

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 994 580**

51 Int. Cl.:

G01N 27/416 (2006.01)

H01M 4/04 (2006.01)

H01M 4/62 (2006.01)

G01R 31/36 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.11.2020 PCT/KR2020/016370**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.06.2021 WO21118100**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.11.2020 E 20899245 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2024 EP 3988931**

54 Título: **Método y dispositivo para evaluar la dispersión del ligante en la capa de mezcla del electrodo**

30 Prioridad:

09.12.2019 KR 20190162497

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

28.01.2025

73 Titular/es:

**LG ENERGY SOLUTION, LTD. (100.00%)
Tower 1, 108, Yeoui-daero Yeongdeungpo-gu
Seoul 07335, KR**

72 Inventor/es:

PARK, JI HYE

74 Agente/Representante:

VEIGA SERRANO, Mikel

ES 2 994 580 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 y dispositivo para evaluar la dispersión del ligante en la capa de mezcla del electrodo

5 [Sector de la técnica]

La presente invención se refiere a un método y un aparato para evaluar la dispersabilidad en la dirección del espesor de un ligante en una capa de mezcla de electrodo.

10 Esta solicitud reivindica los derechos de prioridad sobre la base de la solicitud de patente coreana n.º 10-2019-0162497, presentada el 9 de diciembre de 2019.

[Estado de la técnica]

15 A medida que se desarrollan tecnologías para dispositivos móviles y aumenta su demanda, se ha producido un rápido aumento de la demanda de baterías secundarias como fuentes de energía. Entre dichas baterías secundarias, las baterías secundarias de litio, que presentan una elevada densidad energética y un gran potencial operativo, un ciclo de vida largo y una baja tasa de autodescarga, se han comercializado y utilizado ampliamente.

20 En los últimos años, ha crecido el interés por las cuestiones medioambientales y, como resultado, recientemente, los vehículos eléctricos (VE) y los vehículos eléctricos híbridos (VEH), que pueden sustituir a los vehículos que funcionan con combustibles fósiles, tales como los vehículos de gasolina y los vehículos diésel, y similares, son objeto de un amplio estudio. Las baterías secundarias de litio que tienen una alta densidad energética, alto voltaje de descarga y estabilidad de salida se estudian principalmente y se usan como fuente de energía para vehículos eléctricos (VE) y vehículos eléctricos híbridos (VEH).

25 En general, dicha batería secundaria de litio se fabrica por integración de un conjunto de electrodos que incluye un electrodo positivo, un electrodo negativo y un separador en una caja de batería en un estado impregnado con una solución electrolítica. El electrodo, tal como el electrodo positivo o el electrodo negativo, tiene una estructura en la que se forma una capa de mezcla de electrodo en una o ambas superficies de un colector de corriente. Para fabricar la capa de mezcla del electrodo, se prepara una lechada de electrodo que incluye un material activo, un material conductor y un ligante, y a continuación se aplica la lechada a un colector de corriente de electrodo, que a continuación se seca y se enrolla.

30 El rendimiento de la batería secundaria de litio se ve muy afectado por el electrodo fabricado. Por ejemplo, en el proceso de secado del electrodo, fluye un componente de la capa de mezcla, particularmente, un ligante. El flujo del ligante afecta a la unión interfacial entre el colector de corriente y la capa de mezcla, y modifica la conductividad en la capa de mezcla del electrodo. Por consiguiente, existe una gran necesidad de una tecnología capaz de analizar o evaluar eficazmente la dispersabilidad de un ligante en una capa de mezcla de electrodo.

35 El documento CN108519407 divulga un método para evaluar la dispersabilidad de una pasta conductora de una batería de iones de litio, método que comprende: medir el espesor de la capa de pasta conductora de la muestra problema, realizar una medición de la resistividad con cuatro sondas en diferentes puntos de la superficie de la capa y evaluar la dispersabilidad de la pasta conductora tomando como base los datos medidos.

40 [Objeto de la invención]

[Problema técnico]

45 La presente invención se inventó teniendo en cuenta los problemas anteriores, y la presente invención se refiere a un método y un aparato para evaluar la dispersabilidad en la dirección del espesor de un ligante en una capa de mezcla de electrodo mediante un método no destructivo.

[Solución técnica]

50 La presente invención se refiere a un método para evaluar la dispersabilidad de un ligante en la dirección del espesor en una capa de mezcla de electrodo. El método de acuerdo con la presente invención se define en la reivindicación 1.

55 De acuerdo con la invención reivindicada, la etapa de medición de la diferencia de potencial (V) incluye:

- 60 un proceso de cálculo de una diferencia de potencial (V_1) entre un punto de referencia (n_0) en la superficie de la capa de mezcla del electrodo y un primer punto (m) separado del punto de referencia (n_0); y
- un proceso de cálculo de una diferencia de potencial (V_k) entre el punto de referencia (n_0) y un punto k-ésimo (n_k) separado del punto de referencia (n_0) por otro intervalo, donde k es un número entero en un intervalo de entre 2 y
- 65 n.

En un ejemplo específico, en la etapa de medición de la diferencia de potencial V , los procesos de cálculo de cada diferencia de potencial se realizan de forma simultánea o secuencial.

5 De acuerdo con la invención reivindicada, la etapa de medición de la diferencia de potencial (V) incluye: un proceso de establecimiento de un punto de referencia arbitrario (n_0) en la superficie de la capa de mezcla del electrodo; un proceso de especificación de n puntos de medición de la diferencia de potencial separados del punto de referencia establecido (n_0) por una distancia diferente; y un proceso de medición de la diferencia de potencial (V) entre el punto de referencia (n_0) y cada punto de medición de voltaje en un estado en el que se aplica una corriente a la capa de mezcla del electrodo.

10 En un ejemplo específico, en la etapa de medición de la diferencia de potencial (V), el proceso de especificar los n puntos de medición de la diferencia de potencial incluye la designación de una región rectangular que se forma dentro de una región de medición de voltaje constante y en la que, en promedio, las sondas de voltaje p en dirección horizontal y las sondas de voltaje q en dirección vertical están dispuestas a intervalos regulares, en las que p y q son, cada una, 15 1 o más, pero el producto de p y q es un número entero igual a n .

En un ejemplo, en el método de acuerdo con la presente invención, se incluyen además al menos dos puntos de aplicación de corriente en un lado externo de los n puntos de medición de la diferencia de potencial.

20 De acuerdo con la invención reivindicada, en la etapa de cálculo de la diferencia de voltaje ΔV , la mayor diferencia de potencial entre las diferencias de potencial medidas se establece como el voltaje de referencia.

La presente invención proporciona un aparato para evaluar la dispersabilidad de un ligante en la dirección del espesor en la capa de mezcla del electrodo. El aparato es un aparato para realizar el método descrito anteriormente.

25 De acuerdo con la invención reivindicada, el aparato incluye una unidad de medición en la que se forman varias sondas en una superficie de medición en contacto con una capa de mezcla del electrodo que se va a medir.

30 En el presente documento, la unidad de medición incluye:

una sonda de tierra;
 n sondas de voltaje dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra, siendo n un número entero superior a 2; y
 35 sondas de corriente dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje, y
 la diferencia de potencial entre cada sonda de voltaje y la sonda de tierra se mide en un estado en el que la corriente se aplica a través de la sonda de corriente.

40 En un ejemplo específico, en promedio, las sondas de voltaje p en dirección horizontal y las sondas de voltaje q en dirección vertical están dispuestas en una región rectangular a intervalos regulares. En el presente documento, p y q son, cada uno, 1 o más, pero el producto de p y q es un número entero igual a n . Por ejemplo, p y q son, cada uno, un número entero de 3 a 8.

45 De acuerdo con la invención reivindicada, el aparato incluye además una unidad de procesamiento de datos configurada para establecer como voltaje de referencia una de las diferencias de potencial medidas desde una unidad de medición, calcular una diferencia de voltaje (ΔV) con respecto al voltaje de referencia, y evaluar la dispersabilidad en una dirección del espesor de un ligante en una capa de mezcla de electrodo comparando la diferencia de voltaje calculada (ΔV) con un valor de referencia preestablecido.

50 [Efectos ventajosos]

De acuerdo con el método y el aparato para evaluar la dispersabilidad del ligante en la capa de mezcla del electrodo de acuerdo con la presente invención, la dispersabilidad en la dirección del espesor del ligante en la capa de mezcla del electrodo puede evaluarse de forma no destructiva.

55 [Descripción de las figuras]

La FIG. 1 es un diagrama esquemático que muestra un proceso de realización de un método de evaluación de acuerdo con una realización de la presente invención.

