

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 971 072**

51 Int. Cl.:

G01Q 30/20 (2010.01)
G01Q 30/04 (2010.01)
G06T 1/00 (2006.01)
G06T 5/50 (2006.01)
G01N 1/44 (2006.01)
H01M 4/13 (2010.01)
G01Q 60/30 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.10.2019** **PCT/KR2019/013507**
87 Fecha y número de publicación internacional: **23.04.2020** **WO20080793**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.10.2019** **E 19874260 (3)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.11.2023** **EP 3786646**

54 Título: **Procedimiento de análisis de electrodo de batería**

30 Prioridad:

19.10.2018 KR 20180125480

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
03.06.2024

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

CHOI, BYUNG HEE;
CHAE, BYUNG JOON;
HAN, JUNG HOON y
BYEON, JI YEON

74 Agente/Representante:

LÓPEZ CAMBA, María Emilia

ES 2 971 072 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

Procedimiento de análisis de electrodo de batería

5 **Campo técnico**

La presente descripción se refiere a un procedimiento para analizar un electrodo para una batería.

10 **Antecedentes de la técnica**

Una batería secundaria se compone generalmente de electrodos, un separador y un electrolito, y los electrodos se clasifican en un electrodo negativo y un electrodo positivo. En los electrodos, los materiales constituyentes, que incluyen un material activo, un material conductor y un aglutinante, están distribuidos tridimensionalmente, por lo que existen muchos poros en los huecos entre ellos. Para mejorar el rendimiento de los electrodos, es muy importante cuantificar y analizar la distribución de los materiales constituyentes de los electrodos.

En particular, dado que el material conductor puede distinguirse fácilmente sólo por su conductividad de los materiales constituyentes de los electrodos, se usa un procedimiento de análisis de cuantificación mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido (SSRM) para distinguir el material conductor de los demás.

Sin embargo, dado que la distribución de magnitudes de los valores de resistencia de los materiales constituyentes de los electrodos es muy amplia, surge el problema de que es difícil distinguir con precisión las regiones de los materiales constituyentes de electrodos, tales como el material conductor, el material activo y los poros, a partir de los datos obtenidos mediante la SSRM de secciones transversales de los electrodos.

Por consiguiente, existe la necesidad de una tecnología capaz de distinguir más fácilmente entre los materiales constituyentes de los electrodos mediante la SSRM.

El documento WO2018/168059 A1 describe un procedimiento para analizar un electrodo para una batería, comprendiendo el procedimiento las etapas de: preparar un electrodo para una batería secundaria que comprende un material activo de electrodo, un material conductor y poros; preparar una muestra de sección transversal de electrodo irradiando el electrodo para una batería secundaria con un haz de iones de un aparato de fresado iónico; obtener datos del valor de resistencia del material activo de electrodo, el material conductor y los poros en la muestra de sección transversal de electrodo mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido; obtener una imagen a escala logarítmica cambiando los datos del valor de resistencia a una escala logarítmica.

El documento JP2005-295497 A describe un dispositivo de visualización de calidad de imagen provisto de un medio de entrada para introducir una imagen, un medio de funcionamiento para aceptar una solicitud de visualizar un gráfico que representa la distribución de frecuencia del nivel gris de la imagen introducida por el medio de entrada, un medio de visualización para visualizar el gráfico en una pantalla en respuesta a la solicitud de visualización y un medio para generar datos para visualizar el gráfico de la pantalla para aceptar la solicitud de visualización.

El documento KR2018-0069908 A describe un material activo de cátodo usado para una batería secundaria de iones de litio, el material activo de cátodo contiene una pluralidad de partículas secundarias formadas por medio de aglomeración de una pluralidad de partículas primarias de un óxido compuesto de metal de transición de litio.

El documento KR2018-0031549 A describe un electrodo capaz de realizar una batería de electrolito no acuoso con un excelente rendimiento de vida útil. El electrodo comprende un colector de corriente y una capa que contiene material activo formada sobre el colector de corriente. La capa que contiene material activo comprende partículas de material activo y partículas aislantes.

El documento JP2014-203665 A describe un procedimiento para la cuantificación de un material de electrodo capaz de analizar cuantitativamente la distribución del material de electrodo.

55 **DESCRIPCIÓN****Problema técnico**

La presente descripción pretende proporcionar un procedimiento para analizar un electrodo para una batería, que es capaz de distinguir más fácilmente los materiales constituyentes del electrodo mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido (SSRM).

