3SO_3 、 $\text{LiC}_4\text{F}_9\text{SO}_3$ 、 $\text{Li}(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}$ 等。

作為溶劑之具體例，舉例如碳酸丙烯酯、碳酸乙烯酯、碳酸丁烯酯、碳酸二甲酯、碳酸二乙酯、碳酸甲基乙酯等之碳酸酯類； γ -丁內酯等之內酯類；三甲氧基矽烷、1,2-二甲氧基乙烷、二乙基醚、2-乙氧基乙烷、四氫呋喃、2-甲基四氫呋喃等之醚類；二甲基亞碲等之亞碲類；

1,3-二氧戊環、4-甲基-1,3-二氧戊環等之氧戊環（oxolane）類；乙腈、硝甲烷等之含氮化合物；甲酸甲酯、乙酸甲酯、乙酸丁酯、丙酸甲酯、丙酸乙酯、磷酸三酯等之酯類；二甘醇二甲醚、三甘醇二甲醚、四甘醇二甲醚等之甘醇二甲醚（glyme）類；丙酮、二乙基酮、甲基乙基酮、甲基異丁基酮等之酮類；環丁砜等之砜類；2-甲基-2-噁唑林酮等之噁唑林酮類；1,3-丙烷磺內酯、1,4-丁烷磺內酯、2,4-丁烷磺內酯、1,8-萘磺內酯等之磺內酯類等。

在使用本實施型態相關之電極來構成電雙層電容（器）時，上述溶劑中為使用溶解有四乙基四氟硼酸鉍、三乙基甲基四氟硼酸鉍、四乙基六氟磷酸鉍等之電解質之電解液。又，在使用本實施型態相關之電極來構成鋰離子電容時，可使用與構成上述鋰離子蓄電池時為相同的電解液。

【實施方式】

實施例

5. 實施例

以下，將本發明依據實施例予以具體地說明，惟，本發明並不限定於此等實施例。尚，實施例、比較例中之「份」及「%」，若無特別告知為質量基準。

5.1. 實施例 1

5.1.1. 電極用黏結劑組成物之調製

於具備有攪拌機之可溫度調節高壓釜中，一併地置入

水 200 份、十二烷基苯磺酸鈉 0.6 份、過硫酸鉀 1.0 份、重亞硫酸鈉 0.5 份、 α -甲基苯乙烯二聚物 0.2 份、十二硫醇 0.1 份、及如表 1 所示的第一階段聚合成分，並昇溫至 70℃ 使聚合反應 2 小時。在確認到聚合轉換率為 80% 以上後，將反應溫度維持於 70℃ 之狀態，花費 6 小時添加如表 1 所示的第二階段聚合成分。在自第二階段聚合成分添加開始起經過 3 小時之時間點，添加 α -甲基苯乙烯二聚物 0.5 份及十二硫醇 0.1 份。第二階段聚合成分添加結束後，將溫度昇溫至 80℃，進一步使反應 2 小時。聚合反應結束後，將乳膠之 pH 調節成為 7.5，並添加三聚磷酸鈉 5 份（固形分換算）。之後，使用水蒸氣蒸餾來處理殘留之單體，並藉由於減壓下進行濃縮至固形分 50% 為止，得到電極用黏結劑組成物。

對於所得到的電極用黏結劑組成物，測定以下各種物理性質之值。其結果合併示於表 1。

（1）聚合物粒子之數平均粒徑

將得到的電極用黏結劑組成物中所含有的聚合物粒子之數平均粒徑，

藉由以動態光散射法作為測定原理之測定裝置進行測定，結果為 150 nm。此測定裝置係使用以 22 mW 之 He-Ne 雷射（ $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ ）作為光源之光散射測定裝置（ALV 公司製、商品名「ALV5000」）。

(2) 凝膠含有率

將得到的電極用黏結劑組成物之水分散體 2.0g 投入於甲醇 100g 中使凝固，並使用 300 篩孔之金屬網進行過濾，將水分散體凝固物取出。將取出後的水分散體凝固物使用甲醇進行洗淨後，以 60℃ 進行 5 小時真空乾燥，而得到乾燥水分散體凝固物。測定所得到的乾燥水分散體凝固物之質量（ W_0 (g)），並將此乾燥水分散體凝固物投入於 50mL 的甲苯中，以 50℃ 攪拌 3 小時後，冷卻至 25℃ 並以 300 篩孔之金屬網進行過濾。採取 10mL 之濾液，以 120℃ 之加熱板使乾燥至其質量成為一定為止，測定其乾燥物之質量（ W_1 (g)）。藉由下述式（2）算出凝膠含有率（%）。

$$\text{凝膠含有率 (\%)} = ((W_0 - W_1) / W_0) \times 100 \quad \cdots (2)$$

(3) 電解液膨潤率

將水加入於電極用黏結劑組成物中以調製固形分濃度 30% 之分散液，並將所得到的分散液以固形分換算為 25g 地流入 8cm×14cm 之框內，以常溫使乾燥 5 天而得到乾燥薄膜。之後，自框中將乾燥薄膜取出，進一步以 80℃ × 3 小時使乾燥，得到試驗用薄膜。接著，將所得到的試驗用薄膜裁切成大小為 2cm×2cm 複數片，並測定初期質量（ W_0' (g)）。之後，以 80℃、24 時間將試驗用薄膜浸漬於裝有標準電解液之螺旋瓶中。之後，將試驗用薄膜由標準電解液中取出，擦拭附著於薄膜表面之電解液後，測定試驗後的浸

漬後質量（ $W1'$ （g））。根據下述式（3），由所得到的初期質量（ $W0'$ （g））及浸漬後質量（ $W1'$ （g））算出電解液膨潤率。

$$\text{電解液膨潤率（\%）} = \left(W1' / W0' \right) \times 100 \quad \cdots (3)$$

（4）pH

所得到電極用黏結劑組成物之pH，係使用pH計（東亞DKK股份有限公司製、「HM-7J」）進行測定，結果為7.5。

5.1.2. 鋰離子蓄電池負極之製作

（1）製作方法

於二軸型行星式混合機（primix股份有限公司製、商品名「TK Hivis mix 2P-03」）中投入增黏劑（商品名「CMC2200」、DAICEL化學工業股份有限公司製）1份（固形分換算）、作為負極活性物質之石墨100份（固形分換算）、水68份，並以60rpm進行1小時之攪拌。之後，加入上述所調製的電極用黏結劑組成物1份（固形分換算），進一步攪拌1小時，得到糊料（paste）。將水投入於所得到的糊料中，並調製成固形分50%後，使用攪拌脫泡機（股份有限公司Thinky製、商品名「脫泡練太郎」），藉由以200rpm、2分鐘；以1800rpm、5分鐘；進而在真空下以1800rpm、1.5分鐘進行攪拌混合，來調製電極用漿料。在