60 La FIG. 2 es un diagrama esquemático que muestra una superficie de medición de un aparato de evaluación de acuerdo con otra realización de la presente invención.

Las FIGS. 3 y 6 son gráficos que muestran los resultados de la medición de una diferencia de potencial en cada sonda de voltaje en un estado en el que se aplica una corriente a una capa de mezcla de electrodo a través de una sonda de corriente, respectivamente, de acuerdo con un método de evaluación de acuerdo con una realización de la presente invención.

65 Las FIGS. 4 y 7 son gráficos que muestran el resultado de calcular una diferencia de voltaje (ΔV) a partir de un

voltaje de referencia para cada punto de acuerdo con un método de evaluación de acuerdo con una realización de la presente invención, respectivamente.

Las FIGS. 5, 8 y 9 son gráficos que muestran la dispersabilidad de un ligante con respecto a una superficie de corte después de cortar diagonalmente una capa de mezcla de electrodo, respectivamente.

5

[Descripción detallada de la invención]

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá en detalle con referencia a los dibujos. Los términos y palabras utilizados en la presente memoria descriptiva y las reivindicaciones no deben interpretarse como limitados a términos ordinarios o de diccionario, y el inventor puede definir adecuadamente el concepto de los términos para describir mejor su invención. Los términos y palabras deben interpretarse en un sentido y concepto coherentes con la idea técnica de la presente invención.

10

La presente invención proporciona un método para evaluar la dispersabilidad de un ligante en la dirección del espesor en la capa de mezcla del electrodo. El método de acuerdo con la presente invención incluye: una etapa de establecimiento de un punto de referencia arbitrario (n_0) en una superficie de una capa de mezcla de electrodo en un estado en el que se aplica corriente a la capa de mezcla del electrodo, y medir una diferencia de potencial (V) con cada punto de referencia (n_0) en n puntos que tienen diferentes distancias de separación con respecto al punto de referencia establecido (n_0) donde n es un número entero mayor o igual que 2; una etapa de establecimiento de una cualquiera de las diferencias de potencial medidas como voltaje de referencia y se calcula una diferencia de voltaje (ΔV) a partir del voltaje de referencia; y una etapa de comparación de la diferencia de voltaje calculada (ΔV) con un valor de referencia preestablecido, y el cálculo de una dispersión en una dirección del espesor de un ligante en la capa de mezcla del electrodo.

15

20

25

30

En la etapa de medición de la diferencia de potencial V con el punto de referencia (n_0), los puntos para la medición de la diferencia de potencial son dos o más puntos, y específicamente, puede ser de 2 a 100 puntos o de 5 a 60 puntos. Si aumenta el número de puntos de medición de la diferencia de potencial, se puede aumentar la fiabilidad de la evaluación, pero aumenta el coste de fabricación del equipo que realiza el método de evaluación. Los puntos en los que se mide la diferencia de potencial deben tener al menos un punto que tenga una distancia de separación diferente con respecto al punto de referencia (n_0), y también puede incluirse un caso en el que dos puntos diferentes tengan la misma distancia de separación con respecto al punto de referencia (n_0).

35

40

En el método de evaluación de acuerdo con la presente invención, se mide una diferencia de potencial en dos o más puntos que tienen diferentes distancias de separación con respecto a la superficie de la capa de mezcla del electrodo. Tomando como base los resultados de las mediciones, estableciendo un voltaje de referencia y calculando una diferencia de voltaje para cada punto, es posible comprobar la dispersabilidad del ligante en la capa de mezcla del electrodo. Convencionalmente, para evaluar la dispersabilidad del ligante en la capa de mezcla del electrodo, la capa de mezcla del electrodo que se va a evaluar se corta y se mide el grado de dispersión del ligante en la superficie cortada utilizando el espectro de IR o Raman. Sin embargo, el método de evaluación existente es un método destructivo en el sentido de que se debe cortar la capa de mezcla del electrodo que se va a evaluar. Por otro lado, la presente invención puede evaluar la dispersabilidad del ligante en la capa de mezcla del electrodo mediante un método no destructivo.

45

De acuerdo con la invención reivindicada, la etapa de medición de la diferencia de potencial (V) incluye: un proceso de cálculo de una diferencia de potencial (V_1) entre un punto de referencia (n_0) en la superficie de la capa de mezcla del electrodo y un primer punto (m) separado del punto de referencia (n_0); y un proceso de cálculo de una diferencia de potencial (V_k) entre el punto de referencia (n_0) y un punto k -ésimo (n_k) separado del punto de referencia (n_0) por otro intervalo, donde k es un número entero en un intervalo de entre 2 y n .

50

55

En una realización específica, en la etapa de medición de la diferencia de potencial V , los procesos de cálculo de cada diferencia de potencial se realizan de forma simultánea o secuencial. Por ejemplo, la etapa de medición de la diferencia de potencial V puede realizarse utilizando un aparato en el que hay formadas una pluralidad de sondas de voltaje sobre una superficie de medición. En este caso, es posible medir la diferencia de potencial en una pluralidad de puntos al mismo tiempo en un estado en el que se ha aplicado una corriente a la capa de mezcla del electrodo. Alternativamente, también es posible medir la diferencia de potencial en una pluralidad de puntos secuencialmente en un estado en el que se ha aplicado una corriente a la capa de mezcla del electrodo.

60

65

Siempre de acuerdo con la invención reivindicada, la etapa de medición de la diferencia de potencial (V) incluye: un proceso de establecimiento de un punto de referencia arbitrario (n_0) en la superficie de la capa de mezcla del electrodo; un proceso de especificación de n puntos de medición de la diferencia de potencial separados del punto de referencia establecido (n_0) por una distancia diferente; y un proceso de medición de la diferencia de potencial (V) entre el punto de referencia (n_0) y cada punto de medición de voltaje en un estado en el que se aplica una corriente a la capa de mezcla del electrodo. Por ejemplo, la etapa de medición de la diferencia de potencial V puede realizarse utilizando un aparato en el que hay formadas una sonda de tierra y una pluralidad de sondas de voltaje sobre una superficie de medición. Además, la superficie de medición puede tener una estructura en la que se forma conjuntamente una sonda de corriente para aplicar una corriente.

En un ejemplo específico, en la etapa de medición de la diferencia de potencial (V), el proceso de especificar los n puntos de medición de la diferencia de potencial incluye la designación de una región rectangular que se forma dentro de una región de medición de voltaje constante y en la que, en promedio, las sondas de voltaje p en dirección horizontal y las sondas de voltaje q en dirección vertical están dispuestas a intervalos regulares, en las que p y q son, cada una, 1 o más, pero el producto de p y q es un número entero igual a n. Esto significa una estructura en la que los puntos que miden la diferencia de potencial están dispuestos en un área rectangular. A modo de ejemplo, se propone una estructura en la que los puntos de medición de la diferencia de potencial pueden disponerse de forma radial, semicircular o circular, o también pueden estar dispuestos en forma de polígono tal como un triángulo o un hexágono.

De acuerdo con la invención reivindicada, el método de evaluación incluye dos o más puntos de aplicación de corriente fuera de los n puntos de medición de la diferencia de potencial. Esto significa medir la diferencia de potencial en cada punto en un estado en el que se aplica una corriente a la capa de mezcla del electrodo. Los puntos de aplicación de corriente se forman fuera del punto en el que se mide la diferencia de potencial.

De acuerdo con la invención reivindicada, en la etapa de cálculo de la diferencia de voltaje ΔV , la mayor diferencia de potencial entre las diferencias de potencial medidas se establece como el voltaje de referencia. En el método de evaluación de acuerdo con la presente invención, se mide una diferencia de potencial en una pluralidad de puntos de la capa de mezcla del electrodo. Entre las diferencias de potencial medidas, el punto que muestra la mayor diferencia de potencial puede interpretarse como un reflejo de la resistencia de ambas porciones superior e inferior de la capa de mezcla del electrodo. Sin embargo, los puntos en los que la diferencia de potencial medida se aproxime sustancialmente a "0" pueden excluirse de la evaluación.

Además, la presente invención proporciona un aparato de evaluación para realizar el método de evaluación descrito anteriormente. El aparato de evaluación es un aparato de evaluación para evaluar la dispersabilidad en la dirección del espesor del ligante en la capa de mezcla del electrodo. El aparato de acuerdo con la presente invención incluye una unidad de medición en la que se forman varias sondas en una superficie de medición en contacto con una capa de mezcla del electrodo que se va a medir. En el presente documento, la unidad de medición incluye: una sonda de tierra; n sondas de voltaje dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra, donde n un número entero de 2 o superior; y sondas de corriente dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje. Además, la diferencia de potencial entre cada sonda de voltaje y la sonda de tierra se mide en un estado en el que la corriente se aplica a través de la sonda de corriente.