Solución técnica

Una realización de la presente descripción proporciona un procedimiento para analizar un electrodo para una batería según la reivindicación 1, incluyendo el procedimiento las etapas de:

preparar un electrodo para una batería secundaria que incluye un material activo de electrodo, un material conductor y poros; preparar una muestra de sección transversal de electrodo irradiando el electrodo para una batería secundaria con un haz de iones procedente de un aparato de fresado iónico; obtener datos del valor de resistencia del material activo de electrodo, el material conductor y los poros de la muestra de sección transversal de electrodo mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido; obtener una imagen a escala logarítmica cambiando los datos del valor de resistencia a una escala logarítmica; obtener una imagen a escala lineal cambiando los datos del valor de resistencia a una escala lineal; obtener una imagen fusionada fusionando la imagen a escala logarítmica con la imagen a escala lineal; y distinguir entre y cuantificar una región del material activo de electrodo, una región del material conductor y una región de los poros en la muestra de sección transversal de electrodo, analizando la imagen fusionada.

Otras realizaciones se describen en las reivindicaciones dependientes.

Efectos ventajosos

El procedimiento para analizar un electrodo para una batería según una realización de la presente descripción tiene la ventaja de que es posible distinguir fácilmente entre los materiales constituyentes del electrodo, tales como un material activo de electrodo, un material conductor y poros, mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra una imagen fusionada según el ejemplo 1 de la presente descripción y un histograma obtenido a partir de la imagen fusionada.

La figura 2 muestra una imagen a escala lineal según el ejemplo comparativo 1 y un histograma obtenido a partir de la imagen a escala lineal.

La figura 3 muestra una imagen a escala logarítmica según el ejemplo comparativo 2 y un histograma obtenido a partir de la imagen a escala logarítmica.

Mejor modo

A lo largo de la presente memoria descriptiva, debe entenderse que cuando se hace referencia a cualquier parte como "que incluye" cualquier componente, no excluye otros componentes, sino que puede incluir además otros componentes, a menos que se especifique lo contrario.

A lo largo de la presente memoria descriptiva, cuando se hace referencia a cualquier miembro como estando "sobre" otro miembro, se refiere no sólo a un caso en el que cualquier miembro está en contacto con otro miembro, sino también a un caso en el que existe un tercer miembro entre los dos miembros.

Como se usa en la presente memoria descriptiva, la expresión "etapa de hacer ..." o "etapa de ..." no significa "una etapa para ...".

Los inventores de la presente invención han descubierto que la magnitud de los valores de corriente calculados usando valores de resistencia a partir de datos de valores de resistencia de la sección transversal de electrodo, obtenidos mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido, tiene una distribución de 10^6 en el intervalo de 10 pA a 10 μ A, y cuando los datos de valores de resistencia se visualizan como una imagen, la escala de cada píxel se visualiza en 256 etapas, y de este modo la distribución de los valores de resistencia se visualiza de forma más compacta que la distribución real, y se obtienen diferentes imágenes dependiendo de cuál de las escalas lineal y logarítmica se use. Por consiguiente, resultaba difícil distinguir entre las regiones de los materiales constituyentes del electrodo por la magnitud de los valores de resistencia.

Específicamente, se ha descubierto que cuando los valores de resistencia se cambian a una escala lineal y se expresan como una imagen, el material conductor es fácil de distinguir porque en la imagen existe una región (0,1 μ A o más) que se distingue claramente del material activo de electrodo o de los poros, pero es difícil distinguir claramente las regiones del material activo de electrodo y de los poros. Además, se ha descubierto que cuando los valores de resistencia se cambian a una escala logarítmica y se expresan como una imagen, los poros son fáciles de distinguir porque en la imagen existe una región que se distingue claramente (0,1 μ A o menos), es difícil distinguir claramente las regiones del material de electrodo y del material conductor.

Por consiguiente, los inventores de la presente invención han descubierto que cuando una imagen a escala logarítmica obtenida cambiando los datos del valor de resistencia a una escala logarítmica se fusiona con una imagen a escala lineal obtenida cambiando los datos del valor de resistencia a una escala lineal y se analiza la imagen fusionada resultante, las regiones del material activo de electrodo, los materiales conductores y los poros incluidas en el electrodo pueden distinguirse fácilmente entre sí, completando así la presente descripción como se describe a continuación.

En lo sucesivo, la presente descripción se describirá con más detalle.