由銅箔所成的集電體之表面上，將已調製的電極用漿料，藉由刮刀法使乾燥後的膜厚成為 $80\mu\text{m}$ 般地均勻地塗佈，並以 120°C 進行20分鐘之乾燥處理。之後，藉由輥壓製機使活性物質層之密度成為 $1.8\text{g}/\text{cm}^3$ 般地進行壓製加工，得到鋰離子蓄電池負極。

(2) 結著性評價（剝離強度之測定）

從已製作的負極裁切出寬 $2\text{cm}\times$ 長 12cm 的試片，並將此試片之活性物質層側之表面使用雙面膠帶貼黏於鋁板上。另一方面，於試片之集電體之表面貼黏寬 18mm 之膠帶（Nichiban股份有限公司製、商品名「Serotape（註冊商標）」、規定於JIS Z1522）。測定將此寬 18mm 之膠帶朝向 90° 方向以 $50\text{mm}/\text{min}$ 之速度予以剝離 2cm 時之強度（ $\text{mN}/2\text{cm}$ ）6次，算出其平均值作為密著強度（剝離強度、 $\text{mN}/2\text{cm}$ ）。尚，當剝離強度之值越大時，集電體與活性物質層之密著強度越高，可評價為電極層難以從集電體產生剝離，當剝離強度之值為 $20\text{mN}/2\text{cm}$ 以上時，即可判斷為良好。

5.1.3. 鋰離子蓄電池正極之製作

於二軸型行星式混合機（primix股份有限公司製、商品名「TKHivis mix 2P-03」）中投入電極用黏結劑（股份有限公司Kureha製、商品名「KF polymer # 1120」）4.0份（固形分換算）、導電助劑（電氣化學工業股份有限公司

製、商品名「Denca Black 50%壓製品」) 3.0份、作為正極活性物質之粒徑 $5\mu\text{m}$ 之 LiCoO_2 (hayashikasei股份有限公司製) 100份 (固形分換算)、N-甲基吡咯啉酮 (NMP) 36份，並以60rpm進行2小時之攪拌。將NMP投入於所得到的糊料中，並將固形分調製成65%後，使用攪拌脫泡機 (股份有限公司Thinky製、商品名「脫泡練太郎」)，藉由以200rpm、2分鐘；以1800rpm、5分鐘；進而在真空下以1800rpm、1.5分鐘進行攪拌混合，來調製電極用漿料。在由鋁箔所成的集電體之表面上，將已調製的電極用漿料，藉由刮刀法使乾燥後的膜厚成為 $80\mu\text{m}$ 般地均勻地塗佈，並以 120°C 進行20分鐘之乾燥處理。之後，藉由輥壓製機使電極層之密度成為 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$ 般地進行壓製加工，得到鋰離子蓄電池正極。

5.1.4. 鋰離子蓄電池 (硬幣型) 之製作

(1) 製作方法

在使露點成為 -80°C 以下般以Ar所取代的手套箱內，將已沖裁成型為直徑 15.95mm 之上述所製作的負極載置於二極式硬幣電池 (寶泉股份有限公司製、商品名「HSflat cell」) 內。接著，載置由已沖裁成直徑 24mm 之聚丙烯製多孔膜所構成的分隔器 (Cellguard股份有限公司製、商品名「Cellguard # 2400」)，進而使空氣無法進入般地注入電解液 $500\mu\text{L}$ 。之後，載置已沖裁成型為直徑 16.16mm 之上述所製作的正極，藉由以螺絲將前述二極式硬幣電池之

外裝體封閉而進行密封，來製作本發明發明之蓄電池。尚，使用的電解液係於碳酸乙烯酯／碳酸甲乙酯 = 1／1之溶劑中， LiPF_6 為以1莫耳／升之濃度溶解的溶液。

(2) 充電率及放電率之評價

將上述所製作的鋰離子蓄電池以定電流（0.2C）開始進行充電，在電壓成為4.2V之時間點繼續以定電壓（4.2V）繼續進行充電，將電流值成為0.01C之時間點作為充電結束（切斷），並測定在0.2C之充電容量。之後，以定電流（0.2C）開始進行放電，將電壓成為2.7V之時間點作為放電結束（切斷），並測定在0.2C之放電容量。計算出相對於在0.2C之放電容量之在3C之放電容量之比例（%），以作為放電率特性（%）。

接著，將相同電池以定電流（3C）開始進行充電，在電壓成為4.2V之時間點繼續以定電壓（4.2V）繼續進行充電，將電流值成為0.01C之時間點作為充電結束（切斷），並測定在3C之充電容量。之後，以定電流（3C）開始進行放電，將電壓成為2.7V之時間點作為放電結束（切斷），並測定在3C之放電容量。計算出相對於在0.2C之充電容量之在3C之充電容量之比例（%），以作為充電率特性（%）。當放電率特性及充電率特性為80%以上時，形成於負極表面之皮膜電阻為低，且由於能高速放電，故可判斷為良好。

尚，在本實施例之測定條件中所謂的「1C」，係表示

將具有某一定電氣容量之電池進行定電流放電，使在1小時成為放電結束之電流值。例如，所謂的「0.1C」，即為花費10小時而成為放電結束之電流值，所謂的「10C」，指為花費0.1小時而成為放電結束之電流值。

（3）循環特性之評價

將上述所製作的鋰離子蓄電池以定電流（1C）開始進行充電，在電壓成為4.2V之時間點繼續以定電壓（4.2V）繼續進行充電，將電流值成為0.01C之時間點作為充電結束（切斷）。之後，以定電流（1C）開始進行放電，將電壓成為3.0V之時間點作為放電結束（切斷），並算出第1循環之放電容量。如此般地重覆進行50次充放電，並算出第50循環之放電容量。將如此般所測定的第50循環之放電容量除以第1循環之放電容量，並將此值作為放電容量維持率（%）。當放電容量維持率為80%以上時，可判斷為良好。