Se pueden formar dos o más sondas de voltaje, y específicamente, se pueden formar de 2 a 100 o de 5 a 60 sondas de voltaje. Si aumenta el número de sondas de voltaje, se puede aumentar la fiabilidad de la evaluación, pero aumenta el coste unitario del aparato. La posición de la sonda de voltaje debe ser al menos un punto que tenga una distancia de separación diferente con respecto a la sonda de tierra, pero puede incluir un caso en el que dos sondas de voltaje diferentes tengan la misma distancia de separación que la sonda de tierra.

En un ejemplo específico, en promedio, las sondas de voltaje p en dirección horizontal y las sondas de voltaje q en dirección vertical están dispuestas en una región rectangular a intervalos regulares. En el presente documento, p y q son, cada uno, 1 o más, pero el producto de p y q es un número entero igual a n. Por ejemplo, p y q son, cada uno, un número entero de 3 a 8. La disposición de las sondas de voltaje se refiere a una estructura en la que una pluralidad de sondas de voltaje están dispuestas en un área rectangular. Esto se sugiere como ejemplo, e incluye casos en los que las sondas de voltaje están dispuestas en las diferentes formas descritas anteriormente.

En un ejemplo, el aparato incluye además una unidad de procesamiento de datos configurada para establecer como voltaje de referencia una de las diferencias de potencial medidas desde una unidad de medición, calcular una diferencia de voltaje (ΔV) con respecto al voltaje de referencia, y evaluar la dispersabilidad en una dirección del espesor de un ligante en una capa de mezcla de electrodo comparando la diferencia de voltaje calculada (ΔV) con un valor de referencia preestablecido. El aparato de evaluación de acuerdo con la presente invención comprende una unidad de procesamiento de datos que comprueba el grado de dispersión del ligante en la capa de mezcla del electrodo.

Además, el electrodo en el que debe evaluarse la dispersabilidad del ligante de la presente invención es un electrodo positivo o un electrodo negativo de la batería. La batería es una batería secundaria, por ejemplo, una batería secundaria de litio. La batería secundaria de litio es un término genérico para una carcasa que contiene litio en una batería secundaria, e incluye específicamente un electrodo positivo, un electrodo negativo y un separador interpuesto entre el electrodo positivo y el electrodo negativo. En lo sucesivo en el presente documento, se describirán los componentes específicos de cada electrodo, pero el alcance de la presente invención no se limita a los mismos.

El electrodo positivo tiene una estructura en la que una capa de mezcla del electrodo positivo está apilada en uno o en ambos lados de un colector de corriente del electrodo positivo. Los materiales activos del electrodo positivo pueden ser, cada uno independientemente, un óxido que contiene litio, y pueden ser iguales o diferentes. Como óxido que contiene litio puede utilizarse un óxido de un metal de transición que contenga litio. En un ejemplo, la capa de mezcla del electrodo positivo incluye un material conductor y un polímero ligante, además del material activo del electrodo positivo, y si fuera necesario, puede incluir adicionalmente un aditivo para electrodos positivos de uso común en la

técnica.

El material activo del electrodo positivo puede ser un óxido que contiene litio, y puede ser igual o diferente. Como óxido que contiene litio puede utilizarse un óxido de un metal de transición que contenga litio.

5 Por ejemplo, el óxido de metal de transición que contiene litio puede ser uno cualquiera o una mezcla de dos o más seleccionados del grupo que consiste en Li_xCoO_2 ($0,5 < x < 1,3$), Li_xNiO_2 ($0,5 < x < 1,3$), Li_xMnO_2 ($0,5 < x < 1,3$), $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ ($0,5 < x < 1,3$), $\text{Li}_x(\text{Ni}_a\text{Co}_b\text{Mn}_c)\text{O}_2$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 < a < 1$, $0 < b < 1$, $0 < c < 1$, $a+b+c=1$), $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-y}\text{Co}_y\text{O}_2$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 < y < 1$), $\text{Li}_x\text{Co}_{1-y}\text{Mn}_y\text{O}_2$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 \leq y < 1$), $\text{Li}_x\text{Ni}_{1-y}\text{Mn}_y\text{O}_2$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 \leq y < 1$), $\text{Li}_x(\text{Ni}_a\text{Co}_b\text{Mn}_c)\text{O}_4$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 < a < 2$, $0 < b < 2$, $0 < c < 2$, $a + b + c = 2$), $\text{Li}_x\text{Mn}_{2-z}\text{Ni}_z\text{O}_4$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 < z < 2$), $\text{Li}_x\text{Mn}_{2-z}\text{Co}_z\text{O}_4$ ($0,5 < x < 1,3$, $0 < z < 2$), Li_xCoPO_4 ($0,5 < x < 1,3$) y Li_xFePO_4 ($0,5 < x < 1,3$), y el metal de transición que contiene litio puede estar recubierto de un metal o un óxido metálico tal como aluminio (Al). Adicionalmente, además del óxido de metal de transición que contiene litio, puede utilizarse uno o más de sulfuro, seleniuro y haluro.

15 El material activo del electrodo positivo puede estar incluido en un intervalo del 90 al 99 % en peso en la capa de material activo del electrodo positivo. Cuando el contenido del material activo del electrodo positivo satisface el intervalo anterior, es ventajoso en términos de fabricación de una batería de alta capacidad y de proporcionar una conductividad suficiente del electrodo positivo o de la adherencia entre los materiales de los electrodos.

20 El colector de corriente utilizado para el electrodo positivo es un metal que tiene alta conductividad, y se puede usar cualquier metal al que se pueda adherir fácilmente la lechada de material activo del electrodo positivo y que no sea reactivo en el intervalo del voltaje de la batería secundaria. Específicamente, algunos ejemplos no limitativos del colector de corriente para el electrodo positivo se incluye aluminio, níquel o una lámina fabricada con una combinación de los mismos.

25 La capa de material activo del electrodo positivo incluye además un material conductor. El material conductor suele añadirse en una cantidad del 1 al 30 % en peso basado en el peso total de la mezcla que incluye el material activo del electrodo positivo. Dicho material conductor no está particularmente limitado siempre que tenga conductividad sin causar un cambio químico en la batería secundaria. Por ejemplo, se selecciona uno o más del grupo que consiste en grafito, tal como grafito natural o grafito artificial; negro de carbono, tal como negro de carbono, negro de acetileno, negro de Ketjen, negro de canal, negro de horno, negro de lámpara o negro térmico; fibra conductora tal como fibra de carbono o fibra metálica; polvo metálico tal como fluoruro de carbono, de aluminio o níquel en polvo; conductor tal como óxido de cinc o titanato de potasio; óxido metálico conductor tal como el óxido de titanio; y derivados del polifenileno, que pueden utilizarse como material conductor.

30 Como componente ligante, puede utilizarse un polímero ligante de uso común en la técnica, sin limitación. Por ejemplo, pueden utilizarse varios tipos de ligantes, tales como fluoruro de polivinilideno-co-hexafluoropropileno (PVDF-co-HFP), fluoruro de polivinilideno (PVDF), poliacrilonitrilo, metacrilato de polimetilo, caucho de estireno-butadieno (SBR) y carboximetilcelulosa (CMC).

35 Adicionalmente, el electrodo negativo tiene una estructura en la que una capa de mezcla del electrodo negativo está apilada en uno o en ambos lados de un colector de corriente del electrodo negativo. En un ejemplo, la capa de mezcla del electrodo negativo incluye un material activo del electrodo negativo, un material conductor y un polímero ligante, y si fuera necesario, puede incluir adicionalmente un aditivo para electrodos negativos de uso común en la técnica.

40 El material activo del electrodo negativo puede incluir un material de carbono, litio metálico, silicio o estaño. Cuando se utiliza un material de carbono como material activo del electrodo negativo, puede utilizarse tanto carbono poco cristalino como carbono muy cristalino. Algunos ejemplos representativos de carbono poco cristalino incluyen normalmente carbono blando y carbono duro. Algunos los ejemplos representativos de carbono muy cristalino incluye grafito natural, grafito Kish, carbono pirolítico, fibra de carbono a base de brea mesofásica, microesferas de mesocarbono, brea mesofásica y carbones calcinados a alta temperatura, tales como coques derivados de brea de petróleo o de alquitrán de hulla.

45 Algunos ejemplos no limitativos del colector de corriente utilizado para el electrodo negativo incluyen cobre, oro, níquel o una lámina fabricada con una aleación de cobre, o una combinación de los mismos. Además, el colector de corriente puede utilizarse apilando los sustratos fabricados con los materiales anteriores.

