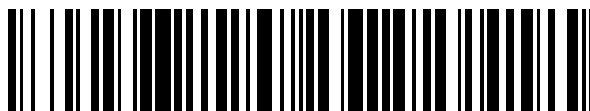


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 788 425**

51 Int. Cl.:

**H01M 4/04** (2006.01)

**H01M 4/139** (2010.01)

**H01M 4/1391** (2010.01)

**H01M 4/1397** (2010.01)

**H01M 4/62** (2006.01)

**H01M 10/0525** (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.01.2018 PCT/CN2018/071679**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.07.2018 WO18130122**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.01.2018 E 18726903 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020 EP 3375028**

54 Título: **Método de preparación de un cátodo para una batería secundaria**

30 Prioridad:

**12.01.2017 US 201715404227**

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

**21.10.2020**

73 Titular/es:

**GRST INTERNATIONAL LIMITED (100.0%)  
Unit 107, 1/F, Bio-Informatics Centre No.2  
Science Park West Avenue Hong Kong Science  
Park Shatin  
New Territories, Hong Kong, CN**

72 Inventor/es:

**HO, KAM PIU;  
WANG, RANSHI y  
SHEN, PEIHUA**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o  
Bemerkungen) en el folleto original publicado por  
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 788 425 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

Método de preparación de un cátodo para una batería secundaria

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al campo de las baterías. En particular, esta invención se refiere a métodos para preparar cátodos para baterías de iones de litio.

10 **Antecedentes de la invención**

En las últimas décadas, las baterías de iones de litio (LIB) se han utilizado ampliamente en diversas aplicaciones, especialmente en la electrónica de consumo debido a su densidad de energía superior, larga vida útil y capacidad de descarga. Debido al rápido desarrollo del mercado de vehículos eléctricos (EV) y al almacenamiento de energía de la red, las LIB de alto rendimiento y bajo coste, ofrecen actualmente una de las opciones más prometedoras para dispositivos de almacenamiento de energía a gran escala.

El uso de un óxido de metal de transición de litio y múltiples elementos, tales como el óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto (NMC) y el óxido de litio, níquel, cobalto y aluminio (NCA) se ha hecho popular debido a sus propiedades electroquímicas superiores sobre el material activo de cátodo tradicional tal como  $\text{LiMnO}_2$ ,  $\text{LiCoO}_2$  y  $\text{LiNiO}_2$ . Un material activo de cátodo con alto contenido de níquel exhibe una alta densidad de energía y una propiedad de capacidad superior.

En la actualidad, se puede preparar una suspensión de cátodo dispersando un material activo de cátodo, un material aglutinante y un agente conductor en un disolvente orgánico tal como N-metil-2-pirrolidona (NMP). La suspensión de cátodo se reviste entonces sobre un colector de corriente y se seca para preparar un cátodo.

Se prefiere el uso de soluciones acuosas en lugar de disolventes orgánicos por razones ambientales y de manipulación y, por lo tanto, se han considerado suspensiones a base de agua. Sin embargo, el material activo de cátodo con alto contenido de níquel es sensible a la exposición al agua. Tras la exposición al agua, el litio en la superficie del material activo de cátodo reacciona con el agua dando como resultado la formación de bases solubles. El alto contenido de base soluble afectará el pH de la suspensión de cátodo. Sin embargo, los valores de pH fuera de ciertos intervalos pueden afectar a la homogeneidad de la dispersión de los componentes (p. ej., material activo de cátodo) en la suspensión de cátodo y la fuerza de unión del material aglutinante, y también pueden tener efectos negativos sobre los componentes metálicos del electrodo (p. ej., el colector metálico). Todos estos factores contribuyen al bajo rendimiento electroquímico. Convencionalmente, se utiliza un modificador de pH para ajustar el pH de la suspensión de cátodo. Sin embargo, los aditivos también pueden tener un efecto nocivo sobre los procesos electroquímicos que tienen lugar en el cátodo, especialmente a altas tensiones y altas temperaturas, especialmente a altas tensiones y altas temperaturas, lo que a su vez reduce el rendimiento de la batería. Por consiguiente, es deseable ajustar el pH de la suspensión de cátodo sin añadir ningún aditivo. Por el documento CN 103618063 A se conoce un método para preparar un cátodo para una batería secundaria que comprende una secuencia de etapas específicas.

La Solicitud de Patente CN N° 105762353 A divulga un método para preparar una batería de iones de litio que tiene un material de cátodo ternario con alto contenido de níquel. El método comprende mezclar un material de cátodo ternario con alto contenido de níquel con un agente conductor en una mezcladora para obtener una mezcla; añadir un aglutinante y agua a la mezcla con mezclado; añadir más agua a la mezcla hasta alcanzar una cierta viscosidad. Sin embargo, el ciclo de vida de las baterías preparadas por este método es inferior a 360 ciclos en términos de pérdida del 20 % de su capacidad inicial, que es insuficiente para muchas aplicaciones previstas, tales como la electrónica portátil y los vehículos eléctricos.

La Solicitud de Patente CN N.º 105261753 A divulga una suspensión acuosa de cátodo y un método de preparación de la misma. La suspensión acuosa de cátodo comprende un material activo de cátodo (25 % - 35 %), un nanotubo de carbono (12 % - 20 %), un agente conductor (6 % - 10 %), un aglutinante acuoso (4 % - 6 %) y agua (40 % - 50 %). El método comprende mezclar un aglutinante con agua para obtener una solución premezclada; añadir un nanotubo de carbono y un agente conductor a la solución premezclada para obtener una solución de gel conductor; moler la solución de gel conductor hasta que el material molido tenga una finura de 5  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ ; añadir un material activo de cátodo y más agua a la solución de gel conductor molido con mezclado; bombear al vacío la suspensión; dejar reposar la suspensión durante un tiempo para obtener una suspensión acuosa de cátodo. Sin embargo, no hay datos para evaluar el rendimiento electroquímico de una batería que utiliza un óxido de metal de transición ternario como material activo de cátodo.

En vista de lo anterior, siempre existe la necesidad de desarrollar un método para preparar suspensiones de cátodo que tengan un material activo de cátodo con alto contenido de níquel para baterías de iones de litio con buen rendimiento electroquímico utilizando un método sencillo, rápido y ecológico.

## Sumario de la invención

Las necesidades antes mencionadas se satisfacen mediante diversos aspectos y realizaciones divulgados en el presente documento.

5 El alcance de protección se define por las reivindicaciones adjuntas. Las características que describen detalles de otras realizaciones se definen en las reivindicaciones dependientes. La materia objeto no cubierta por las reivindicaciones no está de acuerdo con la invención.

10 En un aspecto, en el presente documento se proporciona un método para preparar un cátodo para una batería secundaria, que comprende las etapas de:

- 1) dispersar un material aglutinante y un agente conductor en un disolvente acuoso para formar una primera suspensión;
- 15 2) enfriar la primera suspensión a una temperatura inferior o igual a aproximadamente 15 °C;
- 3) añadir un material activo de cátodo a la primera suspensión para formar una segunda suspensión;
- 4) homogeneizar la segunda suspensión mediante un homogeneizador a una temperatura inferior o igual a aproximadamente 15 °C para obtener una suspensión homogeneizada;
- 20 5) aplicar la suspensión homogeneizada sobre un colector de corriente para formar una película recubierta sobre el colector de corriente; y
- 6) secar la película recubierta sobre el colector de corriente a una temperatura de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 65 °C para formar el cátodo,

25 en donde el disolvente acuoso es agua; en donde el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 7 a aproximadamente 11,6; y en donde la película recubierta sobre el colector de corriente se seca durante un periodo de tiempo inferior a 5 minutos, y en donde el material activo de cátodo comprende un óxido de metal de transición de litio que contiene níquel seleccionado del grupo que consiste en  $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Mn}_{0,15}\text{Co}_{0,15}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,92}\text{Mn}_{0,04}\text{Co}_{0,04}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Co}_{0,15}\text{Al}_{0,05}\text{O}_2$  y combinaciones de los mismos.

30 En algunas realizaciones, el material aglutinante se selecciona del grupo que consiste en caucho de estireno-butadieno, carboximetilcelulosa, fluoruro de polivinilideno, copolímero de acrilonitrilo, ácido poliacrílico, poli(acrilonitrilo), poli(fluoruro de vinilideno)-hexafluoropropeno, LA132, LA133, látex, una sal de ácido algínico y combinaciones de los mismos. En ciertas realizaciones, la sal de ácido algínico comprende un catión seleccionado del grupo que consiste en Na, Li, K, Ca,  $\text{NH}_4$ , Mg, Al y combinaciones de los mismos.

35 En ciertas realizaciones, el agente conductor se selecciona del grupo que consiste en carbono, negro de carbono, grafito, grafito expandido, grafeno, nanoplaquitas de grafeno, fibras de carbono, nanofibras de carbono, escamas de carbono grafitizado, tubos de carbono, nanotubos de carbono, carbono activado, carbono mesoporoso y combinaciones de los mismos.

40 En algunas realizaciones, el disolvente acuoso comprende además etanol, isopropanol, metanol, acetona, n-propanol, t-butanol, n-butanol, dimetil cetona, metil etil cetona, acetato de etilo, acetato de isopropilo, acetato de propilo y combinaciones de los mismos.

45 En las realizaciones, el material activo de cátodo comprende o es un compuesto núcleo-cubierta que tiene una estructura de núcleo y cubierta, en donde el núcleo y la cubierta comprenden el óxido de metal de transición de litio que contiene níquel y, cada uno del núcleo y la cubierta comprende, independientemente, un óxido de metal de transición de litio seleccionado del grupo que consiste en  $\text{Li}_{1+x}\text{Ni}_a\text{Mn}_b\text{Co}_c\text{Al}_{(1-a-b-c)}\text{O}_2$ ,  $\text{LiCoO}_2$ ,  $\text{LiNiO}_2$ ,  $\text{LiMnO}_2$ ,  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{MnO}_3$ ,  $\text{LiCrO}_2$ ,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{LiV}_2\text{O}_5$ ,  $\text{LiTiS}_2$ ,  $\text{LiMoS}_2$  y combinaciones de los mismos; en donde  $-0,2 \leq x \leq 0,2$ ,  $0 \leq a < 1$ ,  $0 \leq b < 1$ ,  $0 \leq c < 1$  y  $a+b+c \leq 1$ .

50 En algunas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza mediante una mezcladora de agitación planetaria, una mezcladora agitadora, un equipo de mezclado o un equipo de ultrasonidos. En algunas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 8 horas. En ciertas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo inferior a 8 horas.

60 En ciertas realizaciones, el método comprende además una etapa de desgasificación de la segunda suspensión al vacío a una presión de aproximadamente 0,5 kPa a aproximadamente 10 kPa durante un periodo de tiempo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 5 minutos.

65 En algunas realizaciones, la viscosidad de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 6.000 mPa·s. En ciertas realizaciones, el contenido de sólidos de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 30 % a aproximadamente 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.

En ciertas realizaciones, la suspensión homogeneizada se aplica sobre el colector de corriente con un recubridor de rasqueta, un recubridor de ranura, un recubridor de transferencia o un recubridor de pulverización. En algunas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 5) y 6) es inferior a 5 minutos.

5 En algunas realizaciones, la suspensión homogeneizada está libre de un agente dispersante, en donde el agente dispersante es un tensioactivo catiónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo no iónico, un tensioactivo anfótero o un ácido polimérico.

10 En ciertas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 3) - 6) es de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 8 horas. En algunas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 3) - 6) es inferior a 5 horas.

### Breve descripción de los dibujos

15 La Figura 1 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 1.

20 La Figura 2 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 2.

La Figura 3 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 3.

25 La Figura 4 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 4.

La Figura 5 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 5.

30 La Figura 6 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 6.

35 La Figura 7 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 7.

La Figura 8 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo 8.

40 La Figura 9 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 1.

La Figura 10 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 2.

45 La Figura 11 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 3.

50 La Figura 12 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 4.

La Figura 13 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 5.

55 La Figura 14 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 6.

La Figura 15 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 7.

60 La Figura 16 representa el rendimiento de ciclabilidad de una celda electroquímica preparada por el método descrito en el Ejemplo Comparativo 8.

La Figura 17 representa una imagen de la superficie del colector de corriente de aluminio del Ejemplo 2.

65 La Figura 18 representa una imagen de la superficie del colector de corriente de aluminio del Ejemplo

## Comparativo 2.

**Descripción detallada de la invención**

5 En el presente documento se proporciona un método para preparar un cátodo para una batería secundaria, que comprende las etapas de:

- 1) dispersar un material aglutinante y un agente conductor en un disolvente acuoso para formar una primera suspensión;
- 10 2) enfriar la primera suspensión a una temperatura inferior o igual a aproximadamente 15 °C;
- 3) añadir un material activo de cátodo a la primera suspensión para formar una segunda suspensión;
- 4) homogeneizar la segunda suspensión mediante un homogeneizador a una temperatura inferior o igual a aproximadamente 15 °C para obtener una suspensión homogeneizada;
- 15 5) aplicar la suspensión homogeneizada sobre un colector de corriente para formar una película recubierta sobre el colector de corriente; y
- 6) secar la película recubierta sobre el colector de corriente a una temperatura de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 65 °C para formar el cátodo,

20 en donde el disolvente acuoso es agua; en donde el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 7 a aproximadamente 11,6; y en donde la película recubierta sobre el colector de corriente se seca durante un periodo de tiempo inferior a 5 minutos, y en donde el material activo de cátodo comprende un óxido de metal de transición de litio que contiene níquel seleccionado del grupo que consiste en  $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Mn}_{0,15}\text{Co}_{0,15}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,92}\text{Mn}_{0,04}\text{Co}_{0,04}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Co}_{0,15}\text{Al}_{0,05}\text{O}_2$  y combinaciones de los mismos.

25 El término "electrodo positivo" se usa indistintamente con cátodo. De manera análoga, el término "electrodo negativo" se usa indistintamente con ánodo.

30 El término "material aglutinante" se refiere a una sustancia química o una sustancia que puede usarse para mantener el material del electrodo y el agente conductor en su lugar.

35 El término "agente conductor" se refiere a un material que es químicamente inactivo y tiene buena conductividad eléctrica. Por lo tanto, el agente conductor a menudo se mezcla con un material activo de electrodo en el momento de formar un electrodo para mejorar la conductividad eléctrica del electrodo.

40 El término "homogeneizador" se refiere a un equipo que puede usarse para la homogeneización de materiales. El término "homogeneización" se refiere a un proceso para reducir una sustancia o material a partículas pequeñas y distribuirlo uniformemente a través de un fluido. Se puede usar cualquier homogeneizador convencional para el método divulgado en el presente documento. Algunos ejemplos no limitantes del homogeneizador incluyen agitadores, mezcladores de agitación planetaria, equipos de mezclado y equipos de ultrasonidos.

45 El término "mezclador planetario" se refiere a un equipo que puede usarse para mezclar o agitar diferentes materiales para producir una mezcla homogénea, que consiste en paletas que realizan un movimiento planetario dentro de una vasija. En algunas realizaciones, el mezclador planetario comprende al menos una paleta planetaria y al menos una paleta de dispersión de alta velocidad. Las paletas planetaria y de dispersión de alta velocidad giran sobre sus propios ejes y también giran continuamente alrededor de la vasija. La velocidad de rotación se puede expresar en unidades de rotaciones por minuto (rpm) que se refiere al número de rotaciones que un cuerpo giratorio completa en un minuto.

50 El término "equipo de ultrasonidos" se refiere a un equipo que puede aplicar energía de ultrasonidos para agitar las partículas en una muestra. Cualquier equipo de ultrasonidos que pueda dispersar la suspensión divulgada en el presente documento puede usarse en el presente documento. Algunos ejemplos no limitantes del equipo de ultrasonidos incluyen un baño de ultrasonidos, un equipo de ultrasonidos de tipo sonda y una celda de flujo ultrasónico.

55 El término "baño de ultrasonidos" se refiere a un aparato a través del cual la energía ultrasónica se transmite a través de la pared del recipiente del baño de ultrasonidos a la muestra líquida.

60 El término "equipo de ultrasonidos de tipo sonda" se refiere a una sonda ultrasónica sumergida en un medio para sonicación directa. El término "sonicación directa" significa que el ultrasonido está directamente acoplado al líquido de procesamiento.

65 El término "celda de flujo ultrasónico" o "cámara del reactor ultrasónico" se refiere a un aparato a través del cual los procesos de sonicación pueden llevarse a cabo en un modo de flujo continuo. En algunas realizaciones, la celda de flujo ultrasónico está en una configuración de una sola pasada, múltiples pasadas o recirculación.

El término "aplicar" se refiere a un acto de colocar o esparcir una sustancia sobre una superficie.

El término "colector de corriente" se refiere a un soporte para revestir el material activo del electrodo y un conductor de alto electrón químicamente inactivo para mantener una corriente eléctrica que fluye hacia los electrodos durante la carga o descarga de una batería secundaria.

El término "revestimiento con rasqueta" se refiere a un proceso para la fabricación de películas de gran área sobre sustratos rígidos o flexibles. El espesor del recubrimiento se puede controlar mediante una anchura de separación ajustable entre una paleta de recubrimiento y una superficie de recubrimiento, que permite la deposición de espesores de capa húmeda variables.