5.1.5. 電雙層電容（器）電極之製作

（1）製作方法

於二軸型行星式混合機（primix股份有限公司製、商品名「TKHivis mix 2P-03」）中投入活性碳（KURARAY CHEMICAL股份有限公司製、商品名「Kuraray coal YP」）100份、導電性碳（電氣化學工業股份有限公司製、商品名「Denca Black」）6份、增黏劑（DAICEL化學工業股

份有限公司製、商品名「CMC2200」) 2份、水 278份，並以 60rpm 進行 1 小時之攪拌。之後，加入上述所調製的電極用黏結劑組成物 4 份，進一步攪拌 1 小時得到糊料。將水投入於所得到的糊料中，並調製成固形分 25% 後，使用攪拌脫泡機（股份有限公司 Thinky 製、商品名「脫泡練太郎」），藉由以 200rpm、2 分鐘；以 1800rpm、5 分鐘；進而在真空下以 1800rpm、1.5 分鐘進行攪拌混合，來調製電極用漿料。在由鋁箔所成的集電體之表面上，將已調製的電極用漿料，藉由刮刀法使乾燥後的膜厚成為 150 μ m 般地均勻地塗佈，並以 120 $^{\circ}$ C 進行 20 分鐘之乾燥處理，得到電雙層電容（器）電極。

（2）結著性評價（剝離強度之測定）

從電雙層電容（器）電極裁切出寬 2cm $\times$ 長 12cm 的試片，並將此試片之鋁箔面使用雙面膠帶貼黏於鋁板上。又，於試片之活性物質層側之表面貼黏寬 18mm 之膠帶（Nichiban 股份有限公司製、商品名「Serotape（註冊商標）」、規定於 JIS Z1522）。測定將此寬 18mm 之膠帶朝向 90 $^{\circ}$ 方向以 50mm/min 之速度予以剝離 2cm 時之強度（mN/2cm）6 次，算出其平均值作為密著強度（剝離強度、mN/2cm）。尚，當剝離強度之值越大時，集電體與活性物質層之密著強度越高，可評價為活性物質層難以從集電體產生剝離。

(3) 電容 (器) 特性

在手套箱內，將已沖裁成直徑 15.95mm 之電雙層電容 (器) 電極載置於二極式硬幣電池 (寶泉公司製、商品名「HSflat cell」) 內。接著，載置由已沖裁成直徑 18mm 之分隔器 (日本高度紙公司製、商品名「TF4535」)，並使空氣無法進入般地注入電解液。之後，載置已沖裁成直徑 16.16mm 之相同的電雙層電容 (器) 電極，藉由以螺絲將前述二極式硬幣電池之外裝體封閉而進行密封，來製作電容 (器)。尚，使用的電解液係於碳酸丙烯酯之溶劑中， $(C_2H_5)_4NBF_4$ 為以 1 莫耳 / 升之濃度溶解的溶液。

(3-1) 電容 (器) 容量

使用定電流 ($10\text{mA} / \text{F}$) 一定電壓 (2.7V) 方式花費 8 分鐘進行充電，並將使用定電流 ($10\text{mA} / \text{F}$) 方式進行放電時之容量作為電容 (器) 容量 (F / cm^2) 之指標。

(4) 內部電阻

將放電終止電壓與充電初期電壓之差 (ΔV) 除以放電電流之值記為 R_{int} ，以作為內部電阻之指標。

5.2. 實施例 2~6、比較例 1~5

除了成為如表 1 所示之組成以外，與實施例 1 同樣地進行得到電極用黏結劑組成物。除了使用所得電極用黏結劑組成物以外，與實施例 1 同樣地進行，來製作前述鋰離

子蓄電池負極及電雙層電容（器）電極，並測定分別的各種物理性質之值。測定結果合併示於表1。

5.3. 實施例7

5.3.1. 電極用黏結劑組成物之調製

除了成為如表2所示組成、及在自第二階段聚合成分添加開始起經過3小時之時間點添加「 α -甲基苯乙烯二聚物1.0份及十二硫醇0.3份」以外，與實施例1同樣地進行得到電極用黏結劑組成物。

對於所得到電極用黏結劑組成物，與實施例1同樣地進行，來測定數平均粒徑、凝膠含有率、電解液膨潤率、pH。其結果合併示於表2。

5.3.2. 鋰離子蓄電池負極之製作

除了使用上述所得到電極用黏結劑組成物以外，與實施例1同樣地進行來製作鋰離子蓄電池負極，並測定剝離強度。其結果合併示於表2。

5.3.3. 正極之製作

與實施例1同樣地進行，來製作鋰離子蓄電池正極。

5.3.4. 鋰離子蓄電池（層合型）之製作

（1）製作方法

在手套箱內，作為二極式單層層合電池之內側，將已

裁切成 $50\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 之前述負極載置於由鋁所構成的薄膜狀外裝鋁密封上。接著，於此負極上載置由已裁切成 $54\text{ mm} \times 27\text{ mm}$ 之聚丙烯製多孔膜所構成的分隔器（Cellguard公司製、商品名「Cellguard # 2400」、厚度 $25\mu\text{m}$ ）之同時，使空氣無法進入般地將電解液注入於前述電池內。之後，將已裁切成 $48\text{ mm} \times 23\text{ mm}$ 之前述正極載置於前述分隔器上。然後，於此正極上載置與上述外裝鋁密封為相同之外裝鋁密封。如此般地進行，得到由外裝鋁密封、負極、分隔器、正極、及外裝鋁密封所構成的層合體。之後，使用加溫封口裝置使2個外裝鋁密封之外周緣部相互地接合，來密封外裝鋁密封。然後，藉由使空氣無法進入各層之間般地注入電解液，來製作由二極式單層層合電池所構成的蓄電池（電氣化學裝置）。尚，使用的電解液係於碳酸乙烯酯／碳酸甲乙酯 = 1／1之溶劑中， LiPF_6 為以1莫耳／升之濃度溶解的溶液。此等操作係在手套箱內進行。