Además, el electrodo negativo puede incluir un material conductor y un ligante de uso común en la técnica.

60 En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá con más detalle a través de los dibujos, y similares.

65 La FIG. 1 es un diagrama esquemático que muestra un proceso de realización de un método de evaluación de acuerdo con una realización de la presente invención. Haciendo referencia a la FIG. 1, un aparato para evaluar la dispersabilidad de un ligante en una capa de mezcla de electrodo incluye una unidad de medición 10 en la que se forma una pluralidad de sondas. La unidad de medición incluye: una sonda de tierra 11; una pluralidad de sondas de

voltaje 12 dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra; y sondas de corriente 13 dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje. En un estado en el que se aplica corriente a la capa de mezcla del electrodo 21 a través de la sonda de corriente 13, cada sonda de voltaje 12 mide una diferencia de potencial con la sonda de tierra 11.

5 El electrodo 20 que se va a evaluar tiene una estructura en la que se forma una capa de mezcla 21 en ambas superficies del colector de corriente 22. Por ejemplo, el colector de corriente 22 está formado por una lámina de aluminio, y la capa de mezcla 21 es una capa de mezcla de electrodo positivo que contiene litio.

10 Cada sonda mide un potencial y se calcula el resultado de la medición de la diferencia de potencial 30. El potencial medido por la sonda de tierra 11 se convierte en el potencial de referencia (0), y se deriva una diferencia de potencial para cada punto a partir de la diferencia entre el potencial de referencia (0) y los potenciales (1 a 4) medidos por cada sonda de voltaje.

15 La FIG. 2 es un diagrama esquemático que muestra una superficie de medición de un aparato de evaluación de acuerdo con otra realización de la presente invención. Haciendo referencia a la FIG. 2, la unidad de medición incluye: una sonda de tierra 11; una pluralidad de sondas de voltaje 12 dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra; y sondas de corriente 13 dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje. En un estado en el que se aplica corriente a la capa de mezcla del electrodo 21 a través de la sonda de corriente 13, se mide la diferencia de potencial entre cada sonda de voltaje 12 y la sonda de tierra 11. Se forman un total de 25 sondas de voltaje 12, y 5 sondas de voltaje en dirección horizontal y 5 sondas de voltaje en dirección vertical están dispuestas en una región rectangular.

20 Una sonda de tierra 11 está situada en un lado de la unidad de medición 10, y una sonda de corriente 13 está situada fuera de la región rectangular en la que están dispuestas las sondas de voltaje 12. Las sondas de corriente 13 tienen una estructura en la que se forman un total de 20 sondas de corriente, 5 en cada lado.

25 En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá en mayor detalle a través de ejemplos. Sin embargo, las realizaciones descritas en la memoria descriptiva y las configuraciones descritas en los dibujos son únicamente las realizaciones más preferidas de la presente invención, y no representan todas las ideas técnicas de la presente invención, que se define en las reivindicaciones independientes adjuntas

[Ejemplo de preparación 1] Preparación del electrodo negativo

35 Se pesaron grafito como material activo del electrodo negativo, alcohol polivinílico cianoetilado como dispersante y PVdF (fluoruro de polivinilideno) como ligante en una relación ponderal de 95,6:1:2:1,1, respectivamente, que se introdujeron en NMP y se mezclaron durante 1 hora a 1000 rpm en un mezclador Homo, para preparar de este modo una lechada para un electrodo negativo.

40 La lechada preparada para el electrodo negativo se aplicó a una lámina de cobre que tiene un espesor de 20 μm a un espesor de 100 μm . A continuación, la lámina de cobre se secó a 40 °C y se laminó a continuación para preparar de este modo un electrodo negativo.

[Ejemplo de preparación 2] Preparación del electrodo negativo

45 Se preparó una lechada para el electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo de preparación 1. La lechada preparada para el electrodo negativo se aplicó a una lámina de cobre que tiene un espesor de 20 μm a un espesor de 100 μm . A continuación, la lámina de cobre se secó a 80 °C y se laminó a continuación para preparar de este modo un electrodo negativo.

50 [Ejemplo de preparación 3] Preparación del electrodo negativo

55 Se preparó una lechada para el electrodo negativo de la misma manera que en el Ejemplo de preparación 1. La lechada preparada para el electrodo negativo se aplicó a una lámina de cobre que tiene un espesor de 20 μm a un espesor de 100 μm . A continuación, la lámina de cobre se secó a 120 °C y se laminó a continuación para preparar de este modo un electrodo negativo.

[Ejemplo de preparación 4] Preparación del electrodo positivo

60 Se pesaron $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}$ como material activo del electrodo positivo, Super C como material conductor, alcohol cianoetilpolivinílico como material de dispersión y PVdF como ligante en una relación ponderal de 95,3:0,3:1,7, respectivamente, que se introdujeron a continuación en NMP y se mezclaron durante 1 hora a 1000 rpm en un mezclador Homo, para preparar de este modo una lechada para un electrodo positivo.

65 La lechada preparada para el electrodo positivo se aplicó a una lámina de aluminio que tiene un espesor de 20 μm a un espesor de 100 μm . A continuación, la lámina de aluminio se secó a 80 °C y se laminó a continuación para preparar

de este modo un electrodo positivo.

[Ejemplo de preparación 5] Preparación del electrodo positivo

5 Se preparó una lechada para el electrodo positivo de la misma manera que en el Ejemplo de preparación 4. La lechada preparada para el electrodo positivo se aplicó a una lámina de aluminio que tiene un espesor de 20 μm a un espesor de 100 μm . A continuación, la lámina de aluminio se secó a 130 °C y se laminó a continuación para preparar de este modo un electrodo positivo.

10 [Ejemplo 1] Evaluación de la dispersabilidad del ligante para la capa de mezcla del electrodo negativo

Utilizando el aparato de evaluación de acuerdo con la presente invención se evaluó la dispersabilidad del ligante en las muestras de electrodos preparadas en los Ejemplos de preparación 1 a 3.

15 Específicamente, se utilizó el aparato de evaluación ilustrado en la FIG. 1, y la unidad de medición del aparato incluye: una sonda de tierra; 6 sondas de voltaje dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra; y sondas de corriente dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje.

20 En un estado en el que se aplicó corriente a la capa de mezcla del electrodo a través de una sonda de corriente, se midió una diferencia de potencial en cada sonda de voltaje. Los resultados de la medición se muestran en la FIG. 3. Haciendo referencia a la FIG. 3, se midió que la diferencia de potencial era la mayor en el punto 5. Esto indica la resistencia desde la parte superior a la parte inferior de la capa de mezcla, ya que el punto 5 es el más alejado de la sonda de tierra. La diferencia de potencial en los puntos 2, 3 y 6 refleja la resistencia de la parte superior de la capa de mezcla. Y, en el punto 4, se midió una diferencia de potencial cercana a 0, por lo que se excluye de la evaluación.

A continuación, el valor medido en el punto 5 que tenía la mayor diferencia de potencial se estableció como el voltaje de referencia, se calculó para cada punto la diferencia de voltaje (ΔV) con respecto al voltaje de referencia, y el resultado se muestra en la FIG. 4. Haciendo referencia a la FIG. 4, se observa que la diferencia de voltaje ΔV en los puntos 2, 3 y 6 aumenta a medida que aumenta la temperatura de secado de la muestra. El hecho de que la diferencia (ΔV) entre la diferencia de potencial en los puntos 2, 3 y 6, que refleja únicamente la resistencia de la parte superior, y la diferencia de potencial en el punto 5, que refleja la resistencia de la parte superior y la parte inferior, sea grande, significa que en la parte superior se distribuyen relativamente más ligantes.

35 Esto significa que el ligante se desplaza hacia la parte superior durante el proceso de secado del electrodo, y una mayor cantidad del ligante se coloca en la parte superior a medida que aumenta la temperatura de secado.

[Ejemplo comparativo 1] Verificación de la evaluación de la dispersabilidad del ligante para la capa de mezcla del electrodo negativo

40 Se verificó la dispersabilidad del ligante en las muestras de electrodo preparadas en los Ejemplos de preparación 1 a 3. Cada muestra de electrodo se cortó oblicuamente con un ángulo de 1,5°, y a continuación se midieron los espectros de IR y Raman de la superficie inclinada para confirmar la dispersabilidad real del ligante. La FIG. 5 es un gráfico que muestra la dispersabilidad del ligante en función de la profundidad de la capa de mezcla.

45 Haciendo referencia a la FIG. 5, se observa que el ligante se desplaza hacia la parte superior de la capa de mezcla en función de la temperatura de secado de la muestra de electrodo. Esto se corresponde con el resultado del Ejemplo 1, ya que el ligante se desplaza hacia la parte superior de la capa de mezcla a medida que aumenta la temperatura de secado del electrodo.

