

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 7 部門第 1 区分

【発行日】平成 23 年 11 月 4 日 (2011.11.4)

【公開番号】特開 2010-97947 (P2010-97947A)

【公開日】平成 22 年 4 月 30 日 (2010.4.30)

【年通号数】公開・登録公報 2010-017

【出願番号】特願 2009-271546 (P2009-271546)

【国際特許分類】

H 0 1 M 4/505 (2010.01)

C 0 1 G 45/00 (2006.01)

【F I】

H 0 1 M 4/50 1 0 2

C 0 1 G 45/00

【手続補正書】

【提出日】平成 23 年 9 月 16 日 (2011.9.16)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一般式 $\text{Li}(\text{Li}_x\text{Mg}_y\text{Al}_z\text{Mn}_{2-x-y-z})\text{O}_4$ (但し、 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 、 $0.02 \leq y \leq 0.07$ 、 $0.06 \leq z \leq 0.14$) で表わされるスピネル型 (Fd3 - m) リチウム遷移金属酸化物であって、
ファンダメンタル法を用いたリートベルト法で測定される Li - O の原子間距離が $1.971 \sim 2.006$ であり、且つ、Mn - O の原子間距離が $1.932 \sim 1.948$ であるスピネル型リチウム遷移金属酸化物。

【請求項 2】

Li - O の原子間距離が $1.971 \sim 2.004$ であることを特徴とする請求項 1 記載のスピネル型リチウム遷移金属酸化物。

【請求項 3】

結晶子サイズが $170 \text{ nm} \sim 490 \text{ nm}$ であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のスピネル型リチウム遷移金属酸化物。

【請求項 4】

比表面積が $0.35 \sim 0.80 \text{ m}^2/\text{g}$ であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 の何れかに記載のスピネル型リチウム遷移金属酸化物。

【請求項 5】

請求項 1 ～ 4 の何れかに記載のスピネル型リチウム遷移金属酸化物と、ホウ素化合物とを含有するリチウム電池用正極活物質材料。

【請求項 6】

丸く凝集した凝集粒子を含有することを特徴とする請求項 5 に記載のリチウム電池用正極活物質材料。

【請求項 7】

スピネル型リチウム遷移金属酸化物の結晶子サイズが $500 \text{ nm} \sim 2000 \text{ nm}$ であることを特徴とする請求項 5 又は 6 に記載のリチウム電池用正極活物質材料。

【請求項 8】

請求項 1 ～ 4 の何れかに記載のスピネル型リチウム遷移金属酸化物、或いは、請求項 5

～ 7 の何れかに記載のリチウム電池用正極活物質材料を正極活物質として備えたハイブリッド電気自動車用のリチウム電池。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

本発明は、一般式 $Li(Li_xMg_yAl_zMn_{2-x-y-z})O_4$ (但し、 $0.01 \leq x \leq 0.08$ 、 $0.02 \leq y \leq 0.07$ 、 $0.06 \leq z \leq 0.14$) で表わされるスピネル型 (Fd3-m) リチウム遷移金属酸化物であって、ファンダメンタル法を用いたリートベルト法で測定される Li-O の原子間距離が $1.971 \sim 2.006$ であり、且つ、Mn-O の原子間距離が $1.932 \sim 1.948$ であるスピネル型リチウム遷移金属酸化物を提案する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0070】

(実施例 2 ～ 9 ・ 比較例 1 ～ 4)

各原料の配合量、開放面積と充填高さの比 (開放面積 cm^2 / 充填高さ cm) および焼成温度、(保持温度)を、表 1 に示すように変更した以外、実施例 1 と同様にしてサンプルを得た。

得られたサンプルの ICP 分析による組成、Li-O 及び Mn-O の原子間距離 (「Li-O」「Mn-O」)、結晶子サイズ、比表面積 (SSA)、出力特性評価結果 (「出力」) および高温サイクル寿命特性評価結果 (「高温サイクル」) を表 2 に示した。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0077

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0077】

【表 1】

	秤量				開放面積(cm ²) ／充填高さ (cm)	昇温速度	焼成温度
	Li ₂ CO ₃	MnO ₂	MgO	Al(OH) ₃		°C／hr	°C
実施例1	20.13	84.46	0.66	4.76	100	150	825
実施例2	20.13	84.46	0.66	4.76	100	150	850
実施例3	20.13	84.46	0.66	4.76	100	150	875
実施例4	20.13	84.46	0.66	4.76	100	150	900
実施例5	20.23	85.37	1.29	3.11	100	150	825
実施例6	20.23	85.37	1.29	3.11	100	150	850
実施例7	20.23	85.37	1.29	3.11	100	150	875
実施例8	20.23	85.37	1.29	3.11	100	150	900
実施例9	20.13	84.46	0.66	4.76	100	150	815
比較例1	20.02	83.99	0.00	5.99	60	150	875
比較例2	20.02	83.99	0.00	5.99	60	150	900
比較例3	20.13	84.46	0.66	4.76	60	150	825
比較例4	20.13	84.46	0.66	4.76	60	150	900
実施例10	1797.8	7714.0	57.5	430.7	100	150	790
比較例6	20.08	85.98	0.0	3.94	100	150	750

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 7 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 7 8】

【表 2】

	組成				Li-O	Mn-O	結晶子サイ ズ	SSA	出力	高温サイクル
	Li	Mn	Mg	Al	Å	Å	nm	m ² /g	%	%
実施例1	1.02	1.83	0.03	0.12	2.004	1.933	129	0.90	102	103
実施例2	1.02	1.83	0.03	0.12	2.003	1.933	161	0.72	105	103
実施例3	1.02	1.83	0.03	0.12	1.998	1.935	220	0.58	105	113
実施例4	1.02	1.83	0.03	0.12	1.990	1.937	356	0.42	106	112
実施例5	1.02	1.84	0.06	0.08	1.999	1.936	151	1.08	103	101
実施例6	1.02	1.84	0.06	0.08	1.990	1.940	206	0.79	108	106
実施例7	1.02	1.84	0.06	0.08	1.990	1.940	311	0.50	112	110
実施例8	1.02	1.84	0.06	0.08	1.978	1.945	490	0.38	113	102
実施例9	1.02	1.83	0.03	0.12	2.006	1.933	126	0.90	102	100
比較例1	1.02	1.83	0.00	0.15	2.010	1.931	169	0.60	95	100
比較例2	1.02	1.83	0.00	0.15	2.008	1.930	248	0.44	95	95
比較例3	1.02	1.83	0.03	0.12	2.008	1.931	82	1.05	100	100
比較例4	1.02	1.83	0.03	0.12	1.970	1.949	370	0.38	95	100

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 0 8 0

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 8 0 】

【表 4】

	Rwp	GOF
	-	-
実施例1	7.3	1.93
実施例2	7.0	1.87
実施例3	6.6	1.75
実施例4	5.7	1.52
実施例5	6.5	1.69
実施例6	6.1	1.62
実施例7	5.9	1.55
実施例8	5.1	1.35
実施例9	7.3	1.94
比較例1	7.3	1.92
比較例2	6.2	1.63
比較例3	6.6	1.92
比較例4	5.7	1.55
実施例10	5.7	1.53
比較例6	4.5	1.40

【手続補正 7】

【補正対象書類名】 図面

【補正対象項目名】 図 2

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【図 2】