El término "recubrimiento de transferencia" o "recubrimiento con rodillo" se refiere a un proceso para la fabricación de películas de gran superficie sobre sustratos rígidos o flexibles. Se aplica una suspensión sobre el sustrato transfiriendo un recubrimiento desde la superficie de un rodillo de recubrimiento con presión. El espesor del recubrimiento se puede controlar mediante una anchura de separación ajustable entre una paleta dosificadora y una superficie del rodillo de recubrimiento, que permite la deposición de espesores de capa húmeda variables. En un sistema de rodillos de dosificación, el espesor del recubrimiento se controla ajustando el espacio entre un rodillo dosificador y un rodillo de recubrimiento.

El término "temperatura ambiente" se refiere a temperaturas interiores de aproximadamente 18 °C a aproximadamente 30 °C, p. ej., 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29 o 30 °C. En algunas realizaciones, temperatura ambiente se refiere a una temperatura de aproximadamente 20 °C +/- 1 °C o +/- 2 °C o +/- 3 °C. En otras realizaciones, temperatura ambiente se refiere a una temperatura de aproximadamente 22 °C o aproximadamente 25 °C.

El término "contenido de sólidos" se refiere a la cantidad de material no volátil que queda después de la evaporación.

El término "tasa C" se refiere a la tasa de carga o descarga de una celda o batería, expresado en términos de su capacidad de almacenamiento total en Ah o mAh. Por ejemplo, una tasa de 1 C significa la utilización de toda la energía almacenada en una hora; 0,1 C significa la utilización del 10 % de la energía en una hora o la energía completa en 10 horas; y 5 C significa la utilización de energía completa en 12 minutos.

El término "amperios-hora (Ah)" se refiere a una unidad utilizada para especificar la capacidad de almacenamiento de una batería. Por ejemplo, una batería con capacidad de 1 Ah puede suministrar una corriente de un amperio durante una hora o 0,5 A durante dos horas, etc. Por lo tanto, 1 amperio-hora (Ah) es el equivalente a 3.600 culombios de carga eléctrica. De forma análoga, el término "miliamperio-hora (mAh)" también se refiere a una unidad de la capacidad de almacenamiento de una batería y es 1/1.000 de un amperio-hora.

El término "ciclo de vida de la batería" se refiere al número de ciclos completos de carga/descarga que una batería puede realizar antes de que su capacidad nominal caiga por debajo del 80 % de su capacidad nominal inicial.

El término "componente principal" de una composición se refiere al componente que es más del 50 %, más del 55 %, más del 60 %, más del 65 %, más del 70 %, más del 75 %, más del 80 %, más del 85 %, más del 90 % o más del 95 % en peso o volumen, basado en el peso o volumen total de la composición.

El término "componente minoritario" de una composición se refiere al componente que es inferior al 50 %, inferior al 45 %, inferior al 40 %, inferior al 35 %, inferior al 30 %, inferior al 25 %, inferior al 20 %, inferior al 15 %, inferior al 10 % o inferior al 5 % en peso o volumen, basado en el peso o volumen total de la composición.

En la siguiente descripción, todos los números divulgados en el presente documento son valores aproximados, independientemente de si la palabra "alrededor de" o "aproximado" se utiliza en relación con los mismos. Pueden variar en un 1 por ciento, 2 por ciento, 5 por ciento o, a veces, de 10 a 20 por ciento.

Generalmente, los electrodos de la batería de iones de litio se fabrican fundiendo una suspensión de base orgánica en un colector de corriente metálico. La suspensión contiene material activo de electrodo, carbono conductor y aglutinante en un disolvente orgánico, más comúnmente N-metil-2-pirrolidona (NMP). El aglutinante, más comúnmente fluoruro de polivinilideno (PVDF), se disuelve en el disolvente, y los aditivos conductores así como el material activo del electrodo se suspenden en la suspensión. El PVDF proporciona una buena estabilidad electroquímica y una alta adhesión a los materiales del electrodo y a los colectores de corriente. Sin embargo, el PVDF solo puede disolverse en algunos disolventes orgánicos específicos, tales como N-metil-2-pirrolidona (NMP), que es inflamable y tóxica y, por lo tanto, requiere una manipulación específica.

Un sistema de recuperación NMP debe estar en su sitio durante el proceso de secado para recuperar los vapores de NMP. Esto supondrá costes significativos en el proceso de fabricación, ya que requiere una gran inversión de capital. Se prefiere el uso de disolventes menos costosos y ecológicos, tales como los disolventes de base acuosa, ya que podrían eliminar el gran coste de capital del sistema de recuperación. Los intentos de reemplazar el proceso de

recubrimiento orgánico basado en NMP por un proceso de recubrimiento a base de agua han sido exitosos para el electrodo negativo. Una suspensión típica a base de agua para el recubrimiento del ánodo comprende carboximetilcelulosa (CMC) y caucho de estireno-butadieno (SBR). Dentro de la batería, los cátodos están a alta tensión. La mayoría de los cauchos, incluido el SBR, solo son estables a la baja tensión del ánodo y se descomponen a alta tensión. Por lo tanto, al contrario que los ánodos, el recubrimiento a base de agua para cátodos es mucho más difícil.

Otra preocupación de usar un recubrimiento de cátodo a base de agua es que muchos materiales activos de cátodo no son inertes en el agua. El litio ubicado cerca de la superficie es reactivo. Si la suspensión contiene agua como disolvente, entonces el litio reactivo reaccionará con el agua, formando algunos compuestos de superficie inorgánica tales como  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  y  $\text{LiOH}$ . Dado que los materiales activos de cátodo que contienen estos compuestos de superficie están sumergidos en agua, los compuestos de superficie que contienen Li, tales como  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  y  $\text{LiOH}$  se disuelven y provocan un aumento del pH. Además, el Li cerca de la superficie puede disolverse mediante una reacción de intercambio iónico  $\text{Li}^+ - \text{H}^+$ . El litio también puede difundirse desde la masa a la superficie, creando vacantes catiónicas en la masa.

Este fenómeno se hará más evidente cuando se usan materiales activos de cátodo con alto contenido de níquel. Esto afectará a las propiedades electroquímicas de los materiales activos de cátodo, introduciendo efectos perjudiciales sobre el rendimiento de la batería. Por lo tanto, el método convencional de fabricación de un electrodo, especialmente el cátodo con material activo de cátodo con alto contenido de níquel, utiliza un disolvente orgánico anhidro para preparar una suspensión. Los procesos de fabricación generalmente se llevan a cabo en salas secas donde la humedad del medio ambiente se controla cuidadosamente.

La presente invención puede proporcionar una suspensión de cátodo de batería de iones de litio a base de agua que comprende un material activo de cátodo tal como óxido de metal de transición de litio. En algunas realizaciones, un material aglutinante y un agente conductor se dispersan en un disolvente acuoso para formar una primera suspensión. En otras realizaciones, se prepara una primera suspensión añadiendo secuencialmente un material aglutinante y un agente conductor a un disolvente acuoso.

En algunas realizaciones, el material aglutinante se selecciona del grupo que consiste en caucho de estireno-butadieno (SBR), carboximetilcelulosa (CMC), fluoruro de polivinilideno (PVDF), copolímero de acrilonitrilo, ácido poliacrílico (PAA), poliacrilonitrilo, poli(fluoruro de vinilideno)-hexafluoropropeno (PVDF-HFP), LA132, LA133, látex, una sal de ácido alginico y combinaciones de los mismos. En ciertas realizaciones, la sal de ácido alginico comprende un catión seleccionado de Na, Li, K, Ca,  $\text{NH}_4$ , Mg, Al o una combinación de los mismos.

En ciertas realizaciones, el material aglutinante se selecciona de SBR, CMC, PAA, LA132, LA133, una sal de ácido alginico o una combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, el material aglutinante es un copolímero de acrilonitrilo. En algunas realizaciones, el material aglutinante es poliacrilonitrilo. En ciertas realizaciones, el material aglutinante no contiene caucho de estireno-butadieno, carboximetilcelulosa, fluoruro de polivinilideno, copolímero de acrilonitrilo, ácido poliacrílico, poliacrilonitrilo, poli(fluoruro de vinilideno)-hexafluoropropeno, látex, LA132, LA133 o una sal de ácido alginico. En ciertas realizaciones, el material aglutinante no es un polímero que contenga flúor, tal como PVDF, PVDF-HFP o PTFE.

En algunas realizaciones, el agente conductor se selecciona del grupo que consiste en carbono, negro de carbono, grafito, grafito expandido, grafeno, nanoplaquitas de grafeno, fibras de carbono, nanofibras de carbono, escamas de carbono grafitizado, tubos de carbono, nanotubos de carbono, carbono activado, carbono mesoporoso y combinaciones de los mismos. En ciertas realizaciones, el agente conductor no es carbono, negro de carbono, grafito, grafito expandido, grafeno, nanoplaquitas de grafeno, fibras de carbono, nanofibras de carbono, escamas de carbono grafitizado, tubos de carbono, nanotubos de carbono, carbono activado o carbono mesoporoso.

En ciertas realizaciones, la solución acuosa es una solución que contiene agua como componente principal y un disolvente volátil, tal como alcoholes, cetonas alifáticas inferiores, acetatos de alquilo inferior o similares, como componente minoritario además del agua. En ciertas realizaciones, la cantidad de agua es al menos 50 %, al menos 55 %, al menos 60 %, al menos 65 %, al menos 70 %, al menos 75 %, al menos 80 %, al menos 85 %, al menos 90 % o al menos 95 % de la cantidad total de agua y disolventes que no sean agua. En algunas realizaciones, la cantidad de agua es como máximo 55 %, como máximo 60 %, como máximo 65 %, como máximo 70 %, como máximo 75 %, como máximo 80 %, como máximo 85 %, como máximo 90 % o como máximo 95 % de la cantidad total de agua y disolventes que no sean agua. En algunas realizaciones, la solución acuosa consiste únicamente en agua, esto es, la proporción de agua en la solución acuosa es del 100 % en volumen.

Se puede usar cualquier disolvente miscible con agua como componente minoritario. Algunos ejemplos no limitantes del componente minoritario (es decir, disolventes que no sean agua) incluyen alcoholes, cetonas alifáticas inferiores, acetatos de alquilo inferior y combinaciones de los mismos. Algunos ejemplos no limitantes del alcohol incluyen alcoholes  $\text{C}_1\text{-C}_4$ , tales como metanol, etanol, isopropanol, n-propanol, butanol y combinaciones de los mismos. Algunos ejemplos no limitantes de las cetonas alifáticas inferiores incluyen acetona, dimetil cetona y metil etil cetona. Algunos ejemplos no limitantes de los acetatos de alquilo inferior incluyen acetato de etilo, acetato de isopropilo y

acetato de propilo.

5 En algunas realizaciones, la solución acuosa es una mezcla de agua y uno o más componentes minoritarios miscibles en agua. En ciertas realizaciones, la solución acuosa es una mezcla de agua y un componente minoritario seleccionado de metanol, etanol, isopropanol, n-propanol, t-butanol, n-butanol y combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, la relación en volumen del agua y el componente minoritario es de aproximadamente 51:49 a aproximadamente 100:1.

10 En ciertas realizaciones, la solución acuosa es agua. Algunos ejemplos no limitantes de agua incluyen agua del grifo, agua embotellada, agua purificada, agua pura, agua destilada, agua desionizada, D<sub>2</sub>O o una combinación de las mismas. En algunas realizaciones, la solución acuosa es agua desionizada. En ciertas realizaciones, la solución acuosa no contiene alcohol, cetonas alifáticas, acetato de alquilo o una combinación de los mismos.

15 En ciertas realizaciones, la cantidad de cada uno de los materiales aglutinantes y el material conductor en la primera suspensión es, independientemente, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 25 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 15 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 5 %, de aproximadamente 3 % a aproximadamente 20 %, de aproximadamente 5 % a aproximadamente 20 %, de aproximadamente 5 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 %, de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 % o de aproximadamente 15 % a aproximadamente 20 % en peso, basado en el peso total de la primera suspensión. En algunas realizaciones, la cantidad de cada uno de los materiales aglutinantes y el material conductor en la primera suspensión es independientemente inferior al 20 %, inferior al 15 %, inferior al 10 %, inferior al 8 % o inferior al 6 % en peso, basado en el peso total de la primera suspensión.

25 En algunas realizaciones, el contenido de sólidos de la primera suspensión es de aproximadamente 10 % a aproximadamente 30 %, de aproximadamente 10 % a aproximadamente 25 %, de aproximadamente 10 % a aproximadamente 20 % o de aproximadamente 10 % a aproximadamente 15 % en peso, basado en el peso total de la primera suspensión. En ciertas realizaciones, el contenido de sólidos de la primera suspensión es de aproximadamente 10 %, aproximadamente 15 %, aproximadamente 20 %, aproximadamente 25 % o aproximadamente 30 % en peso, basado en el peso total de la primera suspensión. En ciertas realizaciones, el contenido de sólidos de la primera suspensión es inferior al 20 %, inferior al 15 % o inferior al 10 % en peso, basado en el peso total de la primera suspensión.

35 Durante el recubrimiento a base de agua, el material activo de cátodo está expuesto al agua. El rendimiento de ciclabilidad de las baterías de litio está dominado por las propiedades superficiales del material activo de cátodo. El agua puede dañar la superficie del material activo de cátodo, causando así un bajo rendimiento de ciclabilidad.

40 Además, cuando un material activo de cátodo ternario, tal como NMC, se sumerge en agua, cierta cantidad de Li sufrirá intercambio iónico por protones. El Li disuelto provoca un aumento del pH del agua. A medida que aumenta la relación Ni:Mn en la NMC, aumenta la capacidad del cátodo. Sin embargo, a medida que aumenta la relación Ni:Mn, la cantidad de Li disponible para el intercambio iónico aumenta drásticamente, dando como resultado un mayor valor para el pH. Por lo tanto, sería muy difícil aplicar recubrimientos de electrodo a base de agua a materiales activos de cátodo con alto contenido de Ni.

45 Este pH alcalino también puede provocar la degradación del colector de corriente (p. ej., corrosión y/o disolución). El pH alto de la suspensión a base de agua puede causar corrosión severa en la lámina colectora de corriente de aluminio, ya que la lámina de Al no es resistente al ataque corrosivo por soluciones alcalinas que tienen un pH alto. La degradación del colector puede causar la adición de impurezas indeseables a la suspensión y, en consecuencia, reducir el rendimiento del electrodo positivo.

50 Se proponen varias estrategias para resolver los problemas, por ejemplo, bajar el pH de la suspensión añadiendo un tampón o un modificador de pH, tal como un ácido, o recubrir la lámina de aluminio con un recubrimiento protector. Sin embargo, el valor del pH aumentará nuevamente después de añadir el ácido, ya que la suspensión no ha alcanzado un estado estable. Este fenómeno es típico para materiales activos de cátodo ternarios tales como NCA y NMC, con alta relación Ni:Mn. Un inconveniente principal del recubrimiento protector es el coste relativamente alto del recubrimiento. Esto es muy difícil de lograr en condiciones de producción en masa.

60 Es más, el pH alto de la suspensión causa problemas durante el recubrimiento, ya que el pH afecta a la afinidad de unión del aglutinante. La aparición de deslaminación o separación de la capa del electrodo de cátodo del colector de corriente es perjudicial. Estos problemas han sido resueltos por la presente invención. En algunas realizaciones, la primera suspensión se enfría a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 20 °C antes de añadir un material activo de cátodo en la primera suspensión para formar una segunda suspensión y la segunda suspensión se homogeneiza mediante un homogeneizador a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 20 °C para obtener una suspensión homogeneizada.

65 Sorprendentemente, se encontró que controlar la temperatura de la primera suspensión y el posterior tratamiento de



homogeneización puede resolver los problemas mencionados anteriormente. El control de la temperatura de la primera suspensión y el posterior tratamiento de homogeneización pueden ralentizar la reacción del material activo de cátodo con el agua y proporcionar un método sencillo capaz de preparar una suspensión estable a base de agua sin la necesidad de añadir ningún aditivo.

5 En algunas realizaciones, la primera suspensión se enfría a una temperatura por debajo de la temperatura ambiente. En ciertas realizaciones, la primera suspensión se enfría a una temperatura de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $25^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $15^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $10^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $5^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $-5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $25^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $15^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $10^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $5^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $15^{\circ}\text{C}$ , de aproximadamente  $10^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $25^{\circ}\text{C}$  o de aproximadamente  $10^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$ . En algunas realizaciones, la primera suspensión se enfría a una temperatura inferior o igual a aproximadamente  $25^{\circ}\text{C}$ , inferior o igual a aproximadamente  $20^{\circ}\text{C}$ , inferior o igual a aproximadamente  $15^{\circ}\text{C}$ , inferior o igual a aproximadamente  $10^{\circ}\text{C}$ , inferior o igual a aproximadamente  $5^{\circ}\text{C}$  o inferior o igual a aproximadamente  $0^{\circ}\text{C}$ .

20 El método divulgado en el presente documento es particularmente adecuado para preparar un cátodo usando un material activo de cátodo con alto contenido de níquel. El cátodo con alto contenido de níquel preparado por el método divulgado en el presente documento tiene un rendimiento electroquímico mejorado y una estabilidad a largo plazo cuando se opera en condiciones adversas, tal como un entorno de alta temperatura.