50 [Ejemplo 2] Evaluación de la dispersabilidad del ligante para la capa de mezcla del electrodo positivo

Utilizando el aparato de evaluación de acuerdo con la presente invención se evaluó la dispersabilidad del ligante en las muestras de electrodos preparadas en los Ejemplos de preparación 4 y 5.

55 Específicamente, se utilizó el aparato de evaluación ilustrado en la FIG. 1, y la unidad de medición del aparato incluye: una sonda de tierra; 6 sondas de voltaje dispuestas a diferentes intervalos con respecto a la sonda de tierra; y sondas de corriente dispuestas a intervalos regulares en un lado externo de una región en la que se forman las sondas de voltaje.

60 En un estado en el que se aplicó corriente a la capa de mezcla del electrodo a través de una sonda de corriente, se midió una diferencia de potencial en cada sonda de voltaje. Los resultados de la medición se muestran en la FIG. 6. Haciendo referencia a la FIG. 6, se midió que la diferencia de potencial era la mayor en el punto 5. Esto indica la resistencia desde la parte superior a la parte inferior de la capa de mezcla, ya que el punto 5 es el más alejado de la sonda de tierra. La diferencia de potencial en los puntos 2, 3 y 6 refleja la resistencia de la parte superior de la capa de mezcla. Y, en el punto 4, se midió una diferencia de potencial cercana a 0, por lo que se excluye de la evaluación.

A continuación, el valor medido en el punto 5 que tiene la mayor diferencia de potencial se estableció como voltaje de referencia, se calculó para cada punto la diferencia de voltaje (ΔV) con respecto al voltaje de referencia, y el resultado se muestra en la FIG. 7. Haciendo referencia a la FIG. 7, se observa que la diferencia de voltaje ΔV en los puntos 2, 3 y 6 aumenta a medida que aumenta la temperatura de secado de la muestra. El hecho de que la diferencia (ΔV) entre la diferencia de potencial en los puntos 2, 3 y 6, que refleja únicamente la resistencia de la parte superior, y la diferencia de potencial en el punto 5, que refleja la resistencia de la parte superior y la parte inferior, sea grande, significa que en la parte superior se distribuyen relativamente más ligantes.

10 Esto significa que el ligante se desplaza hacia la parte superior durante el proceso de secado del electrodo, y una mayor cantidad del ligante se coloca en la parte superior a medida que aumenta la temperatura de secado.

[Ejemplo comparativo 2] Verificación de la evaluación de la dispersabilidad del ligante para la capa de mezcla del electrodo positivo

15 Se verificó la dispersabilidad del ligante en las muestras de electrodos preparadas en los Ejemplos de preparación 4 y 5. Cada muestra de electrodo se cortó oblicuamente con un ángulo de $1,5^\circ$, y a continuación se midieron los espectros de IR y Raman de la superficie inclinada para confirmar la dispersabilidad real del ligante. Para comprobar la dispersabilidad, el experimento se repitió tres veces para cada muestra. La FIG. 8 es un gráfico que muestra los resultados experimentales de la muestra de electrodo de acuerdo con el Ejemplo de preparación 4, y la FIG. 9 es un gráfico que muestra los resultados experimentales de una muestra de electrodo de acuerdo con el Ejemplo de preparación 5.

20

Haciendo referencia a la FIG. 8, se observa que en la muestra de electrodo del Ejemplo de preparación 4 secada a 80°C , el ligante se dispersó de forma uniforme en la dirección del espesor de la capa de mezcla. Por otro lado, haciendo referencia a la FIG. 9, se observa que en la muestra de electrodo del Ejemplo de preparación 5 secada a 130°C , el ligante estaba algo concentrado hacia la parte superior de la capa de mezcla y disperso.

25

Esto se corresponde con el resultado del Ejemplo 2, ya que el ligante se desplaza hacia la parte superior de la capa de mezcla a medida que aumenta la temperatura de secado del electrodo.

30

<Descripción de los números de referencia>

- 10: unidad de medición
 - 11: sonda de tierra
 - 12: sonda de voltaje
 - 13: sonda de corriente
 - 20: electrodo
 - 21: capa de mezcla
 - 22: colector de corriente
 - 30: resultado de la medición de la diferencia de potencial
- 35
- 40

REIVINDICACIONES

1. Un método para evaluar la dispersabilidad de un ligante en la dirección del espesor en una capa de mezcla de electrodo (21), que comprende:

5 establecer un punto de referencia arbitrario (n_0) en una superficie de la capa de mezcla del electrodo en un estado en el que se aplica corriente a la capa de mezcla del electrodo, y medir las diferencias de potencial (V) con respecto al punto de referencia establecido (n_0) en n puntos, cada uno de los cuales tiene diferentes distancias de separación con respecto al punto de referencia establecido (n_0) donde n es un número entero mayor que 2;
 10 establecer como voltaje de referencia una diferencia de potencial en un punto que tenga la una diferencia de potencial con respecto al punto de referencia entre las diferencias de potencial medidas, y calcular una diferencia de voltaje (ΔV) entre el voltaje de referencia y cada una de las demás diferencias de potencial medidas (V) en otros puntos con respecto al punto de referencia establecido (n_0); y
 15 evaluar una dispersión de un ligante en una dirección del espesor en la capa de mezcla del electrodo en cada punto tomando como base la diferencia de voltaje calculada (ΔV), en donde en la evaluación de la dispersión, se evalúa que cuanto mayor es la diferencia de voltaje calculada (ΔV), más se distribuye el ligante en la capa superior del electrodo en el punto correspondiente.

2. El método de la reivindicación 1, en donde la medición de la diferencia de potencial (V) comprende:

20 calcular una diferencia de potencial (V1) entre el punto de referencia (n_0) en la superficie de la capa de mezcla del electrodo y un primer punto (n_1) separado del punto de referencia (n_0); y
 calcular una diferencia de potencial (Vk) entre el punto de referencia (n_0) y un punto k-ésimo (n_k) separado del punto de referencia (n_0) por otro intervalo, donde k es un número entero en un intervalo del entre 2 y n.

3. El método de la reivindicación 2, en donde en la medición de la diferencia de potencial (V), el cálculo de cada diferencia de potencial se realiza de forma simultánea o secuencial.

4. El método de la reivindicación 1, en donde la medición de la diferencia de potencial (V) comprende:

30 especificar n puntos de medición de la diferencia de potencial separados del punto de referencia establecido (n_0) por una distancia diferente; y
 medir la diferencia de potencial (V) entre el punto de referencia (n_0) y cada punto de medición de voltaje en un estado en el que se aplica una corriente a la capa de mezcla del electrodo.

5. El método de la reivindicación 4, en donde en la medición de la diferencia de potencial (V), la especificación de n puntos de medición de la diferencia de potencial incluye la designación de una región rectangular que está formada dentro de una región de medición de voltaje constante y donde, en promedio, hay dispuestas p sondas de voltaje en dirección horizontal y q sondas de voltaje en dirección vertical a intervalos regulares, y
 40 en donde p y q son, cada uno, un número entero de 1 o más, y un producto de p y q es un número entero igual a n.

6. El método de la reivindicación 1, en donde se incluyen además al menos dos puntos de aplicación de corriente en un lado externo de los n puntos de medición de la diferencia de potencial.

7. Un aparato para evaluar la dispersabilidad de un ligante en una dirección del espesor en una capa de mezcla de electrodo 2 (21), que comprende:

50 una unidad de medición (10) en la que se forman varias sondas (12, 13) en una superficie de medición en contacto con la capa de mezcla del electrodo que se va a medir, en donde la unidad de medición comprende:

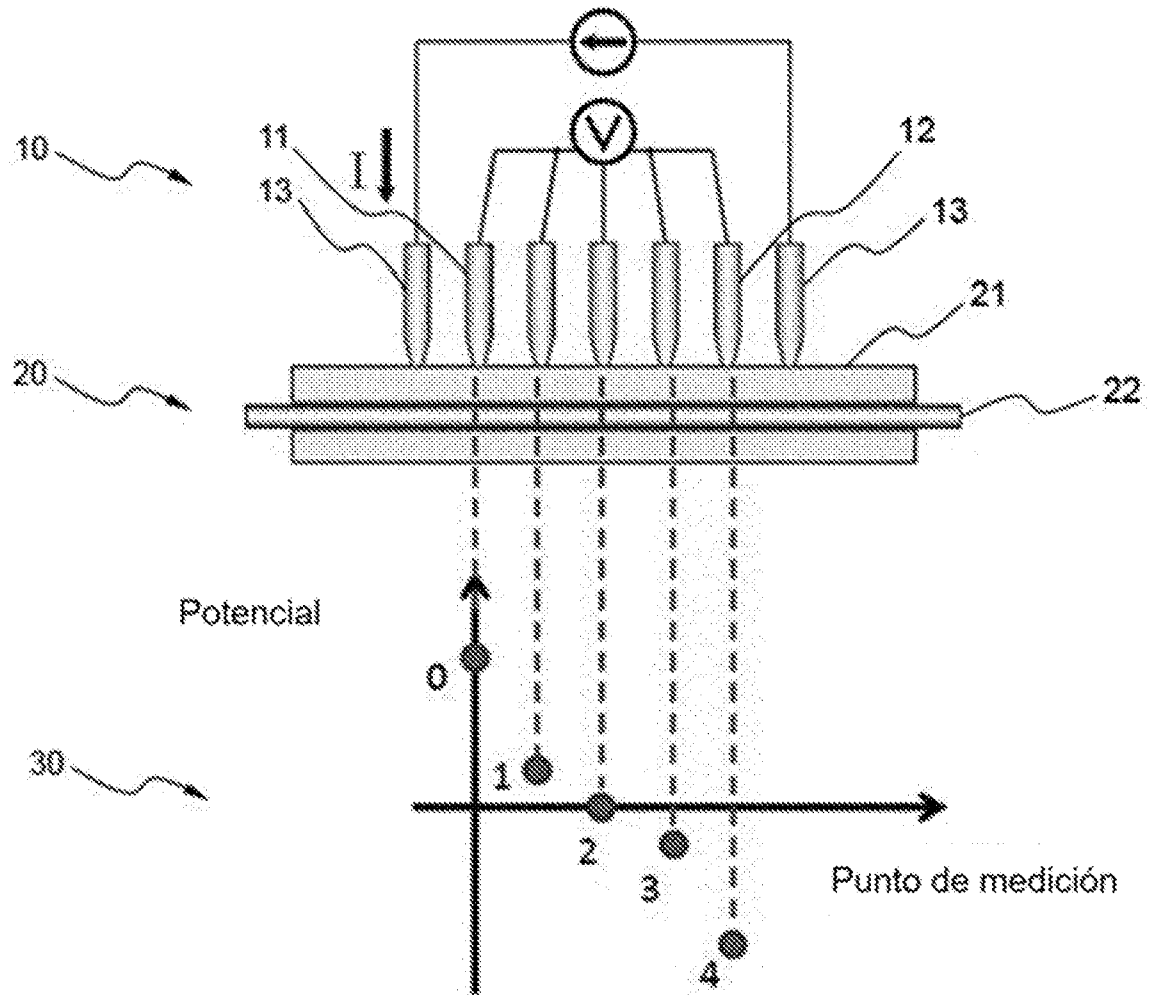
una sonda de tierra;
 hay n sondas de voltaje (12) dispuestas a intervalos diferentes con respecto a la sonda de tierra, siendo n un número entero superior a 2, y hay sondas de corriente (13) dispuestas a intervalos regulares en un lado exterior de una región en la que se forman las sondas de voltaje,
 55 en donde la diferencia de potencial entre cada sonda de voltaje y la sonda de tierra se mide en un estado en el que la corriente se aplica a través de la sonda de corriente, y
 una unidad de procesamiento de datos configurada para establecer como voltaje de referencia una diferencia de potencial en una sonda de voltaje que tiene la mayor diferencia de potencial con respecto a la sonda de tierra entre las diferencias de potencial medidas, calcular una diferencia de voltaje (ΔV) entre el voltaje de referencia y cada diferencia de potencial medida (V) en otras sondas de voltaje con respecto a la sonda de tierra, y evaluar una dispersión en una dirección del espesor de un ligante en la capa de mezcla del electrodo en cada punto en el que esté dispuesta cada sonda de voltaje tomando como base la diferencia de voltaje calculada (ΔV), en donde en la evaluación de la dispersión, se evalúa que cuanto mayor es la diferencia de voltaje calculada (ΔV), más se distribuye el ligante en la capa superior del electrodo en el punto correspondiente.

8. El aparato de la reivindicación 9, en donde, en promedio, las sondas de voltaje p en dirección horizontal y las sondas de voltaje q en dirección vertical están dispuestas en una región rectangular a intervalos regulares, en donde p y q son, cada uno, un número entero de 1 o más, y un producto de p y q es un número entero igual a n.