（2）充電率及放電率之評價

與實施例1同樣地進行，來評價充電率及放電率。其結果合併示於表2。

（3）循環特性之評價

與實施例1同樣地進行，來評價循環特性。其結果合併示於表2。

(4) 循環特性評價前之內部直流電阻值 (DC-IR) 之評價

於已設定成 25°C 之恆溫槽中配置上述所製作的鋰離子蓄電池，以定電流 (0.2C) 進行充電至 $50\%\text{DOD}$ (3.8V) 為止。之後，讀取以定電流 (0.5C) 進行10秒鐘充電之際之電壓變化，停止1分鐘後，進一步讀取以定電流 (0.5C) 進行10秒鐘放電之際之電壓變化。除了將電流值由 0.5C 變更成 1.0C 、 2.0C 、 3.0C 、 5.0C 以外，使用相同方法讀取充放電時之電壓。來製作將外加電流值 (A) 作為橫軸、電壓值 (V) 作為縱軸之曲線圖，並連接各充放電時之描點，算出直線的斜率值。將其斜率值作為分別的充電時及放電時之內部直流電阻值 (DC-IR)。尚，在測定條件中所謂的「DOD」，表示為相對於充電容量之放電容量之比例。例如，所謂的「進行充電至 $50\%\text{DOD}$ 」，表示為將全容量作為 100% 時，僅進行充電 50% 之容量之意。

(5) 60°C 循環特性之評價

在前述「(4) 內部直流電阻值 (DC-IR) 之評價」之評價後，將相同的鋰離子蓄電池配置於已設定成 60°C 之恆溫槽中，並以定電流 (2.0C) 開始進行充電，在電壓成為 4.2V 之時間點繼續以定電壓 (4.2V) 繼續進行充電，將電流值成為 0.01C 之時間點作為充電結束 (切斷)。之後，以定電流 (2.0C) 開始進行放電，將電壓成為 3.0V 之時間點作為放電結束 (切斷)，並算出第1循環之放電容量。如此般地重覆進行100次充放電，並算出第100循環之放

電容量。將如此般所測定的第100循環之放電容量除以第1循環之放電容量，並將此值作為100循環放電維持率（%）。當第100循環之放電容量維持率為40%以上時，可判斷為良好。

（6）電阻變化率之評價

在前述「（5）60℃循環特性之評價」之評價後，使用與在「（4）循環特性評價前之內部直流電阻值（DC-IR）之評價」所記載為相同之手法，測定循環特性評價後放電時之內部直流電阻值（DC-IR）。相對於循環特性評價前之內部直流電阻值（DC-IR），將在本項所測定的循環特性評價後之內部直流電阻值之比例定義為電阻變化率，且當此數值越低時，可判斷為電阻劣化越小。尚，當電阻變化率為10以下時，可判斷為良好。

5.4. 實施例8～22、比較例6～8

除了成為如表2或表3所示之組成以外，與實施例7同樣地進行得到電極用黏結劑組成物。除了使用所得到電極用黏結劑組成物以外，與實施例7同樣地進行，來製作前述鋰離子蓄電池負極，並測定各種物理性質之值。測定結果合併示於表2或表3。

5.5. 比較例9

於具備有攪拌機之可溫度調節高壓釜中，一併地置入

水 200 份、十二烷基苯磺酸鈉 0.6 份、過硫酸鉀 1.0 份、重亞硫酸鈉 0.5 份、 α -甲基苯乙烯二聚物 0.2 份、十二硫醇 0.6 份、及如表 3 所示的第一階段聚合成分，並昇溫至 70℃ 使聚合反應 2 小時。在確認到聚合轉換率為 80% 以上後，將反應溫度維持於 70℃ 之狀態，花費 6 小時添加如表 3 所示的第二階段聚合成分。在自第二階段聚合成分添加開始起經過 3 小時之時間點，添加 α -甲基苯乙烯二聚物 1.0 份及十二硫醇 0.9 份。第二階段聚合成分添加結束後，將溫度昇溫至 80℃，進一步使反應 2 小時。聚合反應結束後，將乳膠之 pH 調節成為 7.5，並添加三聚磷酸鈉 5 份（固形分換算）。之後，使用水蒸氣蒸餾來處理殘留之單體，並藉由於減壓下進行濃縮至固形分 50% 為止，得到電極用黏結劑組成物。

除了使用上述電極用黏結劑組成物以外，與實施例 7 同樣地進行，來製作前述鋰離子蓄電池負極，並測定各種物理性質之值。測定結果合併示於表 3。

5.6. 比較例 10

於具備有攪拌機之可溫度調節高壓釜中，一併地置入水 200 份、十二烷基苯磺酸鈉 0.6 份、過硫酸鉀 1.0 份、重亞硫酸鈉 0.5 份、十二硫醇 0.2 份、及如表 3 所示的第一階段聚合成分，並昇溫至 70℃ 使聚合反應 2 小時。在確認到聚合轉換率為 80% 以上後，將反應溫度維持於 70℃ 之狀態，花費 6 小時添加如表 3 所示的第二階段聚合成分。在自第二階

段聚合成分添加開始起經過3小時之時間點，添加十二硫醇0.3份。第二階段聚合成分添加結束後，將溫度昇溫至80℃，進一步使反應2小時。聚合反應結束後，將乳膠之pH調節成為7.5，並添加三聚磷酸鈉5份（固形分換算）。之後，使用水蒸氣蒸餾來處理殘留之單體，並藉由於減壓下進行濃縮至固形分50%為止，得到電極用黏結劑組成物。