Una realización de la presente descripción proporciona un procedimiento para analizar un electrodo para una batería, incluyendo el procedimiento las etapas de: preparar un electrodo para una batería secundaria que incluye un material activo de electrodo, un material conductor y poros; preparar una muestra de sección transversal de electrodo irradiando el electrodo para una batería secundaria con un haz de iones procedente de un aparato de fresado iónico; obtener datos del valor de resistencia del material activo de electrodo, el material conductor y los poros de la muestra de sección transversal de electrodo mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido; obtener una imagen a escala logarítmica cambiando los datos del valor de resistencia a una escala logarítmica; obtener una imagen a escala lineal cambiando los datos del valor de resistencia a una escala lineal; obtener una imagen fusionada fusionando la imagen a escala logarítmica con la imagen a escala lineal; y distinguir entre y cuantificar una región del material activo de electrodo, una región del material conductor y una región de los poros en la muestra de sección transversal de electrodo, analizando la imagen fusionada.

El procedimiento para analizar un electrodo para una batería según una realización de la presente descripción tiene la ventaja de que es capaz de distinguir fácilmente entre los materiales constituyentes del electrodo, tales como un material activo de electrodo, un material conductor y poros, mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido.

El procedimiento para analizar un electrodo para una batería según una realización de la presente descripción puede ser para analizar un electrodo para una batería secundaria. Específicamente, el procedimiento para analizar un electrodo para una batería puede ser para analizar un electrodo positivo para una batería secundaria.

Según una realización de la presente descripción, el electrodo para una batería secundaria incluye un material activo de electrodo, un material conductor y poros. Además, el electrodo para una batería secundaria puede incluir diversos aditivos, tales como un aglutinante, que pueden mejorar el rendimiento del electrodo. El material activo de electrodo, el aglutinante, el material conductor y similares están distribuidos tridimensionalmente en el electrodo para una batería secundaria, y puede existir un gran número de poros en los huecos entre ellos. Es decir, los materiales constituyentes del electrodo, tales como un material activo de electrodo, un aglutinante y un material conductor, así como un gran número de poros, pueden constituir el electrodo para una batería secundaria.

Como material activo de electrodo, el aglutinante y el material conductor, que se incluyen en el electrodo para una batería secundaria, pueden seleccionarse y usarse materiales de uso común en la técnica, sin limitación particular. Específicamente, si el electrodo para una batería secundaria es un electrodo negativo, carboximetilcelulosa (CMC), un aglutinante a base de dieno tal como butadieno, un aglutinante a base de acrílico o similares pueden usarse como aglutinante. Además, como material activo de electrodo negativo, pueden usarse diversos tipos de materiales basados en carbono que incluyen grafito artificial, grafito natural o carbono duro, materiales no basados en carbono que contengan silicio (Si), óxido de litio y titanio (LTO), o similares, que pueden intercalar y desintercalar litio.

El procedimiento para analizar un electrodo para una batería según una realización de la presente descripción puede incluir además, antes de la etapa de preparar la muestra de sección transversal de electrodo, una etapa de rellenar los poros en el electrodo para una batería secundaria con un polímero que contiene un grupo epoxi impregnando el electrodo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi.

Específicamente, la etapa de rellenar los poros del electrodo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi puede incluir permitir que el polímero que contiene un grupo epoxi penetre en los poros del electrodo para una batería secundaria impregnando el electrodo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi. Como polímero que contiene un grupo epoxi, puede usarse un polímero en estado líquido. Usando el polímero en estado líquido que contiene un grupo epoxi, los poros del electrodo de una batería secundaria pueden rellenarse más eficazmente con el polímero que contiene un grupo epoxi. El proceso de impregnar los poros del electrodo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi puede llevarse a cabo mediante un procedimiento convencional conocido en la técnica. Por ejemplo, mediante un procedimiento de aplicar el polímero que contiene un grupo epoxi sobre el electrodo para una batería secundaria o de sumergir el electrodo para una batería secundaria en una solución del polímero que contiene un grupo epoxi, los poros del electrodo para una batería secundaria pueden impregnarse con el polímero que contiene un grupo epoxi.

Según una realización de la presente descripción, el procedimiento para analizar el electrodo para una batería puede incluir además una etapa para medir el valor de resistencia del polímero que contiene un grupo epoxi que rellena los poros de la muestra de sección transversal de electrodo. Como los poros del electrodo para una batería secundaria están rellenos del polímero que contiene un grupo epoxi, el valor de resistencia de los poros de la muestra de sección transversal de electrodo puede obtenerse mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido. Específicamente, los datos del valor de resistencia pueden obtenerse midiendo el valor de resistencia del material polimérico que rellena los poros. De este modo, es posible identificar la región en la que están ubicados los poros y distinguir con mayor precisión entre la región de material activo de electrodo, la región de material conductor y la región de poros en la muestra de sección transversal de electrodo a partir de la imagen fusionada.