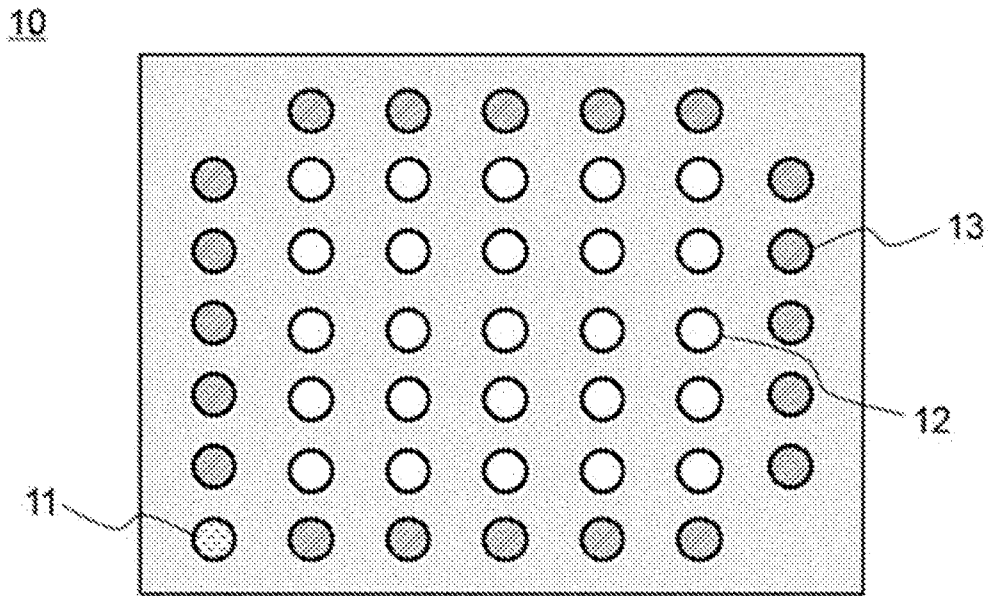
5

9. El aparato de la reivindicación 8, en donde p y q son, cada uno, un número entero de 3 a 8.

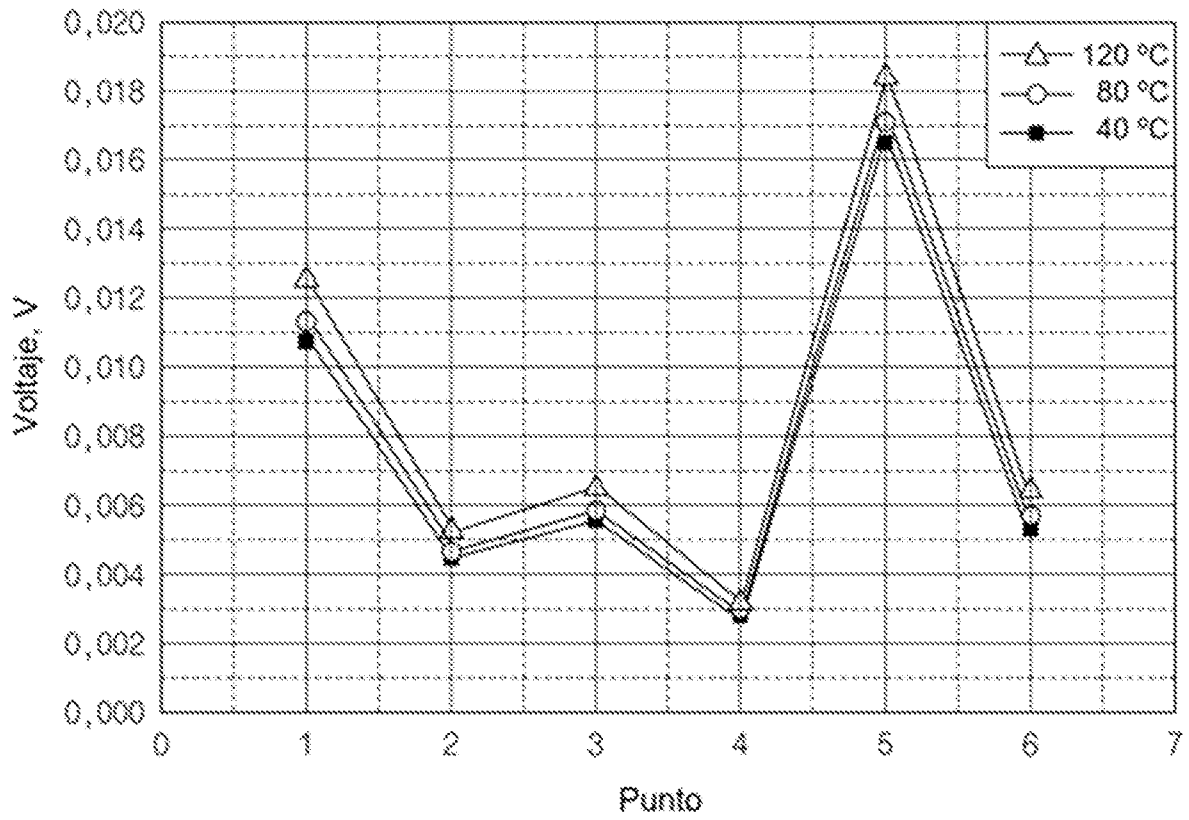
FIG. 11



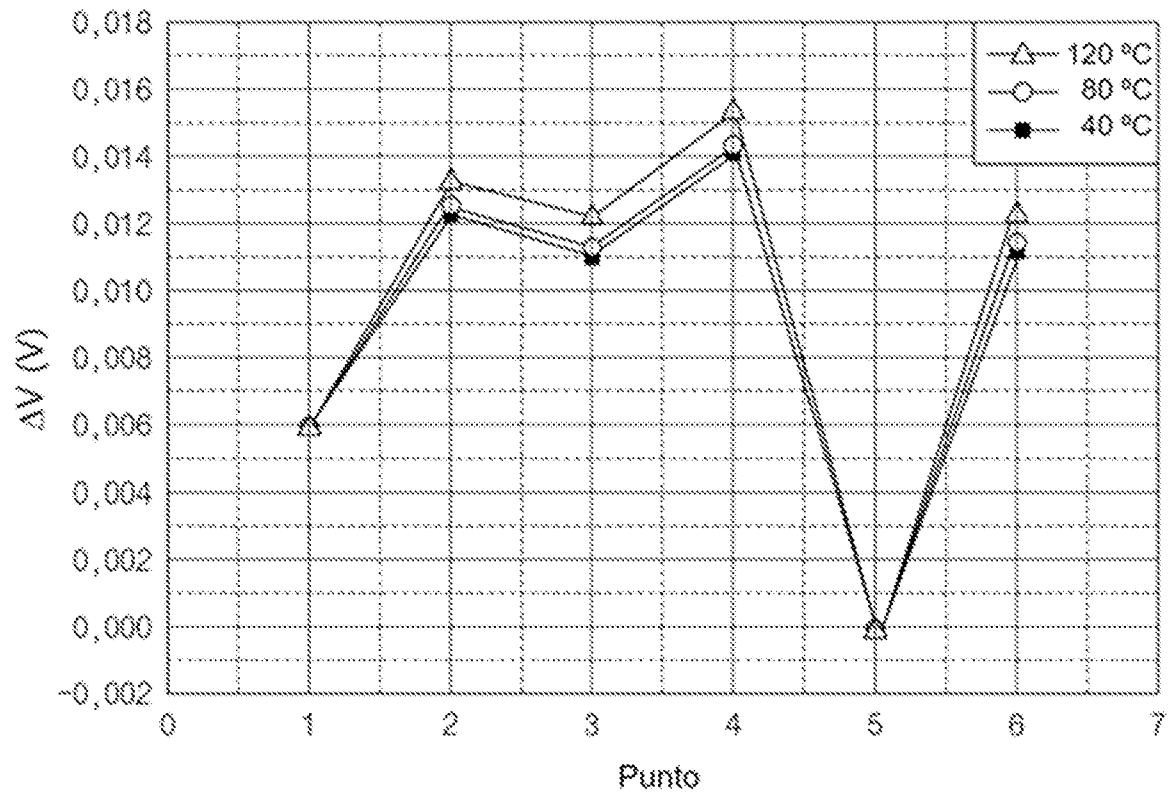
[FIG. 2]



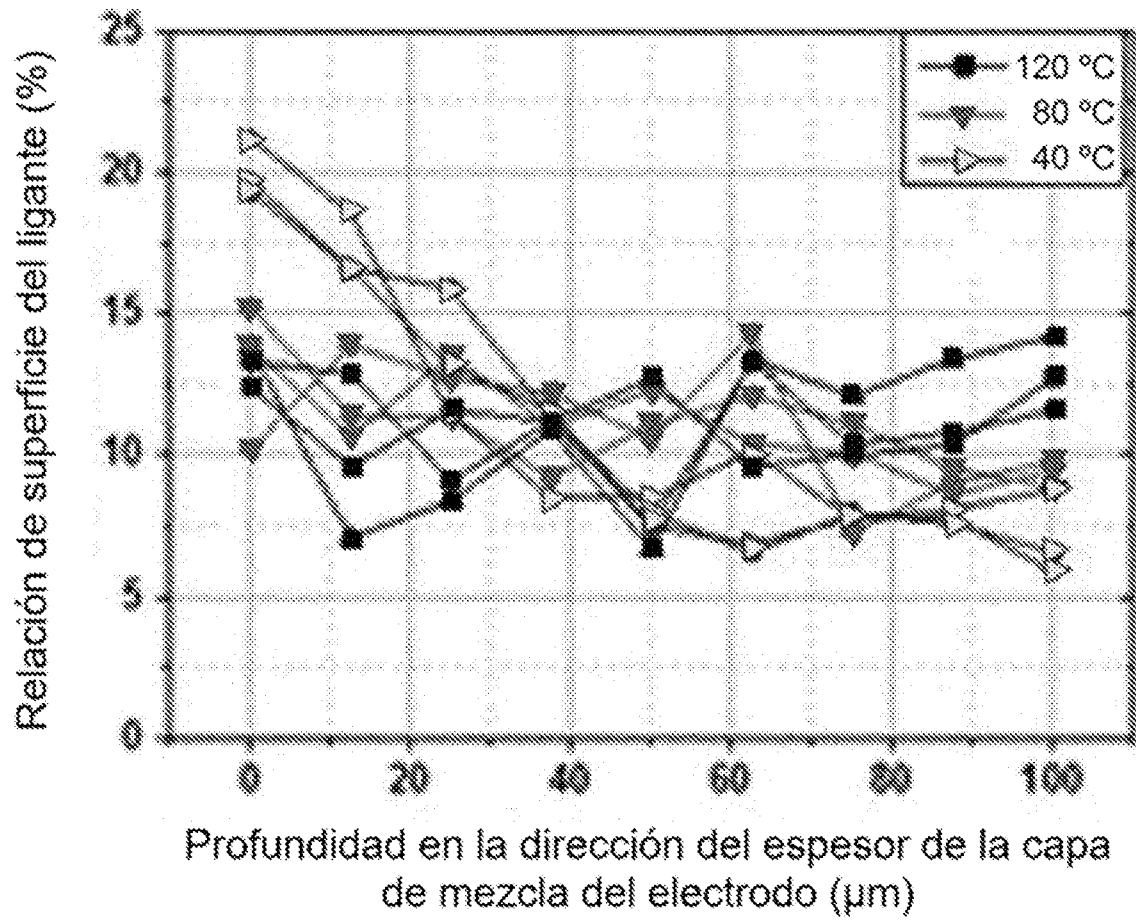
[FIG. 3]