25 En algunas realizaciones, el material activo de cátodo es  $\text{Li}_{1+x}\text{Ni}_a\text{Mn}_b\text{Co}_c\text{Al}_{(1-a-b-c)}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$  (NMC333),  $\text{LiNi}_{0,4}\text{Mn}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$  (NMC532),  $\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$  (NMC622),  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Mn}_{0,15}\text{Co}_{0,15}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  (NMC811),  $\text{LiNi}_{0,92}\text{Mn}_{0,04}\text{Co}_{0,04}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Co}_{0,15}\text{Al}_{0,05}\text{O}_2$  (NCA),  $\text{LiCoO}_2$  (LCO),  $\text{LiNiO}_2$  (LNO),  $\text{LiMnO}_2$ ,  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  (LMO),  $\text{Li}_2\text{MnO}_3$  y combinaciones de los mismos; en donde  $-0,2 \leq x \leq 0,2$ ,  $0 \leq a < 1$ ,  $0 \leq b < 1$ ,  $0 \leq c < 1$  y  $a + b + c \leq 1$ . En ciertas realizaciones, el material activo de cátodo se selecciona del grupo que consiste en  $\text{Li}_{1+x}\text{Ni}_a\text{Mn}_b\text{Co}_c\text{Al}_{(1-a-b-c)}\text{O}_2$ ; en donde  $-0,2 \leq x \leq 0,2$ ,  $0 \leq a < 1$ ,  $0 \leq b < 1$ ,  $0 \leq c < 1$  y  $a + b + c \leq 1$ . En algunas realizaciones, a es cualquier número de aproximadamente 0,33 a aproximadamente 0,92, de aproximadamente 0,33 a aproximadamente 0,9, de aproximadamente 0,33 a aproximadamente 0,8, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 0,92, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 0,9, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 0,8, de aproximadamente 0,6 a aproximadamente 0,92 o de aproximadamente 0,6 a aproximadamente 0,9. En ciertas realizaciones, cada uno de b y c es independientemente cualquier número de aproximadamente 0 a aproximadamente 0,5, de aproximadamente 0 a aproximadamente 0,3, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,5, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,4, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,3, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,2 o de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,5.

40 En ciertas realizaciones, el material activo de cátodo comprende o es un compuesto núcleo-cubierta que tiene una estructura de núcleo y cubierta, en donde el núcleo y la cubierta comprenden cada uno, independientemente, un óxido de metal de transición de litio seleccionado del grupo que consiste en  $\text{Li}_{1+x}\text{Ni}_a\text{Mn}_b\text{Co}_c\text{Al}_{(1-a-b-c)}\text{O}_2$ ,  $\text{LiCoO}_2$ ,  $\text{LiNiO}_2$ ,  $\text{LiMnO}_2$ ,  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{MnO}_3$ ,  $\text{LiCrO}_2$ ,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{LiV}_2\text{O}_5$ ,  $\text{LiTiS}_2$ ,  $\text{LiMoS}_2$  y combinaciones de los mismos; en donde  $-0,2 \leq x \leq 0,2$ ,  $0 \leq a < 1$ ,  $0 \leq b < 1$ ,  $0 \leq c < 1$  y  $a + b + c \leq 1$ . En otras realizaciones, el núcleo y la cubierta comprenden cada uno, independientemente, dos o más óxidos de metales de transición de litio. Los dos o más óxidos de metales de transición de litio en el núcleo y la cubierta pueden ser iguales o pueden ser diferentes o parcialmente diferentes. En algunas realizaciones, los dos o más óxidos de metales de transición de litio están distribuidos uniformemente sobre el núcleo. En ciertas realizaciones, los dos o más óxidos de metales de transición de litio no están distribuidos uniformemente sobre el núcleo. En algunas realizaciones, el material activo de cátodo no es un compuesto núcleo-cubierta.

50 En algunas realizaciones, el diámetro del núcleo es de aproximadamente  $5\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $45\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $5\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $35\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $5\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $25\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $10\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $40\ \mu\text{m}$  o de aproximadamente  $10\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $35\ \mu\text{m}$ . En ciertas realizaciones, El espesor de la cubierta es de aproximadamente  $3\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $15\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $15\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $45\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $15\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $30\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $15\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $25\ \mu\text{m}$ , de aproximadamente  $20\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $30\ \mu\text{m}$  o de aproximadamente  $20\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $35\ \mu\text{m}$ . En ciertas realizaciones, la relación de diámetro o espesor del núcleo y la cubierta está en el intervalo de 15:85 a 85:15, de 25:75 a 75:25, de 30:70 a 70:30 o de 40:60 a 60:40. En ciertas realizaciones, la relación en volumen o peso del núcleo y la cubierta es 95:5, 90:10, 80:20, 70:30, 60:40, 50:50, 40:60 o 30:70.

65 Antes de la homogeneización de la segunda suspensión, la suspensión se desgasifica a presión reducida durante un corto periodo de tiempo para eliminar las burbujas de aire atrapadas en la suspensión. En algunas realizaciones, la suspensión se desgasifica a una presión de aproximadamente 1 kPa a aproximadamente 10 kPa, de aproximadamente 1 kPa a aproximadamente 5 kPa o de aproximadamente 1 kPa a aproximadamente 3 kPa. En

ciertas realizaciones, la suspensión se desgasifica a una presión inferior a 10 kPa, inferior a 8 kPa, inferior a 6 kPa, inferior a 5 kPa o inferior a 1 kPa. En algunas realizaciones, la suspensión se desgasifica durante un periodo de tiempo de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 5 minutos, de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 5 minutos, de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 5 minutos o de aproximadamente 4 minutos a aproximadamente 5 minutos. En ciertas realizaciones, la suspensión se desgasifica durante un periodo de tiempo inferior a 5 minutos, inferior a 4,5 minutos, inferior a 4 minutos o inferior a 3,5 minutos.

La segunda suspensión se homogeneiza mediante un homogeneizador a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 20 °C para obtener una suspensión homogeneizada. El homogeneizador está equipado con un sistema de control de temperatura donde la temperatura de la segunda suspensión puede ser controlada por el sistema de control de temperatura. En el presente documento, se puede usar cualquier homogeneizador que pueda reducir o eliminar la agregación de partículas, y/o promover la distribución homogénea de los ingredientes de la suspensión. La distribución homogénea juega un papel importante para fabricar baterías con un buen rendimiento de la batería. En algunas realizaciones, el homogeneizador es una mezcladora de agitación planetaria, una mezcladora agitadora, un equipo de mezclado o un equipo de ultrasonidos.

En ciertas realizaciones, la segunda suspensión se puede homogeneizar a cualquier temperatura por debajo de la temperatura ambiente para obtener una suspensión homogeneizada. En algunas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 25 °C, de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 20 °C, de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 15 °C, de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 10 °C, de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 5 °C, de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 0 °C, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 25 °C, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 20 °C, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 15 °C, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 10 °C, de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 25 °C, de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 20 °C, de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 15 °C, de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 25 °C o de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 20 °C. En ciertas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza a una temperatura inferior o igual a aproximadamente 25 °C, inferior o igual a aproximadamente 20 °C, inferior o igual a aproximadamente 15 °C, inferior o igual a aproximadamente 10 °C, inferior o igual a aproximadamente 5 °C o inferior o igual a aproximadamente 0 °C. Bajar la temperatura de la segunda suspensión durante la homogeneización puede limitar la aparición de reacciones no deseadas del material activo de cátodo con el disolvente acuoso.

En algunas realizaciones, la mezcladora de agitación planetaria comprende al menos una paleta planetaria y al menos una paleta de dispersión de alta velocidad. En ciertas realizaciones, la velocidad de rotación de la paleta planetaria es de aproximadamente 20 rpm a aproximadamente 200 rpm y la velocidad de rotación de la paleta de dispersión es de aproximadamente 1.000 rpm a aproximadamente 3.500 rpm. En algunas realizaciones, la velocidad de rotación de la paleta planetaria es de aproximadamente 20 rpm a aproximadamente 200 rpm, de aproximadamente 20 rpm a aproximadamente 150 rpm, de aproximadamente 30 rpm a aproximadamente 150 rpm o de aproximadamente 50 rpm a aproximadamente 100 rpm. La velocidad de rotación de la paleta de dispersión es de aproximadamente 1.000 rpm a aproximadamente 4.000 rpm, de aproximadamente 1.000 rpm a aproximadamente 3.000 rpm, de aproximadamente 1.000 rpm a aproximadamente 2.000 rpm, de aproximadamente 1.500 rpm a aproximadamente 3.000 rpm o de aproximadamente 1.500 rpm a aproximadamente 2.500 rpm.

En ciertas realizaciones, el equipo de ultrasonidos es un baño de ultrasonidos, un equipo de ultrasonidos de tipo sonda o una celda de flujo ultrasónico. En algunas realizaciones, el equipo de ultrasonidos funciona a una densidad de potencia de aproximadamente 10 W/l a aproximadamente 100 W/l, de aproximadamente 20 W/l a aproximadamente 100 W/l, de aproximadamente 30 W/l a aproximadamente 100 W/l, de aproximadamente 40 W/l a aproximadamente 80 W/l, de aproximadamente 40 W/l a aproximadamente 70 W/l, de aproximadamente 40 W/l a aproximadamente 60 W/l, de aproximadamente 40 W/l a aproximadamente 50 W/l, de aproximadamente 50 W/l a aproximadamente 60 W/l, de aproximadamente 20 W/l a aproximadamente 80 W/l, de aproximadamente 20 W/l a aproximadamente 60 W/l o de aproximadamente 20 W/l a aproximadamente 40 W/l. En ciertas realizaciones, el equipo de ultrasonidos funciona a una densidad de potencia de aproximadamente 10 W/l, alrededor de 20 W/l, alrededor de 30 W/l, alrededor de 40 W/l, alrededor de 50 W/l, alrededor de 60 W/l, alrededor de 70 W/l, alrededor de 80 W/l, aproximadamente 90 W/l o aproximadamente 100 W/l.

Cuando el material activo de cátodo se homogeneiza en una suspensión acuosa durante un largo periodo de tiempo, el agua puede dañar el material activo de cátodo incluso en condiciones de agitación a baja temperatura. En algunas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 8 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 6 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 5 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 4 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 3 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 2 horas, de aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 1 hora, de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 8 horas, de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 6 horas, de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 8 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 6 horas o de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 4 horas. En ciertas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo inferior a 8 horas, inferior a 7 horas, inferior a 6

horas, inferior a 5 horas, inferior a 4 horas, inferior a 3 horas, inferior a 2 horas o inferior a 1 hora. En algunas realizaciones, la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo de aproximadamente 6 horas, aproximadamente 5 horas, aproximadamente 4 horas, aproximadamente 3 horas, aproximadamente 2 horas, aproximadamente 1 hora o aproximadamente 0,5 horas.

5 Cuando el valor de pH de la suspensión varía durante la homogeneización y está fuera de ciertos intervalos, puede afectar a la homogeneidad de la dispersión y a la distribución del tamaño de partícula de los componentes insolubles en agua, p. ej., el material activo de electrodo y el agente conductor en la suspensión, dando así como resultado un bajo rendimiento del electrodo. Por consiguiente, es deseable mantener el pH de la suspensión durante la  
10 homogeneización. Se encuentra que el valor de pH de la suspensión puede permanecer estable cuando la homogeneización se lleva a cabo a baja temperatura. La invención proporciona materiales activos de cátodo, especialmente materiales activos de cátodo ternarios de alto contenido de Ni, con estabilidad mejorada al agua, mostrando tendencias más bajas para el cambio de pH cuando se aplican en la suspensión.

15 En algunas realizaciones, el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 7 a aproximadamente 12, de aproximadamente 7 a aproximadamente 11,6, de aproximadamente 7 a aproximadamente 11,5, de aproximadamente 7 a aproximadamente 11, de aproximadamente 7 a aproximadamente 10,5, de aproximadamente 7 a aproximadamente 10, de aproximadamente 7 a aproximadamente 9,5, de aproximadamente 7 a aproximadamente 9, de aproximadamente 7 a aproximadamente 8,5, de aproximadamente 7 a aproximadamente 8,  
20 de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 11, de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 10,5, de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 9,5, de aproximadamente 8 a aproximadamente 11,6, de aproximadamente 8 a aproximadamente 11, de aproximadamente 8 a aproximadamente 10,5, de aproximadamente 8 a aproximadamente 10, de aproximadamente 8 a aproximadamente 9, de aproximadamente 8,5 a aproximadamente 11, de aproximadamente 8,5 a aproximadamente 10,5, de aproximadamente 9 a aproximadamente 11,6, de aproximadamente 9 a aproximadamente 11, de aproximadamente 9 a aproximadamente 10,5, de aproximadamente 9 a aproximadamente 10 o de aproximadamente 9,5 a aproximadamente 11. En ciertas realizaciones, el pH de la suspensión homogeneizada es inferior a 12, inferior a 11,6, inferior a 11,5, inferior a 11, inferior a 10,5, inferior a 10, inferior a 9,5, inferior a 9, inferior a 8,5 o inferior a 8. En algunas realizaciones, el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 7, aproximadamente 7,5, aproximadamente 8,  
30 aproximadamente 8,5, aproximadamente 9, aproximadamente 9,5, aproximadamente 10, aproximadamente 10,5, aproximadamente 11, aproximadamente 11,5 o aproximadamente 11,6.

En ciertas realizaciones, la cantidad de cada uno de los materiales aglutinantes y el agente conductor en la suspensión homogeneizada es independientemente de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 5 %, de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 3 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 8 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 6 %, de aproximadamente 1 % a aproximadamente 5 %, de aproximadamente 2 % a aproximadamente 8 % o de aproximadamente 2 % a aproximadamente 6 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En algunas realizaciones, la cantidad de cada uno de los  
40 materiales aglutinantes y el agente conductor en la suspensión homogeneizada es independientemente al menos 0,5 %, al menos 1 %, al menos 2 %, al menos 3 %, al menos 4 %, al menos 5 % o al menos 10 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En ciertas realizaciones, la cantidad de cada uno de los materiales aglutinantes y el agente conductor en la suspensión homogeneizada es independientemente como máximo 1 %, como máximo 2 %, como máximo 3 %, como máximo 4 %, como máximo 5 % o como máximo 10 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.  
45

En algunas realizaciones, el peso del material aglutinante es mayor que, menor que o igual al peso del agente conductor en la suspensión homogeneizada. En ciertas realizaciones, la relación del peso del material aglutinante al peso del agente conductor es de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 10:1, de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 5:1, de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 1:1, de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 1:5, de aproximadamente 1:5 a aproximadamente 5:1 o de aproximadamente 1:2 a aproximadamente 2:1.  
50

En ciertas realizaciones, la cantidad del material activo de cátodo en la suspensión homogeneizada es al menos 20 %, al menos 30 %, al menos 35 %, al menos 40 %, al menos 45 %, al menos 50 %, al menos 55 % o al menos 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En algunas realizaciones, la cantidad de material activo de cátodo en la suspensión homogeneizada es como máximo 50 %, como máximo 55 %, como máximo 60 %, como máximo 65 %, como máximo 70 %, como máximo 75 % o como máximo 80 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.  
60

En algunas realizaciones, la cantidad de material activo de cátodo en la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 30 % a aproximadamente 70 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 65 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 60 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 55 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 50 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 70 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 65 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 60 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 55 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 50 %, de  
65

aproximadamente 50 % a aproximadamente 70 % o de aproximadamente 50 % a aproximadamente 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En ciertas realizaciones, la cantidad del material activo de cátodo en la suspensión homogeneizada es aproximadamente 30 %, aproximadamente 45 %, aproximadamente 50 %, aproximadamente 65 % o aproximadamente 70 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.

En ciertas realizaciones, el contenido de sólidos de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 30 % a aproximadamente 60 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 55 %, de aproximadamente 30 % a aproximadamente 50 %, de aproximadamente 40 % a aproximadamente 60 % o de aproximadamente 50 % a aproximadamente 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En algunas realizaciones, el contenido de sólidos de la suspensión homogeneizada es inferior al 70 %, inferior al 65 %, inferior al 60 %, inferior al 55 %, inferior al 50 % o inferior al 45 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada. En ciertas realizaciones, el contenido de sólidos de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 30 %, aproximadamente 40 %, aproximadamente 50 %, aproximadamente 55 % o aproximadamente 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.

La alta viscosidad de la suspensión dificulta la dispersión de los materiales a granel para obtener una suspensión uniforme. El disolvente usado en la suspensión homogeneizada divulgada en el presente documento puede comprender, al menos, un alcohol. La adición del alcohol puede mejorar la procesabilidad de la suspensión y reducir el punto de congelación del agua. En algunas realizaciones, la solución no comprende un alcohol. Algunos ejemplos no limitantes de alcohol adecuado incluyen etanol, isopropanol, n-propanol, t-butanol, n-butanol y combinaciones de los mismos. La cantidad total de alcohol puede variar de aproximadamente 10 % a aproximadamente 50 %, de aproximadamente 10 % a aproximadamente 35 %, de aproximadamente 20 % a aproximadamente 40 %, de aproximadamente 0 % a aproximadamente 15 %, de aproximadamente 0,001 % a aproximadamente 10 %, de aproximadamente 0,01 % a aproximadamente 8 % o de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 5 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada.

La viscosidad de la suspensión homogeneizada es preferiblemente menor de aproximadamente 6.000 mPa·s. En algunas realizaciones, la viscosidad de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 6.000 mPa·s, de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 5.000 mPa·s, de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 4.000 mPa·s, de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 3.000 mPa·s o de aproximadamente 1.000 mPa·s a aproximadamente 2.000 mPa·s. En ciertas realizaciones, la viscosidad de la suspensión homogeneizada es inferior a 6.000 mPa·s, inferior a 5.000 mPa·s, inferior a 4.000 mPa·s, inferior a 3.000 mPa·s o inferior a 2.000 mPa·s. En algunas realizaciones, la viscosidad de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 1.000 mPa·s, aproximadamente 2.000 mPa·s, aproximadamente 3.000 mPa·s, aproximadamente 4.000 mPa·s, aproximadamente 5.000 mPa·s o aproximadamente 6.000 mPa·s. Por tanto, la suspensión resultante puede ser completamente mezclada u homogénea.