Según una realización de la presente descripción, el polímero que contiene un grupo epoxi puede ser un polímero que

contiene un grupo epoxi producido mediante un procedimiento conocido o disponible en el mercado. Por ejemplo, el polímero que contiene un grupo epoxi puede incluir al menos uno de epoxietano (óxido de etileno), 1,3-epoxi-propano (óxido de trimetileno) y bisfenol-A-epiclorhidrina, pero el tipo de polímero que contiene un grupo epoxi no está limitado a ellos. Además, el polímero que contiene un grupo epoxi puede tener un peso molecular promedio en peso de 700 g/mol o menos. Además, puede usarse una solución del polímero que contiene un grupo epoxi para rellenar los poros del electrodo para una batería secundaria, y la solución del polímero que contiene un grupo epoxi puede incluir un agente de curado además del polímero que contiene un grupo epoxi.

Además, como polímero que contiene un grupo epoxi, puede usarse un polímero que tenga dos o más grupos epoxi. El polímero que contiene un grupo epoxi con dos o más grupos epoxi es un compuesto que tiene dos o más grupos epoxi en la molécula. Como polímero que contiene un grupo epoxi, puede usarse un polímero que contenga un grupo epoxi aromático o alifático o un polímero que contenga un grupo epoxi lineal o ramificado. Por ejemplo, puede usarse un polímero de resina epoxi que incluya una estructura cíclica en la estructura molecular. Específicamente, puede usarse un polímero de resina epoxi que incluya un grupo aromático (por ejemplo, un grupo fenilo). Un ejemplo específico de polímero que contiene un grupo epoxi que incluye un grupo aromático puede ser uno o una mezcla de dos o más seleccionados entre polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo bifenilo, polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo dicitopentadieno, polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo naftaleno, polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo fenol modificado con dicitopentadieno, polímeros que contienen un grupo epoxi a base de cresol, polímeros que contienen un grupo epoxi a base de bisfenol, polímeros que contienen un grupo epoxi a base de xiloxi, polímeros que contienen un grupo epoxi polifuncional, polímeros que contienen un grupo epoxi de fenol novolak, polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo trifenolmetano y polímeros que contienen un grupo epoxi de tipo trifenolmetano modificados con alquilo, pero sin limitarse a ellos.

Según una realización de la presente descripción, los materiales de electrodo se pulverizan irradiando el electrodo de una batería secundaria con un haz de iones generado en una pistola de iones de un aparato de fresado iónico. De este modo, es posible preparar una muestra de sección transversal de electrodo que tenga una sección transversal limpia sin daños físicos. Como la muestra de la sección transversal de electrodo tiene una sección transversal limpia sin daños físicos, los poros, el material activo de electrodo y el aglutinante en el electrodo para una batería secundaria pueden distinguirse más claramente unos de otros.

Según una realización de la presente descripción, el haz de iones puede ser un haz de iones de argón. Como el electrodo para una batería secundaria se irradia con el haz de iones de argón, la muestra de sección transversal de electrodo puede prepararse de forma más estable.

Según una realización de la presente descripción, la corriente del haz de iones del aparato de fresado iónico puede ser de 100 μA a 250 μA . Específicamente, la corriente del haz de iones del aparato de fresado iónico puede ser de 110 μA a 150 μA , o de 200 μA a 230 μA . Como la corriente del haz de iones del aparato de fresado iónico se ajusta dentro del intervalo anterior, el tiempo de preparación de la muestra de sección transversal de electrodo puede acortarse, y puede prepararse una muestra de sección transversal de electrodo que tenga una sección transversal más limpia evitando que los materiales de electrodo se vuelvan a depositar en la sección transversal de la muestra. De este modo, es posible calcular con mayor precisión la cobertura del material activo de electrodo del electrodo para una batería secundaria.

Según una realización de la presente descripción, la corriente de descarga del aparato de fresado iónico puede ser de 250 μA a 450 μA . Específicamente, la corriente de descarga del aparato de fresado iónico puede ser de 370 μA a 450 μA , o de 400 μA a 430 μA . Como la corriente de descarga del aparato de fresado iónico se ajusta dentro del intervalo descrito anteriormente, se puede evitar que disminuya la eficiencia operativa del aparato de fresado iónico, y se puede minimizar el tiempo de preparación de la muestra de sección transversal de electrodo.