除了使用上述電極用黏結劑組成物以外，與實施例7同樣地進行，來製作前述鋰離子蓄電池負極，並測定各種物理性質之值。測定結果合併示於表3。

- 54 -

		(單位)	實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 4	實施例 5	實施例 6	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
第1階段 聚合成分	(A) 成分	丙烯酸	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	(B) 成分	丙烯酸	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.25	0.5	0.5	0.5	0.1	0.5
	(C) 成分	伊康酸	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.5	1.5	1.5	1.5	0.1	1.5
	(D) 成分	丁二烯	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
	(E) 成分	苯乙烯	11.5	4	4	2	4	4	2	2	4	4	4
第2階段 聚合成分	(A) 成分	甲基丙烯酸甲酯	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	2	3.5	3.5	3.5	3.5
	(B) 成分	丙烯酸	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.25	1.5	1.5	1.5	0	5.5
	(C) 成分	伊康酸	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	4.5
	(D) 成分	丁二烯	34	34	34	44	34	34	34	34	34	34	34
	(E) 成分	苯乙烯	7.5	28	5	11	7	17.5	1	32	38	18.8	7
第3階段 聚合成分	(A) 成分	甲基丙烯酸甲酯	8.5	8.5	8.5	4.5	8.5	8.5	1	8.5	8.5	8.5	8.5
	(B) 成分	丙烯酸	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	0.25	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	(C) 成分	伊康酸	2	2	2	2	2	0.5	2	2	2	0.1	6
	(D) 成分	丁二烯	40	40	40	50	40	40	40	40	40	40	40
	(E) 成分	苯乙烯	19	32	9	13	11	21.5	3	36	42	22.8	11
第4階段 聚合成分	(A) 成分	甲基丙烯酸甲酯	12	12	12	8	12	12	3	12	12	12	12
	(B) 成分	丙烯酸	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	(C) 成分	伊康酸	150	120	120	120	80	320	120	400	120	150	150
	(D) 成分	丁二烯	96	90	97	92	98	94	90	85	94	96	92
	(E) 成分	苯乙烯	200	300	150	350	200	250	500	150	110	200	600
第5階段 聚合成分	(A) 成分	甲基丙烯酸甲酯	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
	(B) 成分	丙烯酸	52	53	52	56	55	50	44	56	50	38	38
	(C) 成分	伊康酸	90	91	91	90	90	92	55	82	75	87	87
	(D) 成分	丁二烯	91	92	91	91	90	91	58	83	77	86	86
	(E) 成分	苯乙烯	95	89	94	87	89	91	63	60	85	45	45
第6階段 聚合成分	(A) 成分	甲基丙烯酸甲酯	110	108	109	112	112	106	100	105	103	98	98
	(B) 成分	丙烯酸	0.9	0.9	0.89	0.9	0.9	0.9	0.9	0.89	0.89	0.9	0.9
	(C) 成分	伊康酸	7.9	8	7.9	8	7.8	8	9.5	8.9	9.8	8.5	8.5
	(D) 成分	丁二烯	7.9	8	7.9	8	7.8	8	9.5	8.9	9.8	8.5	8.5
	(E) 成分	苯乙烯	7.9	8	7.9	8	7.8	8	9.5	8.9	9.8	8.5	8.5

【表2】

		(單位)	實施例7	實施例8	實施例9	實施例10	實施例11	實施例12	實施例13	實施例14	實施例15	實施例16	實施例17
第1階段 聚合成分	(A) 成分	(份)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	丙烯酸	(份)	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59
	(B) 成分	(份)	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35
	伊康酸	(份)	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7
	(C) 成分	(份)	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
	丁二烯	(份)	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
第2階段 聚合成分	(D) 成分	(份)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	苯乙烯	(份)	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	19.24	14.24	14.24	24.24
	甲基丙烯酸甲酯	(份)	12	12	12	12	12	12	12	25	30	35	12
	甲基丙烯酸乙酯	(份)	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36
	(A) 成分	(份)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	伊康酸	(份)	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3
第1階段+第2階段 聚合成分 合計	(B) 成分	(份)	8	8	8	8	8	8	8	0	0	0	10
	丁二烯	(份)	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	4.6	9.6
	(C) 成分	(份)	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1
	苯乙烯	(份)	75.76	75.76	75.76	75.76	75.76	75.76	75.76	80.76	85.76	85.76	75.76
	甲基丙烯酸甲酯	(份)	12	12	12	12	12	12	12	25	30	35	12
	甲基丙烯酸乙酯	(份)	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95
第1階段+第2階段 合計	(B) 成分	(份)	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85
	伊康酸	(份)	49	49	49	49	49	49	49	49	49	49	49
	(C) 成分	(份)	20	20	20	20	20	20	20	7	2	2	22
	丁二烯	(份)	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	7.2	12.2
	(D) 成分	(份)	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1
	苯乙烯	(份)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
第1階段+第2階段 合計	數平均粒徑	(nm)	90	50	70	120	200	90	90	90	90	90	90
	凝膠含有率	(%)	95	96	96	95	94	93	96	93	94	95	95
	電解液膨潤率	(%)	190	180	180	190	200	150	150	300	340	380	190
	pH		7.2	7.4	7.3	6.8	7.1	7.6	6.4	7.1	6.8	6.6	7.5
	剝離強度	(mN/2cm)	32	31	31	34	33	22	31	34	32	26	28
	充電率特性	(%)	91	90	92	91	91	90	91	90	90	90	90
鋰離子 蓄電池	放電率特性	(%)	90	90	91	91	90	90	90	91	91	90	90
	放電容量維持率	(%)	91	92	92	91	91	91	92	93	92	91	89
	60℃2C循環特性(100循環)	(%)	52	49	51	52	48	50	51	52	51	51	51
	60℃循環前後之電阻變化率	-	8	8.5	8.1	7.9	8.4	8.1	8	8	8.1	8.2	8.2

【表3】

	(單位)		實施例 1 8	實施例 1 9	實施例 2 0	實施例 2 1	實施例 2 2	比較例 6	比較例 7	比較例 8	比較例 9	比較例 1 0
	(A) 成分	(份)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
第1階段 聚合成分	丙烯腈	(份)	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59
	(B) 成分	(份)	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35
	(C) 成分	(份)	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7
	(D) 成分	(份)	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
	(E) 成分	(份)	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
第1階段 聚合成分	甲基丙烯酸甲酯	(份)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	甲基丙烯酸乙酯	(份)	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24	24.24
	第1階段合計	(份)	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
	(A) 成分	(份)	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36
	(B) 成分	(份)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
第2階段 聚合成分	伊康酸	(份)	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3	42.3
	(C) 成分	(份)	10	9	6	8	8	8	0	19	8	8
	(D) 成分	(份)	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6
	(E) 成分	(份)	1	2	5	3	3	3	3	3	3	3
	第2階段合計	(份)	75.76	75.76	75.76	75.76	75.76	75.76	87.76	75.76	75.76	75.76
第1階段+ 第2階段 聚合成分 合計	(A) 成分	(份)	12	12	12	12	12	12	50	1	12	12
	(B) 成分	(份)	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95
	(C) 成分	(份)	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85	2.85
	(D) 成分	(份)	49	49	49	49	49	49	31	49	49	49
	(E) 成分	(份)	22	21	18	20	20	20	0	31	20	20
第1階段+ 第2階段 聚合成分 合計	甲基丙烯酸甲酯	(份)	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
	甲基丙烯酸乙酯	(份)	1	2	5	3	3	3	3	3	3	3
	第1階段+第2階段合計	(份)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	數平均粒徑	(nm)	90	90	90	300	350	40	90	90	90	90
	凝膠含有率	(%)	95	94	96	94	93	96	94	93	85	99.5
電解液膨潤率	(%)	(%)	190	200	180	200	210	180	500	105	290	140
	pH		7.8	7.4	7.2	7.2	7.8	5.5	7.1	7.5	7.2	7.2
	剝離強度	(mN/2cm)	32	31	29	34	33	10	15	16	28	22
	充電率特性	(%)	91	91	90	89	89	75	55	65	74	72
	放電率特性	(%)	90	91	89	90	89	73	58	64	73	74
鋰離子 蓄電池	放電容量維持率	(%)	92	94	92	92	91	74	63	60	72	71
	60°C 2C循環特性 (100循環)	(%)	52	51	51	51	50	36	32	35	44	40
	60°C 循環前後之電阻變化率	—	8	8.2	8.2	8.1	8.2	13.8	15	12	10	9.5