En los métodos convencionales de preparación de suspensión catódica, se puede usar un agente dispersante para ayudar a dispersar el material activo de cátodo, el agente conductor y el material aglutinante en la suspensión. Algunos ejemplos no limitantes del agente dispersante incluyen un ácido polimérico y un tensioactivo que puede reducir la tensión superficial entre un líquido y un sólido. En algunas realizaciones, el agente dispersante es un tensioactivo no iónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo catiónico, un tensioactivo anfótero o una combinación de los mismos.

Una de las ventajas de la presente invención es que los componentes de la suspensión pueden dispersarse homogéneamente a temperaturas inferiores a la temperatura ambiente sin el uso de un agente dispersante. En algunas realizaciones, el método de la presente invención no comprende una etapa de añadir un agente dispersante a la primera suspensión, la segunda suspensión o la suspensión homogeneizada. En ciertas realizaciones, la primera suspensión, la segunda suspensión y la suspensión homogeneizada están libres de un agente dispersante.

Algunos ejemplos no limitantes del ácido polimérico incluyen ácido poliláctico, ácido polisuccínico, ácido polimaleico, ácido piromúxico, ácido polifumárico, ácido polisorbico, ácido polilinoico, ácido polilinoénico, ácido poliglutámico, ácido polimetacrílico, ácido polilicánico, ácido poliglicólico, ácido poliaspártico, ácido poliámico, ácido polifórmico, ácido poliacético, ácido polipropiónico, ácido polibutírico, ácido polisebácico, copolímeros de los mismos y combinaciones de los mismos. En ciertas realizaciones, la suspensión homogeneizada está libre de un ácido polimérico.

Algunos ejemplos no limitantes de tensioactivo no iónico adecuado incluyen un éster carboxílico, un éster de polietilenglicol y combinaciones de los mismos.

Algunos ejemplos no limitantes de tensioactivo aniónico adecuado incluyen una sal de un sulfato de alquilo, un éter sulfato de alquil polietoxilato, un alquil bencenosulfonato, un alquil éter sulfato, un sulfonato, un sulfosuccinato, un sarcosinato y combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, el tensioactivo aniónico comprende un catión seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio, amonio y combinaciones de los mismos. En ciertas

realizaciones, el tensioactivo aniónico es dodecibencenosulfonato de sodio, estearato de sodio, dodecil sulfato de litio o una combinación de los mismos. En algunas realizaciones, la suspensión homogeneizada está libre del tensioactivo aniónico.

5 Algunos ejemplos no limitantes de tensioactivo catiónico adecuado incluyen una sal de amonio, una sal de fosfonio, una sal de imidazolio, una sal de sulfonio y combinaciones de las mismas. Algunos ejemplos no limitantes de sal de amonio adecuada incluyen bromuro de estearil trimetilamonio (STAB), bromuro de cetil trimetilamonio (CTAB), bromuro de miristil trimetilamonio (MTAB), cloruro de trimetilhexadecil amonio y combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, la suspensión homogeneizada está libre del tensioactivo catiónico.

10 Algunos ejemplos no limitantes de tensioactivo anfótero adecuado son tensioactivos que contienen grupos catiónicos y aniónicos. El grupo catiónico es amonio, fosfonio, imidazolio, sulfonio o una combinación de los mismos. El grupo aniónico hidrófilo es carboxilato, sulfonato, sulfato, fosfonato o una combinación de los mismos. En algunas realizaciones, la suspensión homogeneizada está libre del tensioactivo anfótero.

15 Después de mezclar uniformemente los componentes de la suspensión, la suspensión homogeneizada se puede aplicar sobre un colector de corriente para formar una película recubierta sobre el colector de corriente. El colector de corriente actúa para recoger los electrones generados por las reacciones electroquímicas del material activo de cátodo o para suministrar los electrones necesarios para las reacciones electroquímicas. En algunas realizaciones, el colector de corriente puede tener la forma de una lámina, hoja o película. En ciertas realizaciones, el colector de corriente es de acero inoxidable, titanio, níquel, aluminio o resina conductora de electricidad. En algunas realizaciones, el colector de corriente no está recubierto con un recubrimiento protector. En ciertas realizaciones, el recubrimiento protector comprende un material que contiene carbono.

25 Durante el recubrimiento, el pH es un parámetro muy importante para controlar la estabilidad de la suspensión. El riesgo de inestabilidad del pH provoca la necesidad de revestir la suspensión inmediatamente después de la homogeneización. Esto es muy difícil de realizar en condiciones de producción en masa, donde los procesos de recubrimiento a menudo continúan durante muchas horas. Si el pH cambia, entonces las propiedades clave, por ejemplo la viscosidad y el grado de dispersión, también cambiarán. Cualquier inestabilidad, tal como un cambio en la viscosidad y el grado de dispersión durante el recubrimiento, será un problema grave y el proceso de recubrimiento se volverá inestable. Por lo tanto, estas propiedades clave deben ser muy estables durante la homogeneización y permanecer estables después de la homogeneización durante mucho tiempo.

30 Además, la alcalinidad de la suspensión también puede tener un efecto negativo sobre el colector de corriente metálico. Por ejemplo, un pH altamente alcalino puede oxidar el material colector de corriente tal como Al. Como resultado, las propiedades de adhesión de los componentes del electrodo al colector pueden reducirse. La película recubierta se exfolia fácilmente y también carece de durabilidad. La fijación insuficiente o desigual del material de recubrimiento también reducirá la conducción electrónica del electrodo positivo.

40 La corrosión puede reducir significativamente la vida útil de la batería. La suspensión debe tener un pH estable. En algunas realizaciones, el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 8 a aproximadamente 10. En ciertas realizaciones, el cambio de pH observado durante la homogeneización es inferior a 0,5 unidades de pH, inferior a 0,4 unidades de pH, inferior a 0,3 unidades de pH, inferior a 0,2 unidades de pH o inferior a 0,1 unidades de pH.

45 En algunas realizaciones, el colector de corriente tiene un espesor de aproximadamente 6  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ , ya que el espesor afectará al volumen ocupado por el colector de corriente dentro de una batería y la cantidad de material activo del electrodo y, por lo tanto, a la capacidad en la batería.

50 En ciertas realizaciones, el proceso de recubrimiento se realiza con un recubridor de rasqueta, un recubridor de ranura, un recubridor de transferencia, un recubridor de pulverización, un recubridor de rodillos, un recubridor de huecogrado, un recubridor de inmersión o un recubridor de cortina. En algunas realizaciones, el espesor de la película recubierta sobre el colector de corriente es de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 300  $\mu\text{m}$  o de aproximadamente 20  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ .

55 Es necesario evaporar el disolvente para crear un electrodo poroso seco para fabricar la batería. Después de aplicar la suspensión homogeneizada sobre un colector de corriente, la película recubierta sobre el colector de corriente se puede secar con una secadora para obtener el electrodo de la batería. En el presente documento puede usarse cualquier secadora que pueda secar la película recubierta sobre el colector de corriente. Algunos ejemplos no limitantes de la secadora incluyen un horno de secado por lotes, un horno de secado de tipo transportador y un horno de secado de tipo microondas. Algunos ejemplos no limitantes del horno de secado de tipo transportador incluyen un horno de secado de aire caliente de tipo transportador, un horno de secado con resistencia de tipo transportador, un horno de secado inductivo de tipo transportador y un horno de secado por microondas de tipo transportador.

65 En algunas realizaciones, el horno de secado de tipo transportador para secar la película recubierta sobre el colector

de corriente incluye una o más secciones de calentamiento, en donde cada una de las secciones de calentamiento tiene controlada individualmente su temperatura, y en donde cada una de las secciones de calentamiento puede incluir zonas de calentamiento controladas independientemente.

5 En ciertas realizaciones, el horno de secado de tipo transportador comprende una primera sección de calentamiento situada en un lado del transportador y una segunda sección de calentamiento situada en un lado opuesto del transportador desde la primera sección de calentamiento, en donde cada una de la primera y segunda secciones de calentamiento comprende, independientemente, uno o más elementos calefactores y un sistema de control de temperatura conectado a los elementos calefactores de la primera sección de calentamiento y la segunda sección de calentamiento de una manera que supervisa y controla selectivamente la temperatura de cada sección de calentamiento.

10 En algunas realizaciones, el horno de secado de tipo transportador comprende una pluralidad de secciones de calentamiento, en donde cada sección de calentamiento incluye elementos calefactores independientes que funcionan para mantener una temperatura constante dentro de la sección de calentamiento.

15 En ciertas realizaciones, cada una de la primera y segunda secciones de calentamiento tiene, independientemente, una zona de calentamiento de entrada y una zona de calentamiento de salida, en donde cada una de las zonas de calentamiento de entrada y salida comprende, independientemente, uno o más elementos calefactores y un sistema de control de temperatura conectado a los elementos calefactores de la zona de calentamiento de entrada y la zona de calentamiento de salida, de una manera que supervisa y controla selectivamente la temperatura de cada zona de calentamiento por separado del control de temperatura de las otras zonas de calentamiento.

20 La película recubierta sobre el colector de corriente debe secarse a una temperatura de aproximadamente 60 °C o menos en aproximadamente 5 minutos o menos. El secado del electrodo positivo recubierto a temperaturas superiores a 60 °C puede provocar una descomposición indeseable del material activo de cátodo, aumentando el pH de la suspensión y afectando al rendimiento del electrodo positivo.

25 Además, la corrosión del colector de corriente puede afectar gravemente al rendimiento de las baterías, a la degradabilidad de la ciclabilidad y a la tasa de rendimiento. El secado a una temperatura relativamente baja inferior a aproximadamente 60 °C durante menos de 5 minutos puede reducir la corrosión del colector de corriente de aluminio.

30 En algunas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente puede secarse a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 60 °C. En ciertas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se puede secar a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 55 °C, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 50 °C, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 45 °C, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 40 °C, de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 45 °C o de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 40 °C. En algunas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se seca a una temperatura inferior a 65 °C, inferior a 60 °C, inferior a 55 °C, inferior a 50 °C, inferior a 45 °C o inferior a 40 °C. En algunas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se seca a una temperatura de aproximadamente 60 °C, aproximadamente 55 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 45 °C, aproximadamente 40 °C o aproximadamente 35 °C. Las temperaturas de secado más bajas pueden evitar la descomposición indeseable del material activo de cátodo que tiene un alto contenido de níquel y/o manganeso.

35 En ciertas realizaciones, el transportador se mueve a una velocidad de aproximadamente 2 metros/minuto a aproximadamente 30 metros/minuto, de aproximadamente 2 metros/minuto a aproximadamente 25 metros/minuto, de aproximadamente 2 metros/minuto a aproximadamente 20 metros/minuto, de aproximadamente 2 metros/minuto a aproximadamente 16 metros/minuto, de aproximadamente 3 metros/minuto a aproximadamente 30 metros/minuto, de aproximadamente 3 metros/minuto a aproximadamente 20 metros/minuto o de aproximadamente 3 metros/minuto a aproximadamente 16 metros/minuto.

40 Controlar la longitud y la velocidad del transportador puede regular el tiempo de secado de la película recubierta. En algunas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se puede secar durante un periodo de tiempo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 5 minutos, de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 4,5 minutos, de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 4 minutos, de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 3 minutos, de aproximadamente 2,5 minutos a aproximadamente 5 minutos, de aproximadamente 2,5 minutos a aproximadamente 4 minutos, de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 5 minutos, de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 4 minutos, de aproximadamente 3,5 minutos a aproximadamente 5 minutos o de aproximadamente 3,5 minutos a aproximadamente 4,5 minutos. En ciertas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se puede secar durante un periodo de tiempo inferior a 5 minutos, inferior a 4,5 minutos, inferior a 4 minutos, inferior a 3,5 minutos, inferior a 3 minutos, inferior a 2,5 minutos o inferior a 2 minutos. En algunas realizaciones, la película recubierta sobre el colector de corriente se puede secar durante un periodo de tiempo de aproximadamente 5 minutos, aproximadamente 4,5 minutos, aproximadamente 4 minutos, aproximadamente 3,5 minutos,

aproximadamente 3 minutos, aproximadamente 2,5 minutos o aproximadamente 2 minutos.

Como los materiales activos de cátodo son suficientemente activos para reaccionar con el agua, es necesario controlar el tiempo total de procesamiento del método, especialmente las etapas 3) - 6). En algunas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 3) - 6) es de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 8 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 7 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 6 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 5 horas, de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 4 horas o de aproximadamente 2 horas a aproximadamente 3 horas. En ciertas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 3) - 6) es inferior a 8 horas, inferior a 7 horas, inferior a 6 horas, inferior a 5 horas, inferior a 4 horas o inferior a 3 horas. En algunas realizaciones, el tiempo total de procesamiento para las etapas 3) - 6) es de aproximadamente 8 horas, aproximadamente 7 horas, aproximadamente 6 horas, aproximadamente 5 horas, aproximadamente 4 horas, aproximadamente 3 horas o aproximadamente 2 horas.

Después de que la película recubierta sobre el colector de corriente se seque, se forma un cátodo. En algunas realizaciones, el cátodo se comprime mecánicamente para mejorar la densidad del cátodo.

El método divulgado en el presente documento tiene la ventaja de que el disolvente acuoso puede usarse en el proceso de fabricación, lo que puede ahorrar tiempo de procesamiento e instalaciones al evitar la necesidad de manipular o reciclar disolventes orgánicos peligrosos. Puesto que en la presente invención puede usarse un disolvente acuoso, el electrodo requeriría menos tiempo y energía en la etapa de secado. Además, los costes se reducen al simplificarse el proceso total. Por lo tanto, este método es especialmente adecuado para procesos industriales debido a su bajo coste y facilidad de manipulación.

Una batería envejece con el uso y con el tiempo, incluso si no se usa. Las condiciones de funcionamiento de una batería afectan al proceso de envejecimiento. La temperatura y las tensiones de carga son algunos de los factores más relevantes en el envejecimiento. Exponer una batería a altas temperaturas puede acelerar su envejecimiento. En general, una batería, tal como la batería de un automóvil, generalmente está expuesta a una temperatura elevada cuando está funcionando. Es común que una batería de automóvil pierda aproximadamente el 20 % - 30 % de su capacidad inicial de batería en el primer año.

El método de preparación del cátodo divulgado en el presente documento que tiene baja temperatura de mezclado, tiempos de mezclado reducidos, pH controlado de la suspensión de cátodo, temperaturas de secado bajas y tiempos de secado reducidos de la película recubierta mejoran significativamente el rendimiento a alta temperatura de las baterías. Las baterías que comprenden electrodos positivos preparados de conformidad con la presente invención muestran una pequeña pérdida de capacidad durante el almacenamiento a alta temperatura y una alta estabilidad del ciclo en condiciones de alta temperatura. La presente invención logra el desarrollo de la tecnología de recubrimiento a base de agua sin disminuir el rendimiento de ciclabilidad.

En algunas realizaciones, el electrodo puede retener al menos aproximadamente 90 %, 91 %, 92 %, 93 %, 94 %, 95 %, 96 %, 97 % o 98 % de su capacidad de almacenamiento inicial después de 300 ciclos a una velocidad de 1C a 25 °C en una celda llena. En ciertas realizaciones, el electrodo puede retener al menos aproximadamente 90 %, 91 %, 92 %, 93 %, 94 % o 95 % de su capacidad de almacenamiento inicial después de 500 ciclos a una velocidad de 1C a 25 °C en una celda llena. En algunas realizaciones, el electrodo puede retener al menos aproximadamente 85 %, 86 %, 87 %, 88 %, 89 %, 90 %, 91 %, 92 %, 93 %, 94 % o 95 % de su capacidad de almacenamiento inicial después de 1.000 ciclos a una velocidad de 1C a 25 °C en una celda llena. En ciertas realizaciones, el electrodo puede retener al menos aproximadamente 80 %, 81 %, 82 %, 83 %, 84 %, 85 %, 86 %, 87 %, 88 %, 89 % o 90 % de su capacidad de almacenamiento inicial después de 1.500 ciclos a una velocidad de 1C a 25 °C en una celda llena. En algunas realizaciones, el electrodo puede retener al menos aproximadamente 75 %, 76 %, 77 %, 78 %, 79 %, 80 %, 81 %, 82 %, 83 %, 84 % u 85 % de su capacidad de almacenamiento inicial después de 2.000 ciclos a una velocidad de 1C a 25 °C en una celda llena.

La retención de capacidad de una batería también varía con la temperatura de almacenamiento. Si una batería se almacena a altas temperaturas, se acelerará la autodescarga. La batería divulgada en el presente documento muestra una buena retención de capacidad que mantiene más del 60 % de la capacidad inicial después de 2 semanas de almacenamiento a temperatura elevada. En algunas realizaciones, la retención de capacidad de la batería no es inferior al 50 %, no inferior al 55 %, no inferior al 60 %, no inferior al 65 % o no inferior al 70 % de su capacidad inicial después del almacenamiento durante 2 semanas a 60 °C.

Los siguientes ejemplos se presentan para ejemplificar realizaciones de la invención, pero no pretenden limitar la invención a las realizaciones específicas expuestas. A menos que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes son en peso. Todos los valores numéricos son aproximados. Cuando se dan intervalos numéricos, debe entenderse que las realizaciones que están fuera de los intervalos establecidos todavía pueden estar dentro del alcance de la invención. Los detalles específicos descritos en cada ejemplo no deben interpretarse como características necesarias de la invención.