Según una realización de la presente descripción, la distribución de los valores de resistencia de cada uno del material activo de electrodo, el material conductor y los poros incluidos en la muestra de sección transversal de electrodo se miden bidimensionalmente analizando la muestra de sección transversal de electrodo usando microscopía de resistencia de dispersión de barrido, se obtiene una imagen visualizando la distribución y se obtienen datos del valor de resistencia que incluyen estos valores de resistencia.

Según una realización de la presente descripción, la muestra de sección transversal de electrodo según una realización de la presente descripción se analiza en las condiciones de conducción de un microscopio de resistencia de dispersión de barrido para analizar muestras de sección transversal de electrodo en la técnica. Por ejemplo, en la presente descripción, se puede usar un sistema AFM NX-10 (Park Systems) equipado con un módulo de SSRM como microscopio de resistencia de dispersión de barrido, y Smart-Scan (Park Systems) como software de medición. Como condiciones específicas de conducción, se puede establecer el modo de contacto, y los píxeles de imagen a obtener pueden establecerse en 1024 X 1024, la velocidad de barrido puede establecerse entre 0,2 Hz y 0,25 Hz, la polarización puede establecerse en 2,0 V o menos, y el punto de ajuste puede establecerse en 1,0 V o menos.

Además, como sondas del AFM, pueden utilizarse sondas AFM de diamante sólido (IMEC) que tienen, cada una, una longitud de 465 μm , una anchura de 50 μm y un espesor de 5 μm y están hechas de diamante policristalino dopado

con B.

Según una realización de la presente descripción, los datos del valor de resistencia obtenidos mediante la microscopía de resistencia de dispersión de barrido se procesan y cambian a una escala logarítmica para obtener una imagen a escala logarítmica. Además, los datos del valor de resistencia obtenidos mediante la microscopía de resistencia de dispersión de barrido se procesan y se cambian a una escala lineal para obtener una imagen a escala lineal.

Como se ha descrito anteriormente, en el caso de la imagen a escala logarítmica, no es fácil distinguir entre el material activo de electrodo y el material conductor, y en el caso de la imagen a escala lineal, no es fácil distinguir entre el material activo de electrodo y los poros.

Sin embargo, el procedimiento para analizar un electrodo para una batería según una realización de la presente descripción tiene la ventaja de que puede distinguir más claramente entre el material activo de electrodo, el material conductor y los poros, que están incluidos en la muestra de sección transversal de electrodo, analizando la imagen fusionada obtenida fusionando la imagen a escala logarítmica y la imagen a escala lineal obtenidas a partir de los datos del valor de resistencia.

Según la presente invención, el procedimiento para analizar un electrodo para una batería incluye además una etapa para distinguir y cuantificar la región de material activo de electrodo, la región de material conductor y la región de poros en la muestra de sección transversal de electrodo analizando la imagen fusionada. Además, el procedimiento para analizar un electrodo para una batería puede incluir además una etapa para distinguir y cuantificar la región de material activo de electrodo, la región de material conductor, la región de poros y la región de aglutinante en la muestra de sección transversal de electrodo analizando la imagen fusionada.

Según una realización de la presente descripción, la etapa de cuantificación puede incluir una etapa de obtención de un histograma en la que los materiales que constituyen la muestra de sección transversal de electrodo se muestran por separado, analizando la imagen fusionada. Específicamente, es posible determinar si una región correspondiente a cada píxel del histograma obtenido es la región de material activo de electrodo, la región de material conductor o la región de poros. Usando la información de cada píxel cuya región correspondiente se determinó, es posible cuantificar fácilmente las áreas y distribuciones de la región de material activo de electrodo, la región de material conductor y la región de poros en la imagen fusionada.

Modo de la invención

En lo sucesivo en esta invención, la presente descripción se describirá en detalle con referencia a ejemplos. Sin embargo, los ejemplos según la presente divulgación pueden modificarse a diferentes formas, y el alcance de la presente divulgación no se interpreta como limitado a los ejemplos descritos a continuación. Los ejemplos de la presente memoria descriptiva se proporcionan para explicar de manera más completa la presente divulgación a un experto en la materia. La invención se define por las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplo 1