如表 1～表 3 所示般，相較於比較例 1～10 之電極用黏結劑組成物，本發明相關之電極用黏結劑組成物在鋰離子蓄電池之集電體與活性物質層之結著性、充放電率特性及循環特性，以及在電雙層電容（器）之集電體與電極層之結著性及內部電阻之諸特性方面，為所謂優異的結果。

5.7. 實驗例 1

對於前述實施例 1 所調製的電極用黏結劑組成物，有關因過濾步驟之有無而造成性能之差異，係如下述般地進行評價。

首先，對於實施例 1 所製作的電極用黏結劑組成物，使用如圖 1 所示的過濾裝置 100 進行過濾（過濾步驟）。圖 1 所示的過濾裝置 100 係具備有：將除去異物前之電極用黏結劑組成物進行儲藏並供給之供給槽 1；用來將除去異物前之電極用黏結劑組成物以一定之流量流通之定量泵 2；具有匣過濾器（未示圖）及收納（安裝）此匣過濾器之外罩（housing）之過濾器 4；位於定量泵 2 及過濾器 4 途中之脈動防止器 3；配置於脈動防止器 3 及過濾器 4 之間之第一壓力計 7a；配置於過濾器 4 之下游之第二壓力計 7b。然後，過濾裝置 100 係具備有將黏結劑由過濾器 4 回流至供給槽 1 之回流導管 6 及將藉由過濾器 4 所過濾過的電極用黏結劑組成物排出之排出導管 5。

在本實驗例中，過濾器 4 係於外罩內安裝一根深度型匣過濾器「Profile II」（日本 PALL 公司製、定額過濾精

度 $10\mu\text{m}$ 、長度 1 吋) 者。定量泵 2 係使用空氣驅動式隔膜泵，並使過濾器前後之差壓成為 0.34MPaG 般地。尚，藉由如圖 1 所示過濾裝置 100 過濾後之電極用黏結劑組成物，相較於過濾前，數平均粒徑未確認到有變化。在此，數平均粒徑為使用附有自動取樣器之濃厚系粒徑分析儀「FPAR1000」（大塚電子股份有限公司製）所測定之值。

尚，當除去異物（過濾步驟）前後之粒子之數平均粒徑未變化時，可將除去異物後之電極用黏結劑組成物在作為黏結劑之諸特性評價為無變化（即，作為電極用黏結劑組成物，維持與以往的黏結劑為同等之機能）。

分別對於過濾前之電極用黏結劑組成物及經由過濾步驟所得到電極用黏結劑組成物，以如下述般地測定每 1mL 中之粒子數。又，使用此等分別製作鋰離子蓄電池，並如下述般地算出良品率。評價結果如表 4 所示。

（1）每 1mL 中之粒子數之測定

測粒儀係使用 Particle Sizing Systems 製的個數計算式粒度分布測定器「Accusizer 780APS」。具體為使用超純水來重覆進行對照測定（blank measurement），直到所測定的粗大粒子之數成為「 $4000\text{個} / \text{mL} (0.56\mu\text{m})$ 」（即，「粒徑較 $0.56\mu\text{m}$ 為大的粒子，在 1mL 中為 4000個 以下」）為止。之後，準備已使用超純水稀釋 100 倍之黏結劑（樣品） 100mL ，並將此樣品安置於前述粒度分布測定器。安置後，藉由前述粒度分布測定器自動地將樣品進行稀釋

成爲最適合之濃度。之後，藉由前述粒度分布測定器測定前述樣品之每1mL中之粒子數2次，並算出平均值。將此平均值乘以100倍，來作爲黏結劑每1mL中之粒子數。

(2) 硬短路之有無

與實施例1同樣地進行來製作100個蓄電池，並對於製作的蓄電池進行60℃保存試驗。具體爲，將已經歷過下述充放電之100個蓄電池放置於設定爲60℃之恆溫槽中30天：以定電流（0.2C）-定電壓（4.2V）方式花費2.5小時進行充電，並以定電流（0.2C）方式進行放電，再此以定電流（0.2C）-定電壓（4.2V）方式花費2.5小時進行充電。然後，測定放置30天後之各蓄電池之斷路電壓（OCV）來進行評價。評價中，係將OCV之降低傾向作爲硬短路發生之指標。具體爲，若未產生顯著的電壓下降（無法確認到OCV之降低）時，則判斷爲無硬短路；若產生急遽的電壓下降（瞬間電壓之下降）時，則判斷爲有硬短路。

(3) 良品率（%）

由上述「硬短路之有無」之評價算出蓄電池之良品率（%）。具體爲藉由以下之式所算出；式：蓄電池之良品率（%）=〔{（實施硬短路之有無試驗的蓄電池個數）-（產生硬短路的蓄電池個數）}／（實施硬短路之有無試驗的蓄電池個數）〕×100。當良品率（%）爲98%以上時，可判斷爲良好，若爲99%以上時，由於可提昇生產性，

故可判斷為更良好。

【表4】

		實驗例 1	
		過濾處理前	過濾處理後
每1mL中之粒子數 (個/mL)	20 μ m 以上	400	0
	15 μ m 以上、未滿20 μ m	1200	0
	超過10 μ m、未滿15 μ m	2100	0
良品率 (%)		98.5	99.9

如表 4 所示般地，藉由過濾裝置 100 過濾後的電極用黏結劑組成物，

以測粒儀測定時，每 1 mL 中之粒徑 20 μ m 以上之粒子數；粒徑 15 μ m 以上、未滿 20 μ m 之粒子數；及粒徑超過 10 μ m、未滿 15 μ m 之粒子數，全部皆為 0 個。藉由經歷過濾步驟，可大幅地降低前述粒子數。因此，蓄電池之良品率成為 99.9%，得知生產性之大幅提昇。