## Ejemplos

Los valores de pH de la suspensión se midieron mediante un medidor de pH de tipo electrodo (ION 2700, Eutech Instruments) al principio y al final de la homogeneización de la suspensión de cátodo. La viscosidad de la suspensión se midió usando un medidor de viscosidad rotacional (NDJ-5S, Shanghai JT Electronic Technology Co. Ltd., China).

5

## Ejemplo 1

### A) Preparación del electrodo positivo

10 Se preparó una primera suspensión dispersando 0,36 kg de negro de carbono (SuperP; obtenido de Timcal Ltd, Bodio, Suiza) y 0,36 kg de poliacrilonitrilo (PAN) (LA 132, Chengdu Indigo Power Sources Co., Ltd., China) en 3,6 l de agua desionizada mientras se agitaba con una mezcladora planetaria de 10 l (CMDJ-10L; obtenida de ChienMei Co. Ltd., China), seguido del enfriamiento de la mezcla a 15 °C. Después de la adición, la primera suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 30 minutos a 15 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm.

15

Se preparó una segunda suspensión dispersando 8,28 kg de  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  (NMC811) (obtenido de Henan Kelong NewEnergy Co., Ltd., Xinxiang, China) en la primera suspensión a 15 °C. Después de eso, se añaden 2,4 l de agua desionizada a la segunda suspensión para ajustar su contenido de sólidos. Después de ajustar el contenido de sólidos, la segunda suspensión se desgasificó a una presión de 1.000 Pa durante 4 minutos. Después, la segunda suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 2 horas a 15 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm. Se preparó una formulación de suspensión de cátodo de 55,2 % en peso de NMC811, 2,4 % en peso de negro de carbono, 2,4 % en peso de LA132 y 40 % en peso de agua desionizada. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.350 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 60 % en peso. La formulación del Ejemplo 1 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

20

25

Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 3,5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 6,8 metros/minuto a aproximadamente 40 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,98  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

30

35

### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo mezclando 90 % en peso de carbono duro (HC; pureza > 99,5 %, obtenido de Ruifute Technology Ltd., Shenzhen, Guangdong, China) con 1,5 % en peso de carboximetilcelulosa (CMC, BSH-12, DKS Co. Ltd., Japón) y 3,5 % en peso de SBR (AL-2001, NIPPON A&L INC., Japón) como aglutinante y 5 % en peso de negro de carbono como agente conductor en agua desionizada. El contenido de sólidos de la suspensión de ánodo era del 50 % en peso. La suspensión se recubrió en ambos lados de una lámina de cobre que tenía un espesor de 9  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 19  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre la lámina de cobre se secaron a aproximadamente 50 °C durante 2,4 minutos mediante una secadora de aire caliente con transportador de 24 metros de largo, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 10 metros/minuto para obtener un electrodo negativo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 1,8  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

40

45

### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Después de que se seque, la película de cátodo y la película de ánodo resultantes se usaron para preparar el cátodo y el ánodo, respectivamente, cortando en placas de electrodo individuales. Se montó una celda tipo bolsa apilando las placas de electrodo de cátodo y ánodo alternativamente, y luego se envasaron en una cajita hecha de una película laminada de aluminio y plástico. Las placas de electrodo de cátodo y ánodo se mantuvieron separadas por separadores y la cubierta se prefirió. El separador era una membrana microporosa con un recubrimiento cerámico hecho de tela no tejida (SEPARION, Evonik Industries, Alemania), que tenía un espesor de aproximadamente 35  $\mu\text{m}$ . Luego se introdujo un electrolito en la cajita que contenía los electrodos empaquetados en una atmósfera de argón de alta pureza con un contenido de humedad y oxígeno inferior a 1 ppm. El electrolito era una solución de  $\text{LiPF}_6$  (1 M) en una mezcla de carbonato de etileno (CE), etil metil carbonato (EMC) y dimetil carbonato (DMC) en una relación en volumen de 1:1:1. Después del llenado de los electrolitos, la celda tipo bolsa se selló al vacío y luego se comprimió mecánicamente usando un punzón con forma cuadrada convencional. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 1 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 1.

55

60

65

## Ejemplo 2



A) Preparación del electrodo positivo

5 Se preparó una primera suspensión dispersando 0,3 kg de negro de carbono y 0,3 kg de LA132 en 4,5 l de agua desionizada mientras se agitaba con una mezcladora planetaria de 10 l, seguido del enfriamiento de la mezcla a 10 °C. Después de la adición, la primera suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 30 minutos a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm.

10 Se preparó una segunda suspensión dispersando 6,9 kg de NMC811 en la primera suspensión a 10 °C. Después de eso, se añaden 3 l de agua desionizada a la segunda suspensión para ajustar su contenido de sólidos. Después de ajustar el contenido de sólidos, la segunda suspensión se desgasificó a una presión de 1.000 Pa durante 4 minutos. Después, la segunda suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 2,5 horas a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm. Se preparó una formulación de suspensión de cátodo de 46 % en peso de NMC811, 2 % en peso de negro de carbono, 2 % en peso de LA132 y 50 % en peso de agua desionizada. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.760 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 2 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

20 Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 4,2 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funciona a una velocidad del transportador de aproximadamente 5,7 metros/minuto y a aproximadamente 37 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,85 g/cm<sup>3</sup>.

B) Preparación del electrodo negativo

30 Se preparó una suspensión de electrodo negativo mezclando 90 % en peso de carbono duro con 5 % en peso de LA132 y 5 % en peso de negro de carbono en agua desionizada. El contenido de sólidos de la suspensión de ánodo era del 50 % en peso. La suspensión se recubrió en ambos lados de una lámina de cobre que tenía un espesor de 9 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 19 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre la lámina de cobre se secaron a aproximadamente 50 °C durante 2,4 minutos mediante una secadora de aire caliente con transportador de 24 metros de largo, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 10 metros/minuto para obtener un electrodo negativo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 1,8 g/cm<sup>3</sup>.

C) Montaje de una celda tipo bolsa

40 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 2 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 2.

**Ejemplo 3**

45 A) Preparación del electrodo positivo  
 50 Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la primera suspensión se preparó a 0 °C en lugar de a 10 °C; el contenido de sólidos de la segunda suspensión se ajustó añadiendo una mezcla de agua desionizada y etanol en una relación en peso de 2:1 en lugar de agua desionizada sola; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una celda de flujo ultrasónico circulante (NP8000, obtenida de Guangzhou Newpower Ultrasonic Electronic Equipment Co., Ltd., China) a 0 °C durante 3,5 horas, en lugar de una mezcladora planetaria a 10 °C durante 2,5 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.200 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 3 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

60 Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 3,2 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 7,5 metros/minuto y a aproximadamente 45 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,91 g/cm<sup>3</sup>.

65 B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

- 5 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 3 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 3.

#### **Ejemplo 4**

10

##### A) Preparación del electrodo positivo

15 Se preparó una primera suspensión dispersando 0,29 kg de negro de carbono y 0,29 kg de LA132 en 4,05 l de agua desionizada mientras se agitaba con una mezcladora planetaria de 10 l, seguido del enfriamiento de la mezcla a 15 °C. Después de la adición, la primera suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 30 minutos a 15 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm.

20 Se preparó una segunda suspensión dispersando 7,67 kg de  $\text{Li}_{1,0}\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,15}\text{Al}_{0,05}\text{O}_2$  (NCA) (obtenido de Hunan Rui Xiang New Material Co., Ltd., Changsha, China) en la primera suspensión a 15 °C. Después de eso, se añaden 2,7 l de agua desionizada a la segunda suspensión para ajustar su contenido de sólidos. Después de ajustar el contenido de sólidos, la segunda suspensión se desgasificó a una presión de 1.000 Pa durante 4 minutos. Después, la segunda suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 2,5 horas a 15 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm. Se preparó una formulación de suspensión de cátodo de 51,15 % en peso de NCA, 1,925 % en peso de negro de carbono, 1,925 % en peso de LA132 y 45 % en peso de agua desionizada. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 3.350 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 55 % en peso. La formulación del Ejemplo 4 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

30 Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 4,5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 5,3 metros/minuto y a aproximadamente 35 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 3,3 g/cm<sup>3</sup>.

35

##### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 1.

40

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

45 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 4 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 4.

#### **Ejemplo 5**

50

##### A) Preparación del electrodo positivo

55 Se preparó una primera suspensión dispersando 0,26 kg de negro de carbono y 0,26 kg de LA132 en 4,5 l de agua desionizada mientras se agitaba con una mezcladora planetaria de 10 l, seguido del enfriamiento de la mezcla a 10 °C. Después de la adición, la primera suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 30 minutos a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm.

55

60 Se preparó una segunda suspensión dispersando 6,98 kg de NCA en la primera suspensión a 10 °C. Después de eso, se añaden 3 l de agua desionizada a la segunda suspensión para ajustar su contenido de sólidos. Después de ajustar el contenido de sólidos, la segunda suspensión se desgasificó a una presión de 1.000 Pa durante 4 minutos. Después, la segunda suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 3,2 horas a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm. Se preparó una formulación de suspensión de cátodo de 46,5 % en peso de NCA, 1,75 % en peso de negro de carbono, 1,75 % en peso de LA132 y 50 % en peso de agua desionizada. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.980 mPa s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 5 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

65

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de

aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 3,1 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 7,7 metros/minuto y a aproximadamente 50 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 3,1  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 5 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 5.

### Ejemplo 6

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 5, excepto que la primera suspensión se preparó a 0 °C en lugar de a 10 °C; el contenido de sólidos de la segunda suspensión se ajustó añadiendo una mezcla de agua desionizada e isopropanol (IPA) en una relación en peso de 2:1 en lugar de agua desionizada sola; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una celda de flujo ultrasónico circulante (NP8000, obtenida de Guangzhou Newpower Ultrasonic Electronic Equipment Co., Ltd., China) a 0 °C durante 4 horas, en lugar de una mezcladora planetaria a 10 °C durante 3,2 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.060  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 6 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 3,7 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 6,5 metros/minuto y a aproximadamente 42 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,95  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 6 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 6.

### Ejemplo 7

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una primera suspensión dispersando 0,3 kg de negro de carbono y 0,3 kg de LA132 en 4,5 l de agua desionizada mientras se agitaba con una mezcladora planetaria de 10 l, seguido del enfriamiento de la mezcla a 10 °C. Después de la adición, la primera suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 30 minutos a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm.

Se preparó una segunda suspensión dispersando 6,9 kg de  $\text{Li}_{1,0}\text{Ni}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$  (NMC622) (obtenido de Hunan Rui Xiang New Material Co., Ltd., Changsha, China) en la primera suspensión a 10 °C. Después de eso, se añaden 3 l de agua desionizada a la segunda suspensión para ajustar su contenido de sólidos. Después de ajustar el contenido de sólidos, la segunda suspensión se desgasificó a una presión de 1.000 Pa durante 4 minutos. Después, la segunda suspensión se agitó adicionalmente durante aproximadamente 4 horas a 10 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 40 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 2.500 rpm. Se preparó una formulación de suspensión de cátodo de 46 % en peso de NMC622, 2 % en peso de negro de carbono, 2 % en peso de LA132 y 50 % en peso de agua desionizada. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.110  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 7 se muestra en

la Tabla 1 a continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 4 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 6 metros/minuto y a aproximadamente 45 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,85  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 7 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 7.

### **Ejemplo 8\* - fuera de la invención.**

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 7, excepto que se utilizó un material activo de cátodo de núcleo-cubierta (CS LNMgO) en lugar de NMC622 como material activo de cátodo. El núcleo del material activo de cátodo de núcleo-cubierta era  $\text{Li}_{1,01}\text{Ni}_{0,96}\text{Mg}_{0,04}\text{O}_2$  (LNMgO) y se preparó mediante una reacción en estado sólido en la que MgO y  $\text{NiO}_x$  ( $x = 1$  a 2) se mezclaron con LiOH seguido de calcinación a 850 °C. La cubierta del material activo de cátodo de núcleo-cubierta era  $\text{Li}_{0,95}\text{Co}_{1,1}\text{O}_2$  y se preparó formando un precipitado de  $\text{Co}(\text{OH})_2$  sobre la superficie del núcleo para formar un precursor, mezclando el precursor con  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (obtenido de Tianqi Lithium, Shenzhen, China) para obtener una mezcla, y calcinando la mezcla a 800 °C. El producto calcinado se trituroó en un molino de chorro (LNJ-6A, obtenido de Mianyang Liuneng Powder Equipment Co., Ltd., Sichuan, China) durante aproximadamente 1 hora, seguido de hacer pasar el producto triturado a través de un tamiz de malla 270 para obtener un material activo de cátodo que tiene un tamaño de partícula D50 de aproximadamente 33  $\mu\text{m}$ . El contenido de cobalto en el material activo de cátodo de núcleo-cubierta disminuía gradualmente desde la superficie externa de la cubierta hasta el núcleo interno. El espesor de la cubierta era de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.650 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo 8 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 4 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 6 metros/minuto y a aproximadamente 45 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,78  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo 8 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 8.

### **Ejemplo Comparativo 1**

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la primera suspensión se preparó a 25 °C en lugar de a 15 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una celda de flujo ultrasónico circulante a 25 °C durante 5 horas, en lugar de en una mezcladora planetaria a 15 °C durante 2 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.450 mPa s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 60 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 1 se muestra en la Tabla 1 a

continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 60 °C de temperatura para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,96  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 1 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 9.

### **Ejemplo Comparativo 2**

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la primera suspensión se preparó a 40 °C en lugar de a 15 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una mezcladora planetaria a 40 °C durante 6 horas en lugar de a 15 °C durante 2 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.670  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 60 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 2 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 70 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,86  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 2 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 10.

### **Ejemplo Comparativo 3**

#### A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 4, excepto que la primera suspensión se preparó a 25 °C en lugar de a 15 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una mezcladora planetaria a 25 °C durante 5 horas en lugar de a 15 °C durante 2,5 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 3.050  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 55 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 3 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 55 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 3,05  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

B) Preparación del electrodo negativo

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

5 C) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 3 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 11.

10

**Ejemplo Comparativo 4**A) Preparación del electrodo positivo

15 Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 4, excepto que la primera suspensión se preparó a 40 °C en lugar de a 15 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una mezcladora planetaria a 40 °C durante 10 horas en lugar de a 15 °C durante 2,5 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 1.940 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 55 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 4 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

20

Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 65 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,86 g/cm<sup>3</sup>.

25

B) Preparación del electrodo negativo

30

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

C) Montaje de una celda tipo bolsa

35 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 4 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 12.

**Ejemplo Comparativo 5**

40

A) Preparación del electrodo positivo

45 Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la primera suspensión se preparó a 15 °C en lugar de a 10 °C; el contenido de sólidos de la segunda suspensión se ajustó añadiendo una mezcla de agua desionizada y etanol en una relación en peso de 2:1 en lugar de agua desionizada sola; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una mezcladora planetaria a 15 °C durante 3 horas en lugar de a 10 °C durante 2,5 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.630 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 5 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

50

Poco después de la preparación, la suspensión homogeneizada se recubrió sobre ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 80 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 3,11 g/cm<sup>3</sup>.

55

B) Preparación del electrodo negativo

60

Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

C) Montaje de una celda tipo bolsa

65 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 5 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de

rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 13.

### Ejemplo Comparativo 6

#### 5 A) Preparación del electrodo positivo

Se preparó una suspensión de electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo 5, excepto que la primera suspensión se preparó a 15 °C en lugar de a 10 °C; el contenido de sólidos de la segunda suspensión se ajustó añadiendo una mezcla de agua desionizada e isopropanol en una relación en peso de 2:1 en lugar de agua desionizada sola; y la segunda suspensión se homogeneizó mediante una mezcladora planetaria a 15 °C durante 2 horas en lugar de a 10 °C durante 3,2 horas. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.770 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 6 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

15 Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio que tenía un espesor de 20 µm usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38 mg/cm<sup>2</sup>. Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 15 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 20 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 40 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 3,29 g/cm<sup>3</sup>.

#### B) Preparación del electrodo negativo

25 Se preparó una suspensión de electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo 2.

#### C) Montaje de una celda tipo bolsa

30 Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 6 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 14.

### Ejemplo Comparativo 7

#### 35 A) Preparación de una solución aglutinante

Se preparó una solución aglutinante mezclando metilcelulosa (MC) (n.º M0512, obtenido de Sigma-Aldrich, EE. UU.), poliacrilato de sodio (SPA) (432784, obtenido de Sigma-Aldrich, EE. UU.) y caucho de estireno-butadieno (SBR) (AL-2001, obtenido de NIPPON A&L INC., Japón) en una relación en peso de 5:2:3 en agua usando una mezcladora de agitación planetaria. La solución aglutinante y el agua estaban en una relación en peso de 10:7. La velocidad de la paleta planetaria era de 40 rpm y la velocidad de la paleta de dispersión era de 1.000 rpm.

#### B) Preparación de una solución de gel conductor

45 Se preparó una solución de gel conductor dispersando nanotubos de carbono (obtenidos de Shenzhen Nanotech Port Co. Ltd, China) y SuperP (obtenido de Timcal Ltd, Bodio, Suiza) en la solución aglutinante agitada por una mezcladora de agitación planetaria a una velocidad de la paleta planetaria de 30 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 1.800 rpm. La solución de gel conductor se molió en un molino de bolas (MSK-SFM-1, obtenido de Shenzhen Kejing Star Technology Ltd., China) a 200 revoluciones por minuto hasta que el material molido tuviera una finura de 5 µm.