Preparación de la sección transversal de electrodo positivo

Muestra

Se preparó un electrodo positivo para una batería secundaria (LG Chem., Ltd.) que incluye un material activo de electrodo positivo (NCM622, Nichia) y un material conductor (FX35, Denka). Además, como polímero que contiene un grupo epoxi, se preparó una solución que contenía un polímero a base de epoxi que tiene un peso molecular promedio en peso de unos 700 g/mol o menos. El electrodo positivo para una batería secundaria se sumergió en la solución de polímero a base de epoxi preparada para rellenar los poros del electrodo positivo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi. A continuación, se cortó la superficie del electrodo positivo para una batería secundaria mediante irradiación con un haz de iones de argón (Ar) focalizado procedente de un dispositivo de fresado iónico (IM 4000, Hitachi) que emite un haz de iones de argón, preparando así una muestra de sección transversal de electrodo positivo que tiene una sección transversal limpia. La irradiación con haz de iones de argón se realizó a una corriente de descarga de 400 μ A, una corriente de haz de iones de 130 μ A y un caudal de gas de 1 cm³/min durante 3 horas.

Adquisición de la imagen fusionada

Usando un microscopio de resistencia de propagación por barrido (sistema AFM NX-10; Park Systems), se midió el valor de resistencia del material activo de electrodo positivo, el valor de resistencia del material conductor y el valor de resistencia del polímero que contiene un grupo epoxi que rellena los poros a partir de la muestra de sección transversal de electrodo positivo preparada. En este momento, como condiciones de conducción del microscopio de resistencia de dispersión de barrido, se estableció el modo de contacto, los píxeles de imagen a obtener se establecieron en 1024 X 1024, la velocidad de barrido se estableció en 0,2 Hz, la polarización se estableció en 2,0 V y el punto de ajuste se

estableció en 1,0 V.

A continuación, usando el software XEI (Park Systems) incluido en el microscopio de resistencia de dispersión de barrido, los datos del valor de resistencia obtenidos se cambiaron a una escala logarítmica para obtener una imagen a escala logarítmica, y los datos del valor de resistencia se cambiaron a una escala lineal para obtener una imagen a escala lineal.

A continuación, usando el software Avizo (FEI), la imagen a escala logarítmica obtenida y la imagen a escala lineal se fusionaron entre sí para obtener una imagen fusionada, y se obtuvo un histograma a partir de la imagen fusionada.

Ejemplo comparativo 1

Se preparó una muestra de sección transversal de electrodo positivo de la misma manera que en el ejemplo 1 anterior, y se obtuvieron datos del valor de resistencia usando un microscopio de resistencia de dispersión de barrido. A continuación, los datos del valor de resistencia obtenidos se cambiaron a una escala lineal para obtener una imagen a escala lineal del mismo modo que en el ejemplo 1 anterior, y se obtuvo un histograma a partir de la imagen a escala lineal.

Ejemplo comparativo 2

Se preparó una muestra de sección transversal de electrodo positivo de la misma manera que en el ejemplo 1 anterior, y se obtuvieron datos del valor de resistencia usando un microscopio de resistencia de dispersión de barrido. A continuación, los datos del valor de resistencia obtenidos se cambiaron a una escala logarítmica para obtener una imagen a escala logarítmica del mismo modo que en el ejemplo 1 anterior, y se obtuvo un histograma a partir de la imagen a escala logarítmica.

La figura 1 muestra la imagen fusionada (a) según el Ejemplo 1 de la presente descripción y el histograma (b) obtenido a partir de la imagen fusionada. Además, la figura 2 muestra la imagen a escala lineal (a) según el ejemplo comparativo 1 y el histograma (b) obtenido a partir de la imagen a escala lineal. Además, la figura 3 muestra la imagen a escala logarítmica (a) según el ejemplo comparativo 2 y el histograma (b) obtenido a partir de la imagen a escala logarítmica.

En referencia a la figura 1, se confirmó que, en el histograma obtenido a partir de la imagen fusionada obtenida fusionando la imagen a escala logarítmica con la imagen a escala lineal, los píxeles correspondientes al material activo de electrodo positivo, al material conductor y a los poros, respectivamente, se distinguían claramente unos de otros. Es decir, puede verse que las áreas y distribuciones de la región de material activo de electrodo, la región de material conductor y la región de poros en la imagen fusionada pueden cuantificarse fácilmente usando la información de cada píxel cuya región correspondiente se determinó.

Por el contrario, en referencia a la figura 2, se confirmó que, en el histograma obtenido a partir de la imagen a escala lineal, los píxeles correspondientes al material activo positivo de electrodo y a los poros, respectivamente, no se distinguían claramente entre sí. Además, en referencia a la figura 3, se confirmó que, en el histograma obtenido a partir de la imagen a escala logarítmica, los píxeles correspondientes al material activo de electrodo positivo y al material conductor, respectivamente, no se distinguían claramente entre sí.