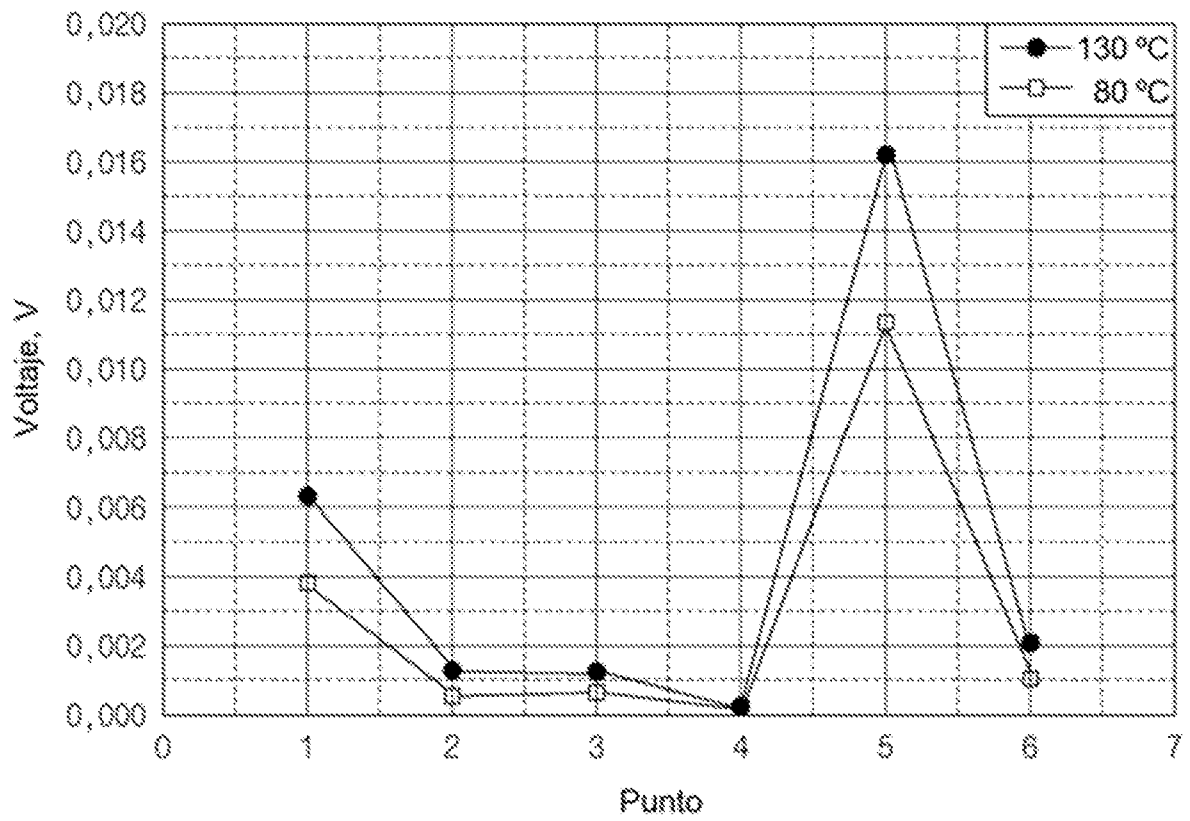
[FIG. 4]



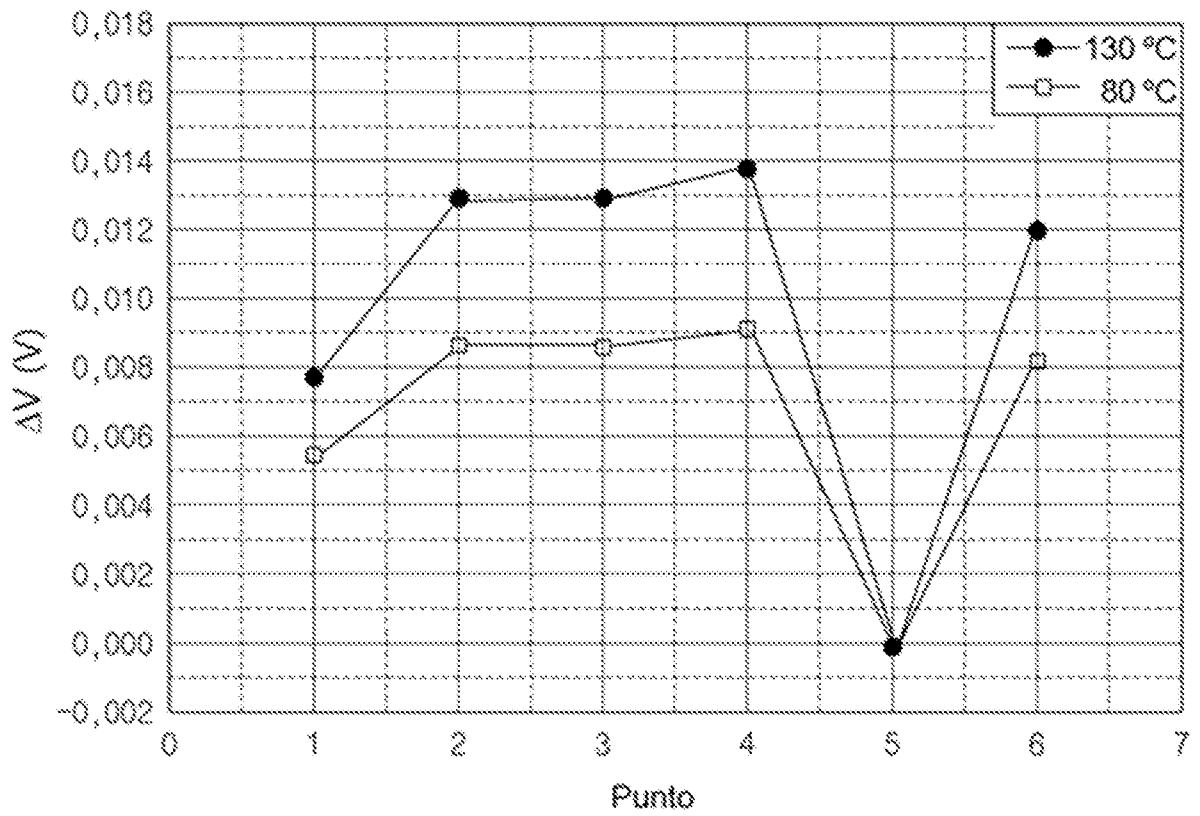
[FIG. 5]



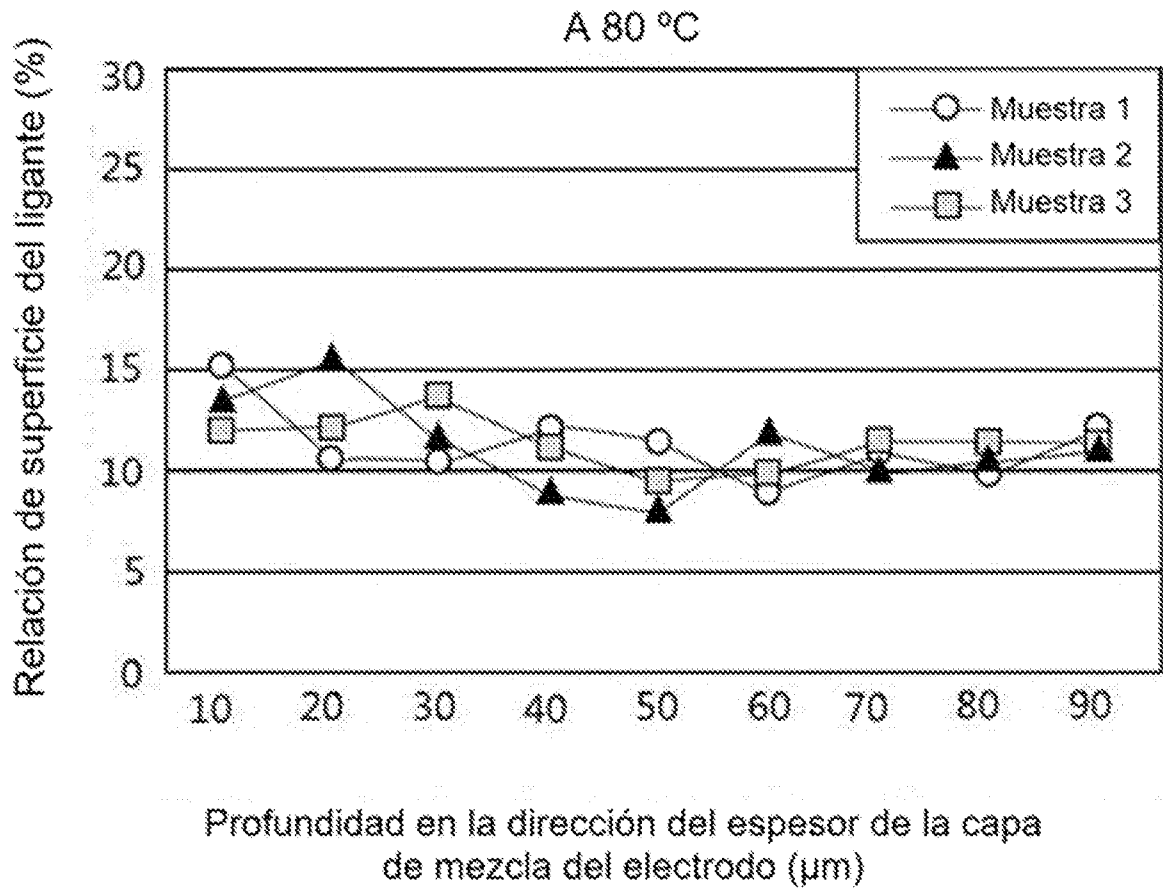
[FIG. 6]



[FIG. 7]



[FIG. 8]



[FIG. 9]