5.8. 實驗例 2

對於前述實施例 1 所得到電極用黏結劑組成物使用過濾裝置進行過濾。在本實驗例所使用的過濾裝置，係以安裝一根深度型匣過濾器「Profile II」（日本 PALL 公司製、定額過濾精度 20 μ m、長度 1 吋），來取代如圖 1 所示過濾裝置 100 之一根深度型匣過濾器「Profile II」（日本 PALL 公司製、定額過濾精度 10 μ m、長度 1 吋）。尚，使過濾器前後之差壓成為 0.25 MPaG。尚，相較於過濾前，過濾後之

電極用黏結劑組成物之數平均粒徑未確認到有變化。分別對於過濾前之電極用黏結劑組成物及經由過濾步驟所得到電極用黏結劑組成物進行前述各種評價。評價結果如表 5 所示。

【表5】

		實驗例 2	
		過濾處理前	過濾處理後
每1mL中之粒子數 (個/mL)	20 μ m 以上	500	0
	15 μ m 以上、未滿 20 μ m	1500	100
	超過 10 μ m、未滿 15 μ m	2300	280
良品率 (%)		98.4	99.9

如表 5 所示般，藉由過濾裝置 100 過濾後的電極用黏結劑組成物，以測粒儀測定時，每 1mL 中之粒徑 20 μ m 以上之粒子數；粒徑 15 μ m 以上、未滿 20 μ m 之粒子數；及粒徑超過 10 μ m、未滿 15 μ m 之粒子數，大幅地降低。因此，蓄電池之良品率成為 99.9%，得知生產性之大幅提昇。

5.9. 實驗例 3

對於前述實施例 1 所得到電極用黏結劑組成物，使用與實驗例 1 為相同之如圖 1 所示過濾裝置 100 進行過濾。尚，在本實驗例中，使過濾前後之差壓成為 0.38 MPaG，採取藉由過濾裝置 100 之由過濾開始至 5 分鐘後之濾液。分別對於過濾前之電極用黏結劑組成物及經由過濾步驟所得到電極用黏結劑組成物進行前述各種評價。評價結果如表 6 所示。尚，相較於過濾前，過濾後之電極用黏結劑組成物之

數平均粒徑未確認到有變化。

5.10. 實驗例 4

除了採取由過濾開始至 10 分鐘後之濾液以外，採取與前述實驗例 3 為相同進行之濾液（藉由過濾裝置之過濾後之電極用黏結劑組成物）。對於所得到的濾液進行前述各種評價。評價結果如表 6 所示。尚，相較於過濾前，過濾後之電極用黏結劑之數平均粒徑未確認到有變化。

5.11. 實驗例 5

除了採取由過濾開始至 15 分鐘後之濾液以外，採取與前述實驗例 3 為相同進行之濾液（藉由過濾裝置之過濾後之電極用黏結劑組成物）。對於所得到的濾液進行前述各種評價。評價結果如表 6 所示。尚，相較於過濾前，過濾後之電極用黏結劑之數平均粒徑未確認到有變化。

【表6】

		實驗例 3		實驗例 4	實驗例 5
		過濾處理前	過濾處理後	過濾處理後	過濾處理後
每 1mL 中之粒子數 (個/mL)	20 μ m 以上	700	0	0	0
	15 μ m 以上、未滿 20 μ m	2000	0	0	0
	超過 10 μ m、未滿 15 μ m	2200	300	260	220
良品率 (%)		98.2	99.9	99.9	99.9

由表 4～表 6 可明顯確認到，藉由經由過濾步驟所得到電極用黏結劑組成物，相較於過濾前之電極用黏結劑組成物，如分隔器破損般之不良產生率極低，在作為用來構成

安全性高之電氣化學裝置之電極之材料之使用為可能的。

5.12. 實驗例 7（電極用黏結劑組成物之保管試驗）

將前述實施例 1～3 所製作的電極用黏結劑組成物中任一種置入於保存容器中，使容器之內容積與比率（空隙率）、保管溫度、殘留於容器內之氣體中之氧濃度成為如表 7 所記載之條件，靜置 6 個月進行保管。將保管 6 個月後之電極用黏結劑組成物之有無異物產生、容器樣態，以目視進行判斷，結果如表 7 所示。尚，氧濃度係將電極用黏結劑組成物移動至保管容器後，藉由對於容器內噴入高純度氮進行取代而予以調整。

在表 7 中，「潔淨瓶」係使用由 Aicello 化學股份有限公司所市售的 20 升方罐型潔淨瓶。「洗淨高分子容器」，係使用將市售的 20 升方罐型聚丙烯容器之內部在無塵室中進行洗淨者。「金屬罐」，係使用市售的金屬製 18 升筒。又，有無異物產生係以目視進行，若有凝聚物時，標示為不良的 x；若未有凝聚物時，標示為良好的 ○。容器樣態係以目視進行，若容器外觀未有變化時，判斷為良好的 ○；將容器外觀有變化者標示為 x。硬短路之有無、良品率，係使用前述之方法進行評價。

【表7】

電極用黏結劑組成物		實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 1	實施例 2	實施例 3
		黏結劑	黏結劑	黏結劑	黏結劑	黏結劑	黏結劑
保管容器		潔淨瓶	洗淨高分子容器	潔淨瓶	金屬罐	洗淨高分子容器	金屬罐
保管溫度 (°C)		20	5	20	60	-20	30
空隙率 (%)		5	10	5	0.5	0.5	10
氧濃度		50ppm	500ppm	500ppm	50ppm	50ppm	18%
6個月保存性	異物產生有無	○	○	○	x	x	x
	容器樣態	○	○	○	x (漏液・變形)	x (漏液・變形)	○
硬短路之有無		無	無	無	有	有	有
良品率 (%)		99	99	99	95	91	93

藉由表 7 之結果可明確得知，本發明相關之電極用黏結劑組成物之保管方法為有效的。

本發明並不限定於上述之實施型態，各種之變形為可能的。例如，本發明為含有與在實施型態所說明之構成為實質上相同之構成（例如，機能、方法及結果為相同之構成，或目的及效果為相同之構成）。又，本發明為含有將實施型態所說明之構成之非本質部分予以取代之構成。又，本發明為含有與實施型態所說明之構成為得到相同作用效果之構成或可達成相同目的之構成。又，本發明為含有對於在實施型態所說明之構成加成公知技術之構成。