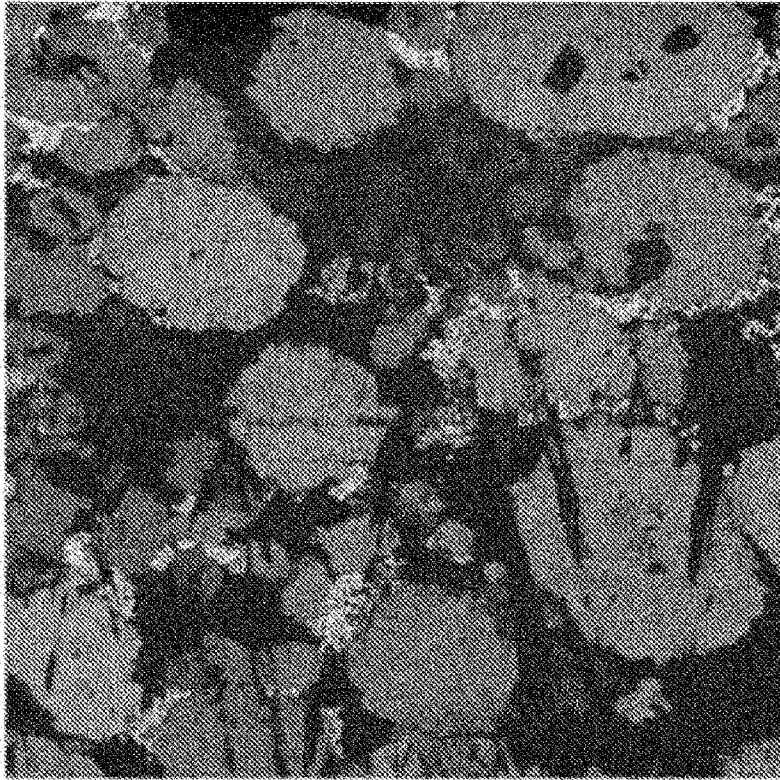
Es decir, puede verse que el procedimiento convencional de analizar el electrodo para una batería usando únicamente la imagen a escala lineal o la imagen a escala logarítmica no puede cuantificar con precisión las áreas y distribuciones de la región de material activo de electrodo, la región de material conductor y la región de poros.

REIVINDICACIONES

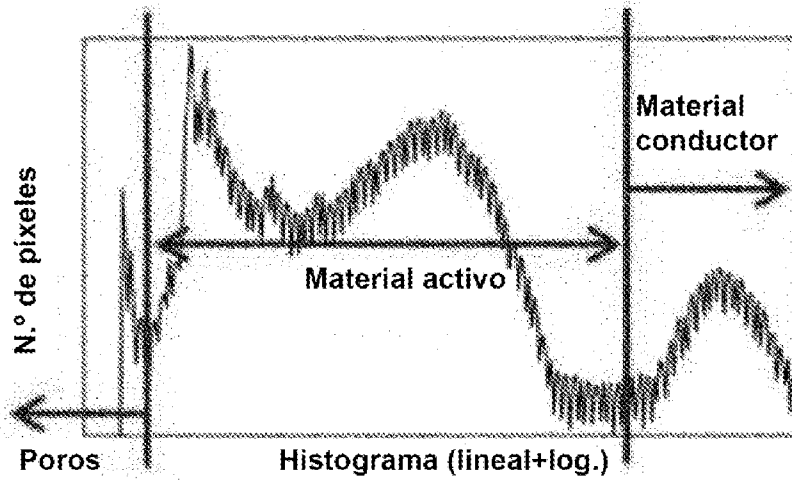
1. Un procedimiento para analizar un electrodo para una batería, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
5 preparar un electrodo para una batería secundaria que comprende un material activo de electrodo, un material conductor y poros;
preparar una muestra de sección transversal de electrodo irradiando el electrodo para una batería secundaria con un haz de iones procedente de un aparato de fresado iónico; obtener datos del valor de resistencia del material activo de electrodo, del material conductor y de los poros de la muestra de sección transversal de electrodo mediante microscopía de resistencia de dispersión de barrido;
10 obtener una imagen a escala logarítmica cambiando los datos del valor de resistencia a una escala logarítmica; obtener una imagen a escala lineal cambiando los datos del valor de resistencia a una escala lineal; obtener una imagen fusionada fusionando la imagen a escala logarítmica con la imagen a escala lineal; y
15 distinguir entre y cuantificar una región del material activo de electrodo, una región del material conductor y una región de los poros en la muestra de sección transversal de electrodo, analizando la imagen fusionada.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además, antes de la etapa de preparar la muestra de sección transversal de electrodo, una etapa de rellenar poros en el electrodo para una batería secundaria con un polímero que contiene un grupo epoxi impregnando el electrodo para una batería secundaria con el polímero que contiene un grupo epoxi.
20
3. El procedimiento según la reivindicación 2, que comprende además una etapa de medir un valor de resistencia del polímero que contiene un grupo epoxi que rellena los poros de la muestra de sección transversal de electrodo.
25
4. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el haz de iones es un haz de iones de argón.
5. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que una corriente del haz de iones del aparato de fresado iónico es de 100 μ A a 250 μ A.
30