#### C) Preparación de una suspensión de cátodo

55 El material activo de cátodo NMC811, el agua y la solución de gel conductor molido se mezclaron mediante una mezcladora de agitación planetaria a 25 °C a una velocidad de la paleta planetaria de 50 rpm y una velocidad de la paleta de dispersión de 1.800 rpm, hasta que el material molido tuviera una finura de 20 µm para obtener una mezcla. La mezcla se desgasificó a una presión de 15 kPa durante 4 minutos. Se obtuvo una suspensión de cátodo agitando la mezcla durante 20 minutos. La suspensión de cátodo comprendía 30 % de NMC811, 12 % de nanotubos de carbono, 6 % de Super-P, 5 % de material aglutinante a base de agua y 47 % de agua desionizada en peso, basado en el peso total de la suspensión de cátodo. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 1.560 mPa·s. El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 55 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 7 se muestra en la Tabla 1 a continuación.

#### D) Preparación de un electrodo de cátodo

65 Poco después de la preparación, la suspensión de cátodo se recubrió en ambos lados de una lámina de aluminio

que tenía un espesor de 20  $\mu\text{m}$  usando un recubridor de transferencia con una densidad de área de aproximadamente 38  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . Las películas recubiertas sobre el papel de aluminio se secaron durante 5 minutos mediante un horno de secado por aire caliente con transportador de 24 metros de largo, como un submódulo del recubridor de transferencia, que funcionaba a una velocidad del transportador de aproximadamente 4,8 metros/minuto y a aproximadamente 70 °C para obtener un electrodo positivo. Luego se comprimió el electrodo para aumentar la densidad del recubrimiento y la densidad era de 2,92  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### E) Montaje de una celda tipo bolsa

Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 7 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 15.

#### **Ejemplo Comparativo 8**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 7, excepto que se usó NCA, en lugar de NMC811, como un material activo de cátodo. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 1.375  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 55 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 8 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 8 y se muestra en la Tabla 2 a continuación. El resultado del ensayo de rendimiento de ciclabilidad se muestra en la Figura 16.

#### **Ejemplo Comparativo 9**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la primera suspensión se preparó a 25 °C en lugar de a 10 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó a 25 °C en lugar de a 10 °C. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 1.940  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 9 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 9 y se muestra en la Tabla 2 a continuación.

#### **Ejemplo Comparativo 10**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 5, excepto que la primera suspensión se preparó a 25 °C en lugar de a 10 °C; y la segunda suspensión se homogeneizó a 25 °C en lugar de a 10 °C. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.150  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 10 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 10 y se muestra en la Tabla 2 a continuación.

#### **Ejemplo Comparativo 11**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la segunda suspensión se homogeneizó durante 8 horas en lugar de 2,5 horas. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 1.830  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 11 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 11 y se muestra en la Tabla 2 a continuación.

#### **Ejemplo Comparativo 12**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la película recubierta sobre el colector de corriente se secó a 80 °C en lugar de a 37 °C. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.570  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 12 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 12 y se muestra en la Tabla 2 a continuación.

#### **Ejemplo Comparativo 13**

Se preparó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la película recubierta sobre el colector de corriente se secó durante 10 minutos en lugar de 4,2 minutos. Se montó una celda tipo bolsa de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad de la suspensión de cátodo a 25 °C era de 2.610  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ . El contenido de sólidos de la suspensión de cátodo era del 50 % en peso. La formulación del Ejemplo Comparativo 13 se muestra en la Tabla 1 a continuación. Se midió el rendimiento electroquímico de la celda tipo bolsa del Ejemplo Comparativo 13 y se muestra en la Tabla 2 a continuación.



Tabla 1

Cátodo activo	Homogeneización de la segunda suspensión		Secado de la película recubierta sobre el colector de corriente		Aglutinante del cátodo	Disolvente	pH de la suspensión de cátodo	
	Temp. (°C)	Tiempo (h)	Temp. (°C)	Tiempo (min)			Al comienzo de la homogeneización	Al final de la homogeneización
Ejemplo 1	15	2	40	3,5	LA 132	agua	9,7	11,5
Ejemplo 2	10	2,5	37	4,2	LA 132	agua	10,3	11,4
Ejemplo 3	0	3,5	45	3,2	LA 132	agua + etanol	10,0	11,2
Ejemplo 4	15	2,5	35	4,5	LA 132	agua	10,2	11,6
Ejemplo 5	10	3,2	50	3,1	LA 132	agua	9,5	11,5
Ejemplo 6	0	4	42	3,7	LA 132	agua + IPA	9,9	11,1
Ejemplo 7	10	4	45	4	LA 132	agua	9,1	11,5
Ejemplo 8*	10	4	45	4	LA 132	agua	8,9	11,0
Ejemplo Comparativo 1	25	5	60	5	LA 132	agua	9,4	12,3
Ejemplo Comparativo 2	40	6	70	5	LA 132	agua	9,6	12,6
Ejemplo Comparativo 3	25	5	55	5	LA 132	agua	10,4	12,4
Ejemplo Comparativo 4	40	10	65	5	LA 132	agua	9,6	12,7
Ejemplo Comparativo 5	15	3	80	5	LA 132	agua + etanol	10,3	11,8
Ejemplo Comparativo 6	15	2	40	15	LA 132	agua + IPA	9,6	11,7

(continuación)

Ejemplo Comparativo	Cátodo activo material	Homogeneización de la segunda suspensión		Temp. (°C)	Tiempo (h)	Secado de la película recubierta sobre el colector de corriente		Temp. (°C)	Tiempo (min)	Aglutinante del cátodo	Disolvente	pH de la suspensión de cátodo	
		Temp. (°C)	Tiempo (h)			Al comienzo de la homogeneización	Al final de la homogeneización						
Ejemplo Comparativo 7	NMC811	25	1/3	70	5	MC+SBR+SPA	agua	9,0	10,9				
Ejemplo Comparativo 8	NCA	25	1/3	70	5	MC SBR + SPA	agua	8,7	10,8				
Ejemplo Comparativo 9	NMC811	25	2,5	37	4,2	LA132	agua	10,7	12,1				
Ejemplo Comparativo 10	NCA	25	3,2	50	3,1	LA132	agua	9,8	12,0				
Ejemplo Comparativo 11	NMC811	10	8	37	4,2	LA132	agua	11,0	12,0				
Ejemplo Comparativo 12	NMC811	10	2,5	80	4,2	LA132	agua	10,1	11,4				
Ejemplo Comparativo 13	NMC811	10	2,5	37	10	LA132	agua	10,6	11,5				

## ES 2 788 425 T3

La batería se ensayó galvanostáticamente a una densidad de corriente de C/2 a 25 °C en un equipo de ensayo de baterías (BTS-5V20A, obtenido de Neware Electronics Co. Ltd, China) entre 3,0 V y 4,2 V. Las capacidades nominales de las celdas tipo bolsa de los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos Comparativos 1-13 se muestran en la Tabla 2 a continuación.

5 El rendimiento de ciclabilidad de las celdas tipo bolsa de los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos Comparativos 1-13 se ensayó cargando y descargando a una velocidad de corriente constante de 1C entre 3,0 V y 4,2 V a aproximadamente 60 °C en una cámara calentada (T-HWS -150U, Dongguan TIANYI Instrument Co. Ltd., China).  
 10 Los resultados del ensayo de rendimiento de ciclabilidad de las celdas tipo bolsa se muestran en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2

	Valores medidos			Valores estimados por extrapolación
	Capacidad nominal (Ah)	N.º de ciclo	Retención de capacidad (%)	Ciclo de vida de la celda tipo bolsa con 80 % de retención de capacidad
Ejemplo 1	9,68	355	85,2	480
Ejemplo 2	10,34	479	82,4	544
Ejemplo 3	9,84	491	80,6	506
Ejemplo 4	9,5	437	83,1	517
Ejemplo 5	10,31	398	83,7	488
Ejemplo 6	9,85	469	80,9	491
Ejemplo 7	9,22	336	83,3	402
Ejemplo 8*	9,05	393	81,7	430
Ejemplo Comparativo 1	9,64	166	81,1	176
Ejemplo Comparativo 2	10,5	137	81,6	149
Ejemplo Comparativo 3	10,08	217	85,5	299
Ejemplo Comparativo 4	10,48	186	86,4	274
Ejemplo Comparativo 5	9,86	176	84,9	233
Ejemplo Comparativo 6	9,72	203	87,0	312
Ejemplo Comparativo 7	9,97	112	80,8	117
Ejemplo Comparativo 8	9,74	96	78,4	89
Ejemplo Comparativo 9	9,98	324	83,0	381
Ejemplo Comparativo 10	10,31	326	84,2	413
Ejemplo Comparativo 11	9,55	361	81,3	386

(continuación)

	Valores medidos			Valores estimados por extrapolación
	Capacidad nominal (Ah)	N.º de ciclo	Retención de capacidad (%)	Ciclo de vida de la celda tipo bolsa con 80 % de retención de capacidad
Ejemplo Comparativo 12	9,86	255	84,9	338
Ejemplo Comparativo 13	10,38	398	82,7	460

Las celdas tipo bolsa de los Ejemplos 1-8 mostraron una ciclabilidad excelente en condiciones de alta temperatura. Las baterías preparadas por el método divulgado en el presente documento muestran un rendimiento mejorado, especialmente en el caso de los materiales activos de cátodo con alto contenido de níquel.

5 Las celdas tipo bolsa del Ejemplo 2 y el Ejemplo Comparativo 2 se desmontaron después de 200 y 137 ciclos de carga/descarga, respectivamente. Se examinaron los colectores de corriente de aluminio de cada celda. En las Figuras 17 y 18 se muestran las imágenes de la superficie del colector de corriente de aluminio del Ejemplo 2 y el Ejemplo Comparativo 2, respectivamente. El colector de corriente de aluminio del Ejemplo 2 tiene una superficie lisa, mientras que el del Ejemplo Comparativo 2 tiene una superficie rugosa con poros, debido a la corrosión. Durante el recubrimiento y secado, el aluminio metálico en el colector de corriente catódica puede disolverse y contaminar la capa del electrodo de cátodo. La presente invención puede prevenir la corrosión del colector de corriente de aluminio.

10 15 Las celdas tipo bolsa de los Ejemplos 1-8 y los Ejemplos Comparativos 1-13 se cargaron completamente y se almacenaron durante 2 semanas a 60 °C. Después de 2 semanas, las células se retiraron de la cámara a 60 °C y se analizaron a 25 °C. Las células se descargaron a 1 °C, durante la descarga se midió la capacidad restante. Los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación.

20

Retención de capacidad (%) después del almacenamiento durante 2 semanas a 60 °C	
Ejemplo 1	63
Ejemplo 2	69
Ejemplo 3	71
Ejemplo 4	67
Ejemplo 5	76
Ejemplo 6	62
Ejemplo 7	72
Ejemplo 8*	78
Ejemplo Comparativo 1	51
Ejemplo Comparativo 2	42
Ejemplo Comparativo 3	57
Ejemplo Comparativo 4	46
Ejemplo Comparativo 5	39
Ejemplo Comparativo 6	47
Ejemplo Comparativo 7	37
Ejemplo Comparativo 8	32
Ejemplo Comparativo 9	63
Ejemplo Comparativo 10	61

(continuación)

Retención de capacidad (%) después del almacenamiento durante 2 semanas a 60 °C	
Ejemplo Comparativo 11	66
Ejemplo Comparativo 12	55
Ejemplo Comparativo 13	59

5 Aunque la invención se ha descrito con respecto a un número limitado de realizaciones, las características específicas de una realización no deben atribuirse a otras realizaciones de la invención. En algunas realizaciones, los métodos pueden incluir numerosas etapas no mencionadas en el presente documento. En otras realizaciones, los métodos no incluyen, o están sustancialmente exentos de, cualquier etapa no enumerada en el presente documento. Existen variaciones y modificaciones de las realizaciones descritas. Las reivindicaciones adjuntas pretenden cubrir todas esas modificaciones y variaciones que caen dentro del alcance de la invención.

## REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de un cátodo para una batería secundaria, que comprende las etapas de:

- 5 1) dispersar un material aglutinante y un agente conductor en un disolvente acuoso para formar una primera suspensión;  
 2) enfriar la primera suspensión a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 15 °C;  
 3) añadir un material activo de cátodo a la primera suspensión para formar una segunda suspensión;  
 10 4) homogeneizar la segunda suspensión mediante un homogeneizador a una temperatura de aproximadamente -5 °C a aproximadamente 15 °C para obtener una suspensión homogeneizada;  
 5) aplicar la suspensión homogeneizada sobre un colector de corriente para formar una película recubierta sobre el colector de corriente; y  
 6) secar la película recubierta sobre el colector de corriente a una temperatura de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 65 °C para formar el cátodo,

15 en donde el disolvente acuoso es agua y en donde el pH de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 7 a aproximadamente 11,6 y en donde el tiempo de procesamiento total para las etapas 5) y 6) es inferior a 5 minutos; y

20 en donde el material activo de cátodo comprende un óxido de metal de transición de litio que contiene níquel seleccionado del grupo que consiste en  $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Mn}_{0,15}\text{Co}_{0,15}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,92}\text{Mn}_{0,04}\text{Co}_{0,04}\text{O}_2$ ,  $\text{LiNi}_{0,8}\text{Co}_{0,15}\text{Al}_{0,05}\text{O}_2$  y combinaciones de los mismos.

25 2. El método de la reivindicación 1, en donde el material aglutinante se selecciona del grupo que consiste en caucho de estireno-butadieno, carboximetilcelulosa, fluoruro de polivinilideno, copolímero de acrilonitrilo, ácido poliacrílico, poliacrilonitrilo, poli(fluoruro de vinilideno)-hexafluoropropeno, látex, una sal de ácido algínico y combinaciones de los mismos.

30 3. El método de la reivindicación 2, en donde la sal de ácido algínico comprende un catión seleccionado de Na, Li, K, Ca,  $\text{NH}_4$ , Mg, Al o una combinación de los mismos.

35 4. El método de la reivindicación 1, en donde el agente conductor se selecciona del grupo que consiste en carbono, negro de carbono, grafito, grafito expandido, grafeno, nanoplaquitas de grafeno, fibras de carbono, nanofibras de carbono, escamas de carbono grafitizado, tubos de carbono, nanotubos de carbono, carbono activado, carbono mesoporoso y combinaciones de los mismos.

5. El método de la reivindicación 1, en donde el disolvente acuoso comprende además etanol, isopropanol, metanol, acetona, n-propanol, t-butanol, n-butanol, dimetil cetona, metil etil cetona, acetato de etilo, acetato de isopropilo, acetato de propilo y combinaciones de los mismos.

40 6. El método de la reivindicación 1, en donde el material activo de cátodo comprende o es un compuesto de núcleo-cubierta que tiene una estructura de núcleo y cubierta, en donde el núcleo y la cubierta comprenden el óxido de metal de transición de litio que contiene níquel y, cada uno del núcleo y de la cubierta comprende, independientemente, un óxido de metal de transición de litio seleccionado del grupo que consiste en  $\text{Li}_{1+x}\text{Ni}_a\text{Mn}_b\text{Co}_c\text{Al}_{(1-a-b-c)}\text{O}_2$ ,  $\text{LiCoO}_2$ ,  $\text{LiNiO}_2$ ,  $\text{LiMnO}_2$ ,  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{MnO}_3$ ,  $\text{LiCrO}_2$ ,  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ ,  $\text{LiV}_2\text{O}_5$ ,  $\text{LiTiS}_2$ ,  $\text{LiMoS}_2$  y combinaciones de los mismos; en donde  $-0,2 \leq x \leq 0,2$ ,  $0 \leq a < 1$ ,  $0 \leq b < 1$ ,  $0 \leq c < 1$  y  $a+b+c \leq 1$ .

50 7. El método de la reivindicación 1, en donde la segunda suspensión se homogeneiza mediante una mezcladora de agitación planetaria, una mezcladora agitadora, un equipo de mezclado o un equipo de ultrasonidos y en donde la desgasificación se realiza al vacío a una presión de aproximadamente 0,5 kPa a aproximadamente 10 kPa durante un periodo de tiempo de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 5 minutos.

8. El método de la reivindicación 1, en donde la segunda suspensión se homogeneiza durante aproximadamente 0,5 horas a aproximadamente 8 horas.

55 9. El método de la reivindicación 1, en donde la segunda suspensión se homogeneiza durante un periodo de tiempo inferior a 8 horas.

10. El método de la reivindicación 1, en donde la viscosidad de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente 1.000 mPa s a aproximadamente 6.000 mPa s.