〔產業利用性〕

本發明相關之電極用黏結劑組成物，適合作為例如構成作為電子設備之驅動用電源所使用的電氣化學裝置之電極材料。本發明相關之電氣化學裝置電極用漿料，適合作為例如構成作為電子設備之驅動用電源所使用的電氣化學裝置之電極材料。本發明相關之電氣化學裝置電極，適合作為例如構成作為電子設備之驅動用電源所使用的電氣化學裝置之電極。本發明相關之電極用黏結劑之製造方法，係製造例如構成作為電子設備之驅動用電源所使用的電氣化學裝置之電極材料之電極用黏結劑之方法。

【圖式簡單說明】

〔圖 1〕模擬展示在本發明相關之電極用黏結劑組成

物之製造方法之一實施型態中所使用的過濾裝置之說明圖

。

【主要元件符號說明】

1：供給槽

2：定量泵

3：脈動防止器

4：過濾器

5：排出導管

6：回流導管

7a：第一壓力計

7b：第二壓力計

100：過濾裝置

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100148052

※申請日：100 年 12 月 22 日

※IPC 分類：

C01J 133/20
133/14
H01M 4/62

100148052
100148052
100148052

一、發明名稱：(中文／英文)

電極用黏結劑組成物、電極用漿料、電極、及電氣化學裝置

二、中文發明摘要：

本發明之課題係以提供可製作具有良好的結著性，且充放電特性優異之電極之電極用黏結劑組成物。

本發明相關之電極用黏結劑組成物，其特徵係含有下述 (A) 及 (B) 成份：

(A) 來自於 α ， β -不飽和腈化合物之構成單位 5～40 質量份、

(B) 來自於不飽和羧酸之構成單位 0.3～10 質量份；

且，含有數平均粒徑為 50～400nm 之聚合物粒子，凝膠含有率為 90～99%，電解液膨潤率為 110～400%。

三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

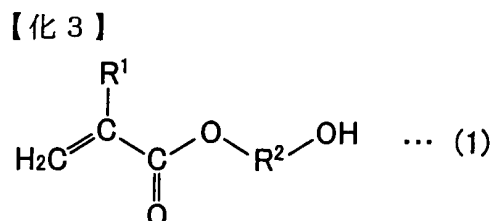
1. 一種電極用黏結劑組成物，其係含有下述（A）及（B）成份：

（A）來自於 α, β -不飽和腈化合物之構成單位5~40質量份、

（B）來自於不飽和羧酸之構成單位0.3~10質量份；

且，含有數平均粒徑為50~400nm之聚合物粒子，凝膠含有率為90~99%，電解液膨潤率為110~400%。

2. 如申請專利範圍第1項之電極用黏結劑組成物，其中，前述聚合物粒子進而含有來自於下述一般式（1）所示化合物之構成單位，



（式中， R^1 為氫原子或一價之烴基， R^2 為二價之烴基）。

3. 如申請專利範圍第2項之電極用黏結劑組成物，其中，前述一般式（1）所示化合物為甲基丙烯酸羥乙酯。

4. 如申請專利範圍第1~3項中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，前述聚合物粒子進而含有（C）來自於共軛二烯化合物之構成單位。

5. 如申請專利範圍第1~4項中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，pH為6以上、8以下。

6. 如申請專利範圍第1~5項中任一項之電極用黏結劑組成物，其中，以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑20 μm 以

上之粒子數為0個。

7. 一種如申請專利範圍第6項之電極用黏結劑組成物之製造方法，其係含有藉由過濾處理，使以測粒儀測定時之每1mL中之粒徑 $20\mu\text{m}$ 以上之粒子數成為0個之步驟。

8. 一種電極用漿料，其係含有活性物質及如申請專利範圍第1~6項中任一項之電極用黏結劑組成物。

9. 一種電極，其係具備有集電體，及將如申請專利範圍第8項之電極用漿料塗佈及乾燥於前述集電體之表面上所形成的活性物質層。

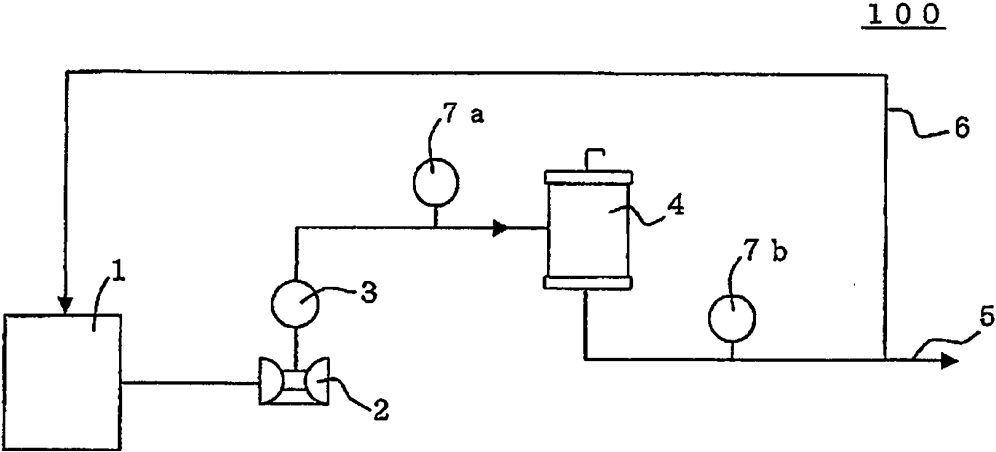
10. 一種電氣化學裝置，其係具備有如請專利範圍第9項之電極。

11. 一種電極用黏結劑組成物之保管方法，其特徵係將如申請專利範圍第1~6項中任一項之電極用黏結劑組成物填充於溫度已控制在 2°C 以上、 30°C 以下之容器中，使相對於前述容器之內容積，扣除前述電極用黏結劑組成物所佔容積後之空隙部容積之比率成為 $1\sim 20\%$ 。

12. 如申請專利範圍第11項之電極用黏結劑組成物之保管方法，其中，前述空隙部氛圍之氧濃度為 1% 以下。

13. 如申請專利範圍第11或12項之電極用黏結劑組成物之保管方法，其中，由前述容器之金屬離子之溶出濃度為 50ppm 以下。

圖 1



四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：無。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無