[Fig.1]

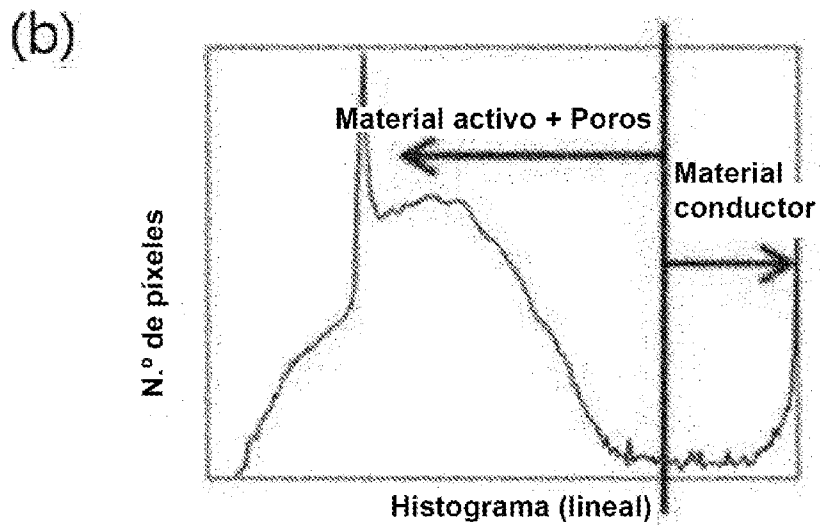
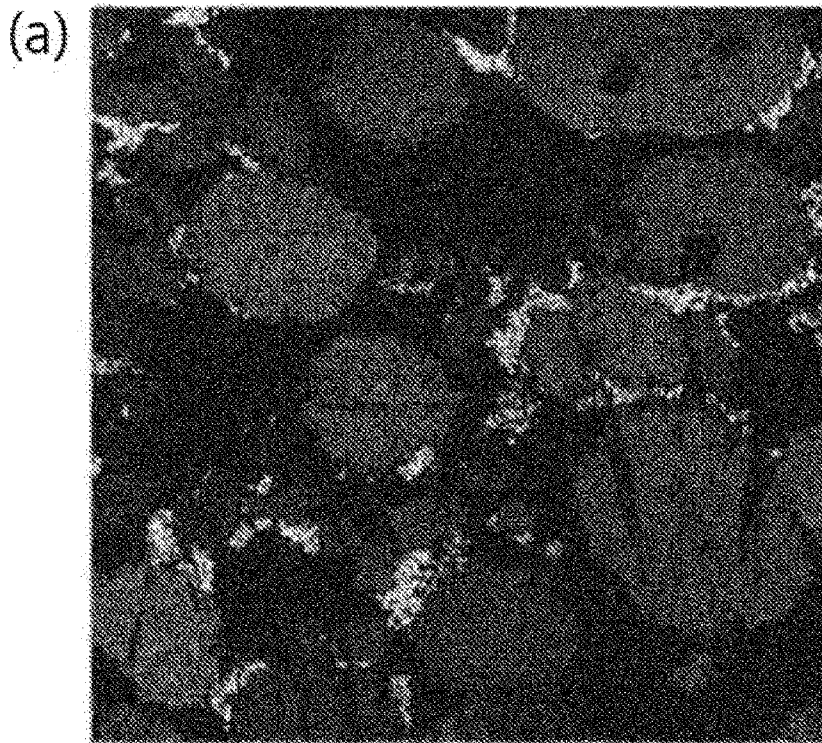
(a)



(b)



[Fig.2]



[Fig. 3]