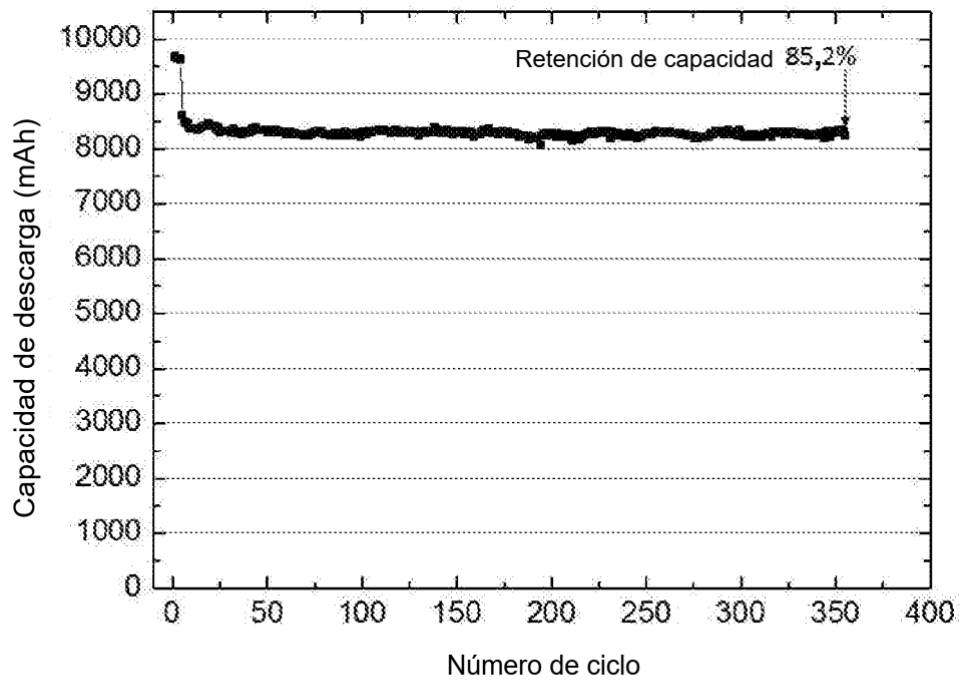
60 11. El método de la reivindicación 1, en donde el contenido de sólidos de la suspensión homogeneizada es de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 60 % en peso, basado en el peso total de la suspensión homogeneizada, en donde la suspensión homogeneizada se aplica sobre el colector de corriente usando un recubridor de rasqueta, un recubridor de ranura, un recubridor de transferencia o un recubridor de pulverización.

65 12. El método de la reivindicación 1, en donde el tiempo de procesamiento total para las etapas 3) - 6) es de

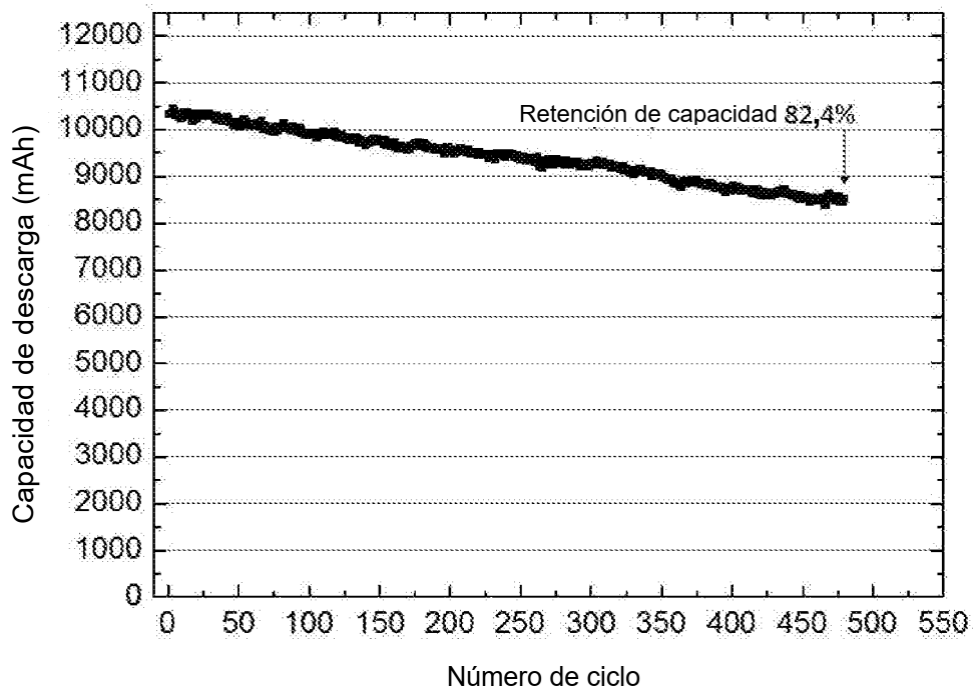
aproximadamente 2 horas a aproximadamente 8 horas.

13. El método de la reivindicación 1, en donde el tiempo de procesamiento total para las etapas 3) - 6) es inferior a 5 horas.

5

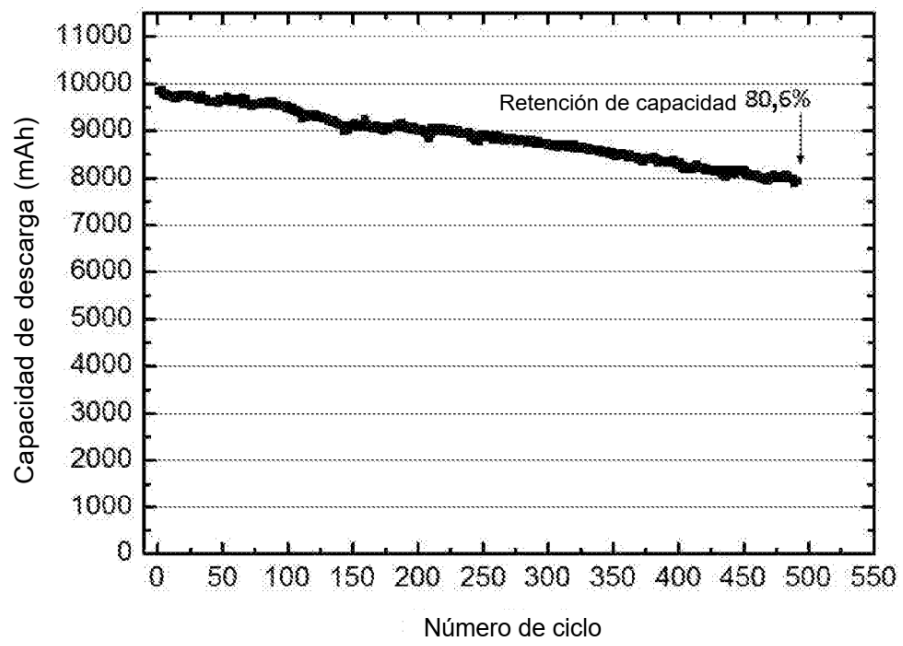


**Figura 1**

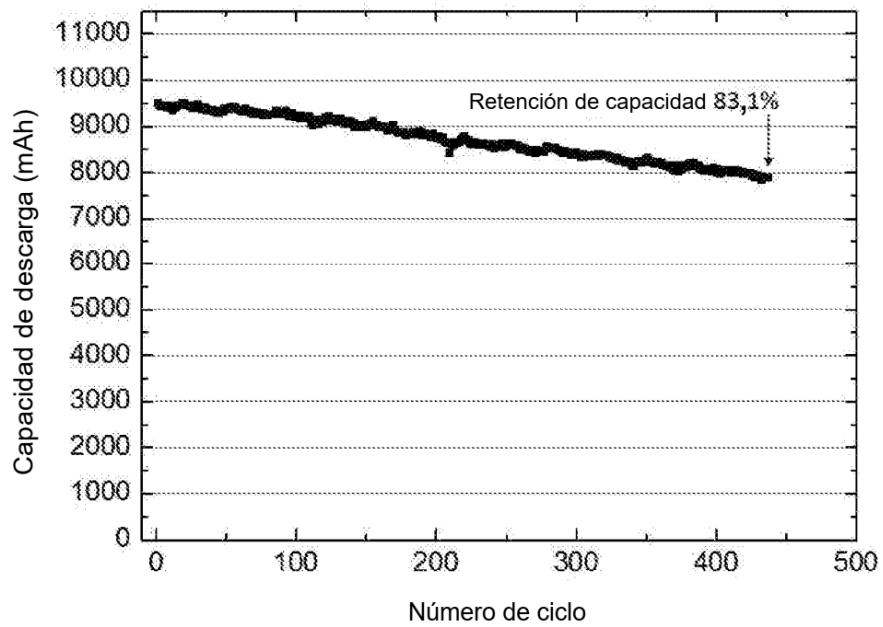


**Figura 2**

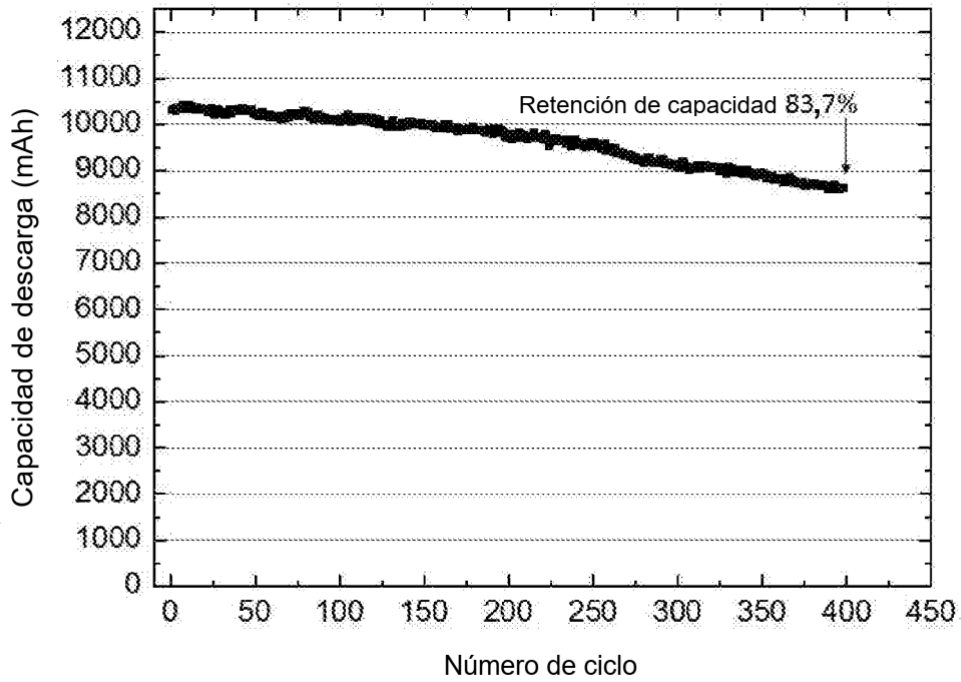




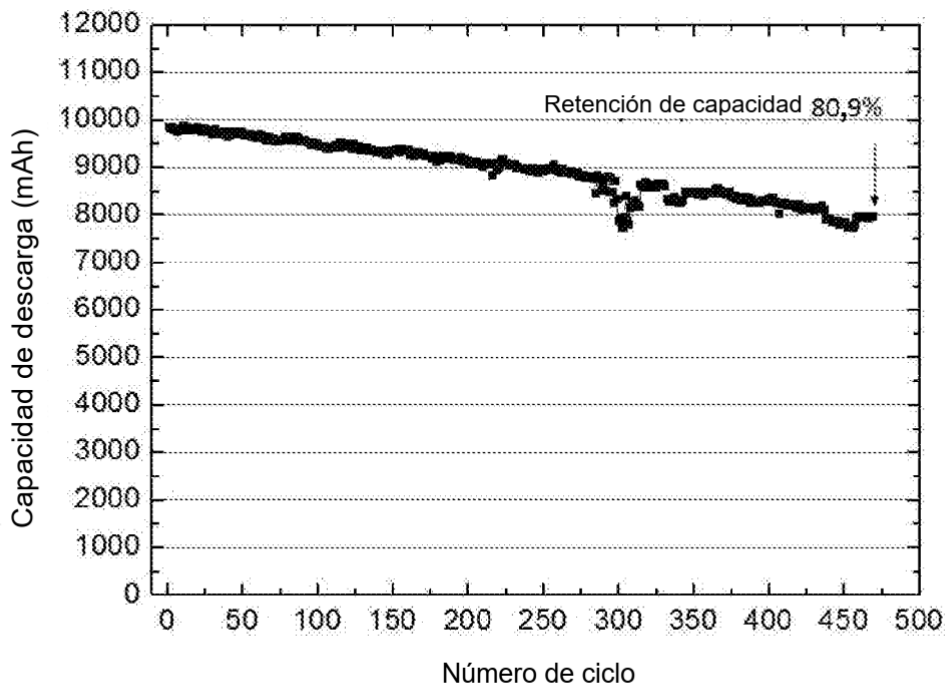
**Figura 3**



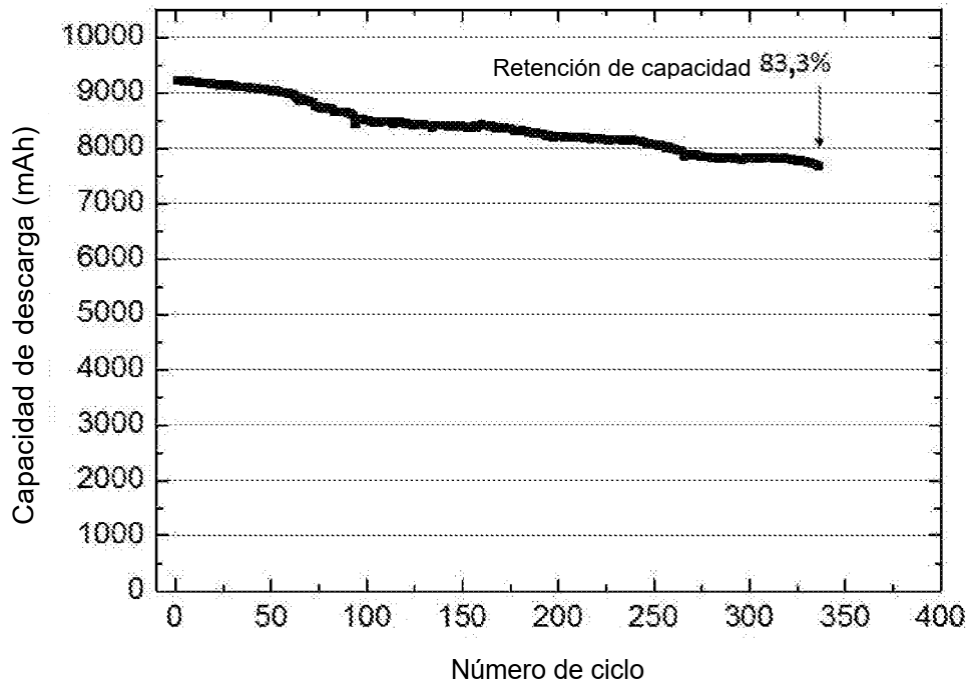
**Figura 4**



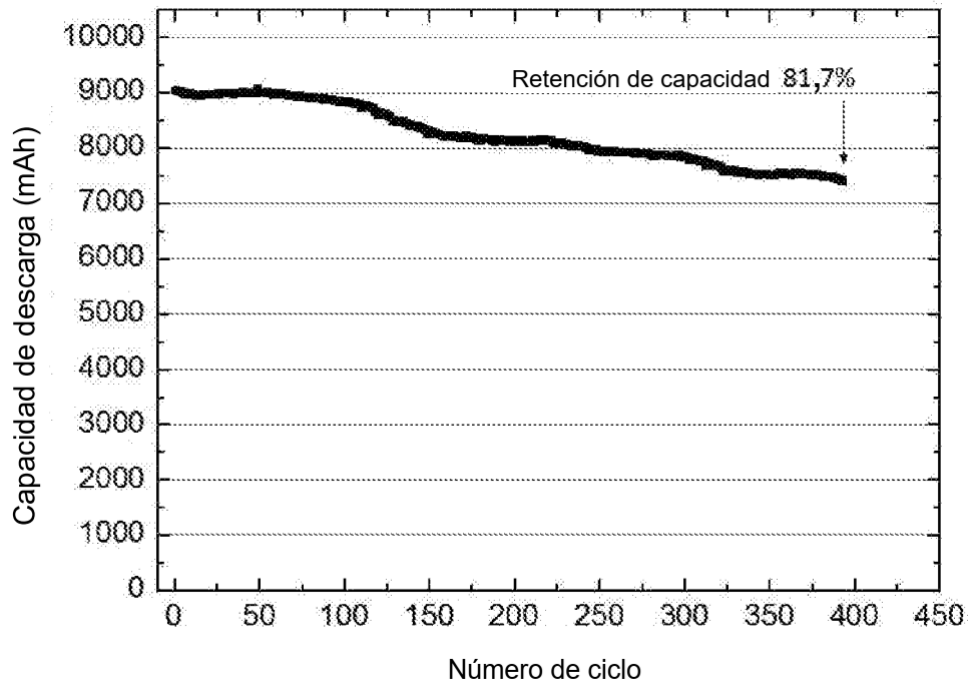
**Figura 5**



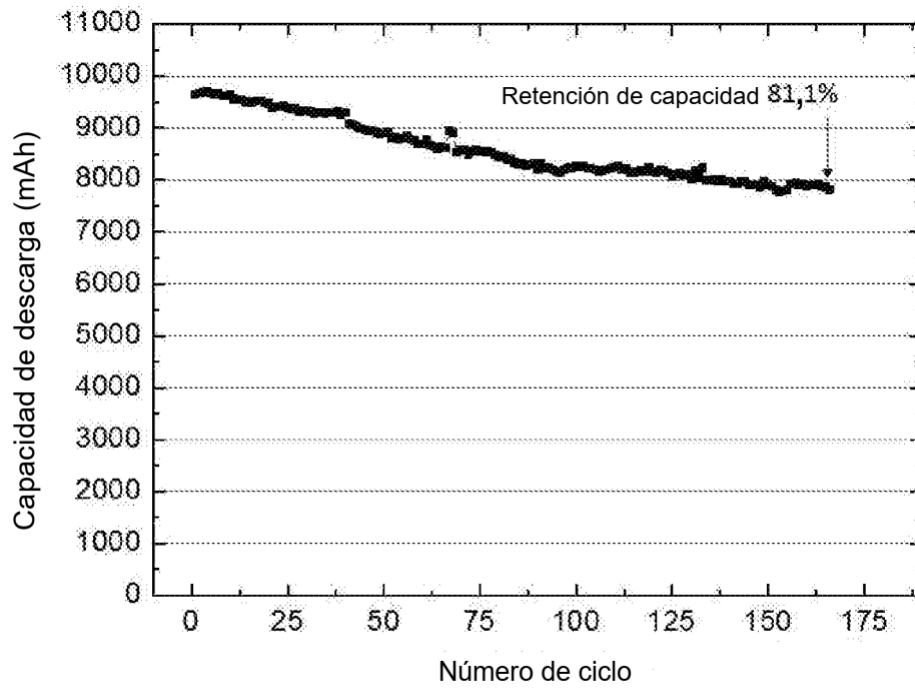
**Figura 6**



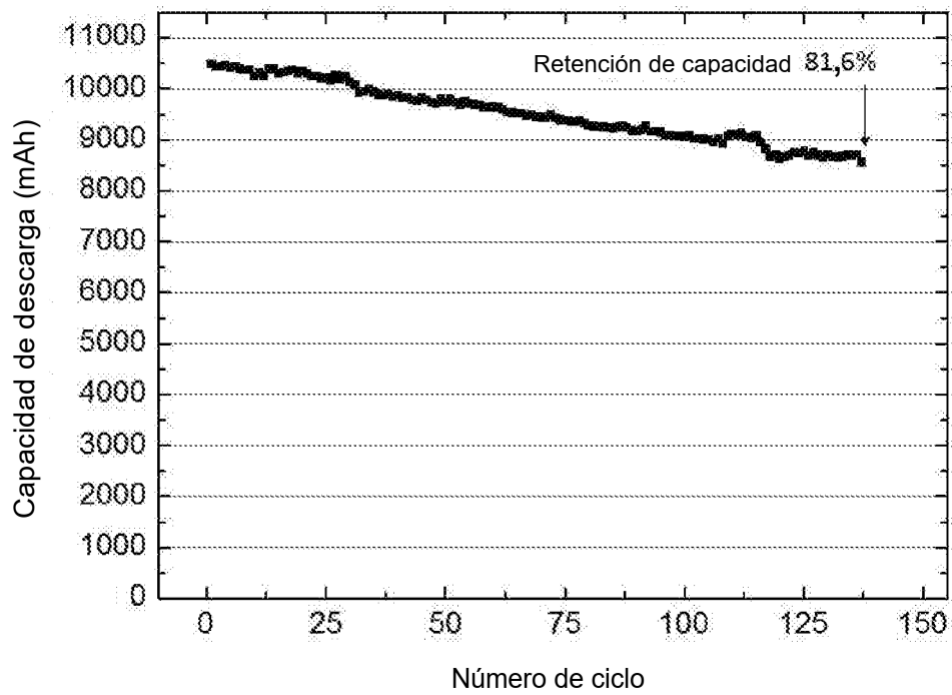
**Figura 7**



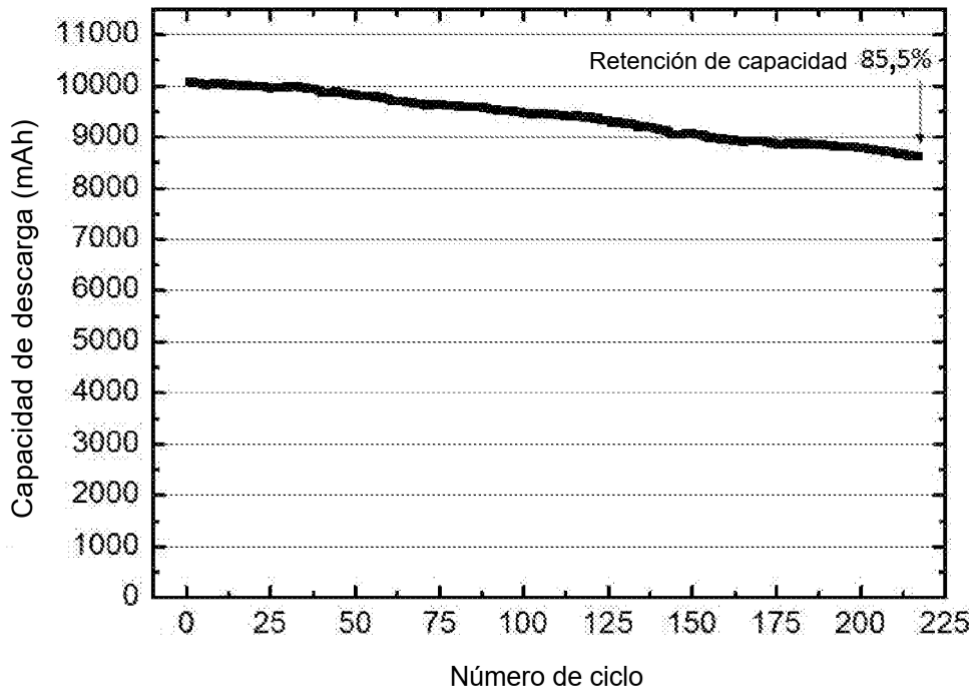
**Figura 8**



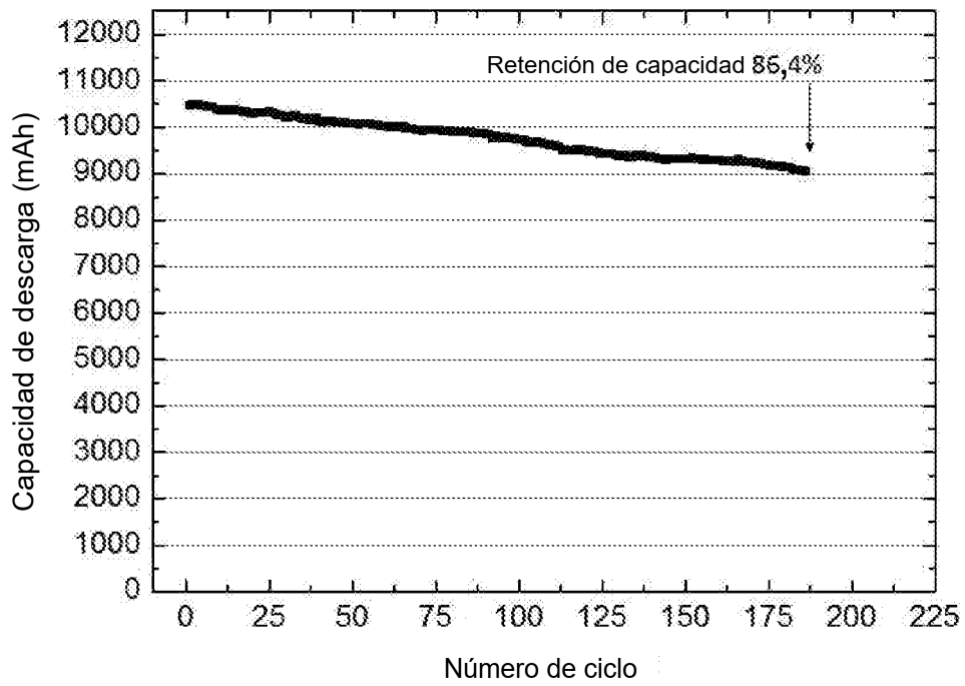
**Figura 9**



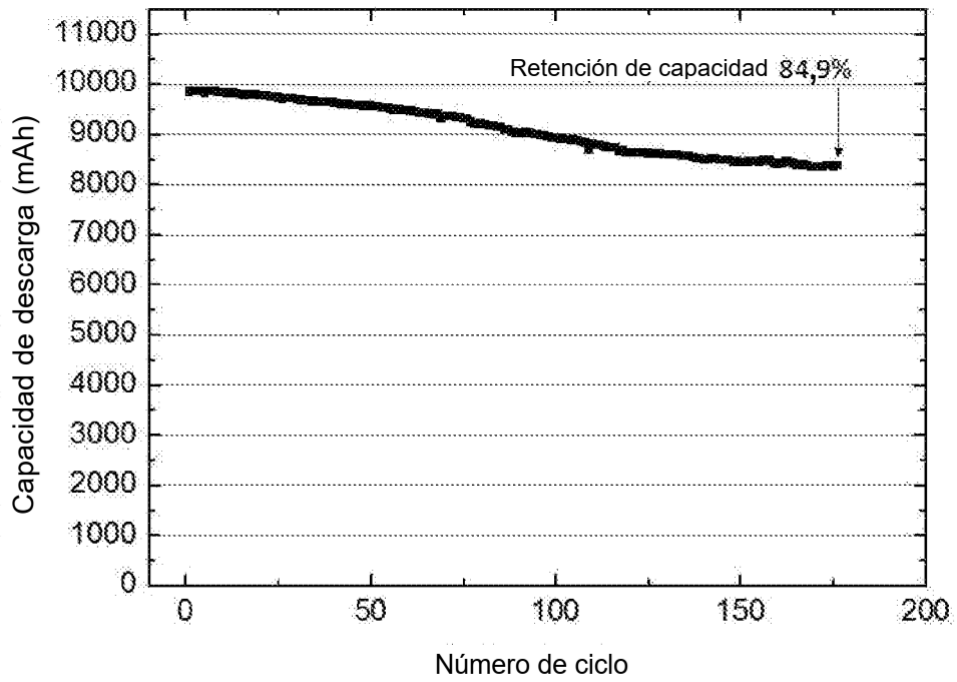
**Figura 10**



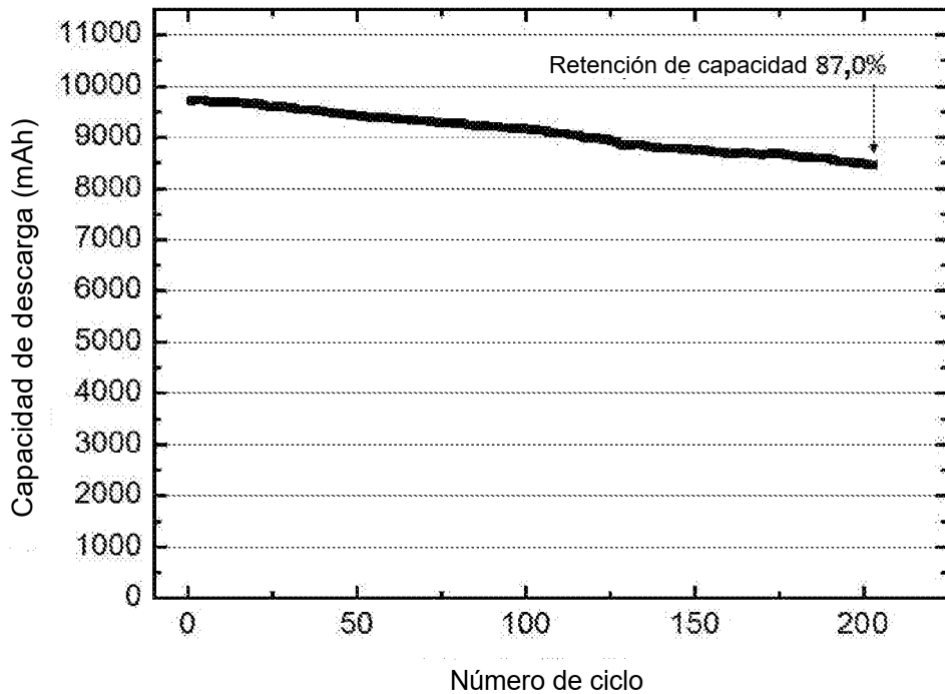
**Figura 11**



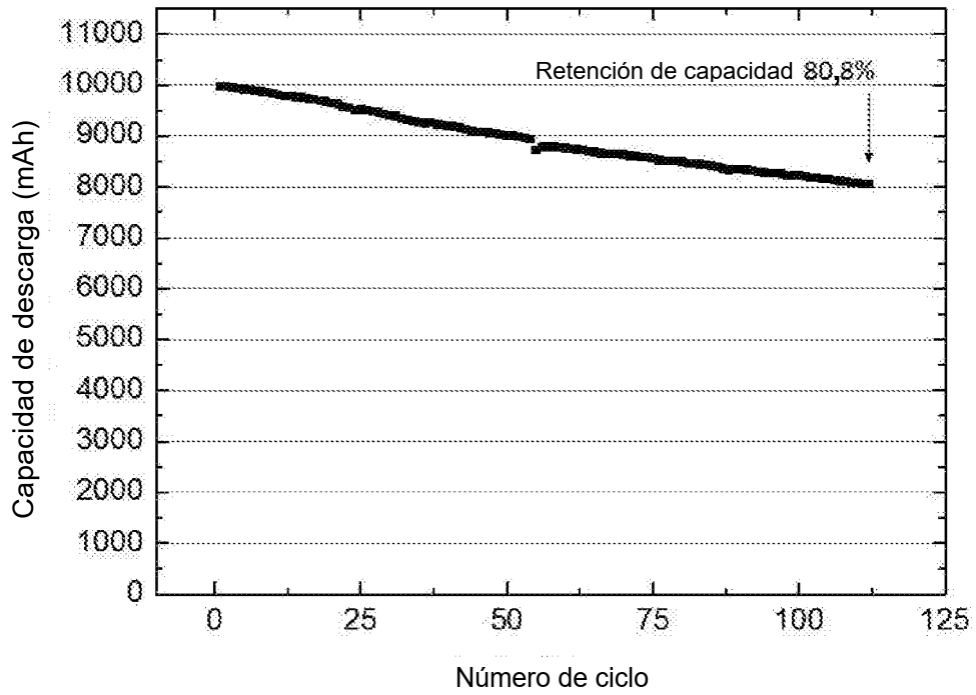
**Figura 12**



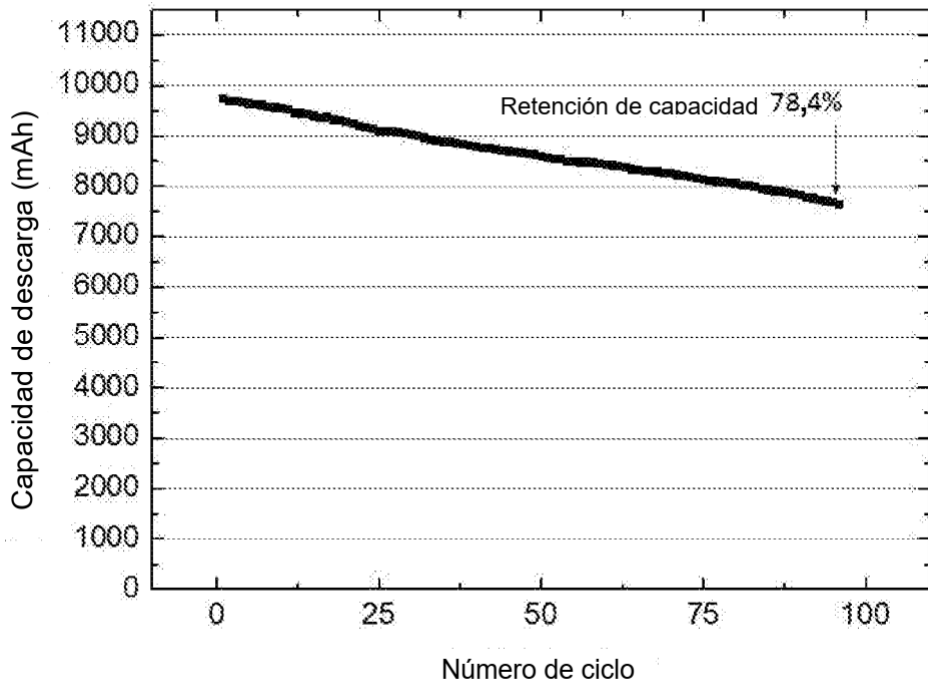
**Figura 13**



**Figura 14**



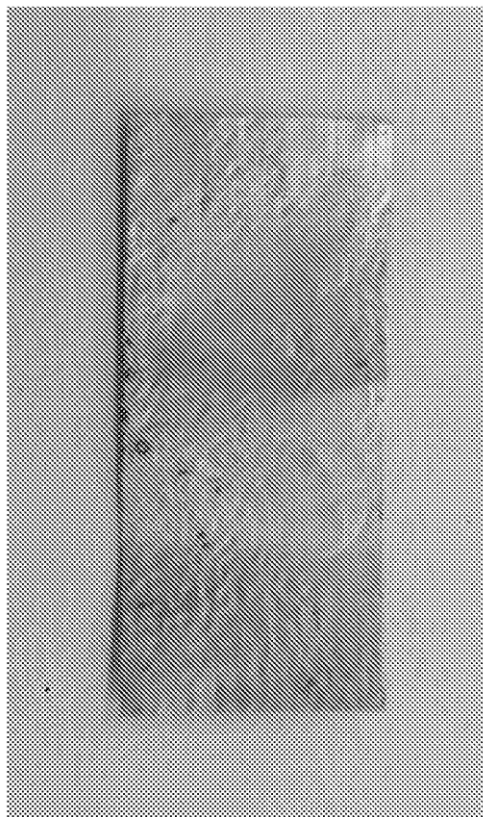
**Figura 15**



**Figura 16**



**Figura 17**



**Figura 18**