【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】令和5年10月16日(2023.10.16)

【国際公開番号】WO2021/074593
【公表番号】特表2023-501888(P2023-501888A)
【公表日】令和5年1月20日(2023.1.20)
【年通号数】公開公報(特許)2023-012
【出願番号】特願2022-522980(P2022-522980)
【国際特許分類】
Ｈ０１Ｍ　4/485(2010.01)
Ｈ０１Ｍ　4/36(2006.01)
Ｈ０１Ｍ10/054(2010.01)
Ｈ０１Ｍ10/052(2010.01)
Ｃ０１Ｇ41/00(2006.01)
Ｃ０１Ｇ33/00(2006.01)
Ｃ０１Ｇ39/00(2006.01)
【ＦＩ】
Ｈ０１Ｍ　4/485
Ｈ０１Ｍ　4/36　　Ｃ
Ｈ０１Ｍ10/054
Ｈ０１Ｍ10/052
Ｃ０１Ｇ41/00　　Ａ
Ｃ０１Ｇ33/00　　Ａ
Ｃ０１Ｇ39/00　　Ｚ

【手続補正書】
【提出日】令和5年10月5日(2023.10.5)
【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［Ｍ］［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{z}$によって表される活電極材料であって、
前記活電極材料が酸素欠損であり、
ＭがＭｇ、Ｃｒ、Ｗ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つからなり、
ｙが０．５≦ｙ≦４９を満たし、
ｚが４≦ｚ≦１２４を満たす、前記活電極材料。
【請求項２】
ｚがｚ＝（ｚ’－ｚ’α）として定義され、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項３】
（ｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、Ｚｎ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇ、Ｎｉ、もしくはＨｆの１つからなる、または
（ｉｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、Ｚｎ、Ｇａ、もしくはＧｅの１つからなる、または
（ｉｉｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、もしくはＺｎの１つからなる、請求項１又は２に記載の活電極材料。

【請求項４】
一般式［Ｍ］$_{x}$［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{（ｚ’－ｚ’α）}$によって表され、
ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
Ｗ$_{7}$Ｎｂ$_{4}$Ｏ$_{（３１－３１α）}$
Ｗ$_{9}$Ｎｂ$_{8}$Ｏ$_{（４７－４７α）}$
Ｚｎ$_{2}$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{（８７－８７α）}$
Ｃｕ$_{2}$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{（８７－８７α）}$
ＡｌＮｂ$_{11}$Ｏ$_{（２９－２９α）}$
ＧａＮｂ$_{11}$Ｏ$_{（２９－２９α）}$
ＧｅＮｂ$_{18}$Ｏ$_{（４７－４７α）}$
Ｗ$_{16}$Ｎｂ$_{-18}$Ｏ$_{（９３－９３α）}$
Ｗ$_{5}$Ｎｂ$_{16}$Ｏ$_{（５５－５５α）}$
ＡｌＮｂ$_{49}$Ｏ$_{（１２４－１２４α）}$
ＧａＮｂ$_{49}$Ｏ$_{（１２４－１２４α）}$からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１～３のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項５】
一般式［Ｍ］$_{x}$［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{（ｚ’－ｚ’α）}$によって表され、
ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
Ｗ$_{7}$Ｎｂ$_{4}$Ｏ$_{（３１－３１α）}$
Ｗ$_{9}$Ｎｂ$_{8}$Ｏ$_{（４７－４７α）}$
Ｚｎ$_{2}$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{（８７－８７α）}$
ＡｌＮｂ$_{11}$Ｏ$_{（２９－２９α）}$
ＧｅＮｂ$_{18}$Ｏ$_{（４７－４７α）}$からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１～４のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項６】
一般式［Ｍ］$_{x}$［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{（ｚ’－ｚ’α）}$によって表され、
ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$
Ｗ$_{7}$Ｎｂ$_{4}$Ｏ$_{（３１－３１α）}$
Ｗ$_{9}$Ｎｂ$_{8}$Ｏ$_{（４７－４７α）}$からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１～５のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項７】
前記活電極材料は式ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項８】
前記活電極材料は式ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{（３３－３３α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項９】
前記活電極材料は式Ｗ$_{5}$Ｎｂ$_{16}$Ｏ$_{（５５－５５α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項１０】
前記活電極材料は式Ｗ$_{7}$Ｎｂ$_{4}$Ｏ$_{（３１－３１α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項１１】
前記活電極材料は式Ｚｎ$_{2}$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{（８７－８７α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項１２】
前記活電極材料は式ＡｌＮｂ$_{11}$Ｏ$_{（２９－２９α）}$を有し、αが０＜α≦０．０５を満

たす、請求項１に記載の活電極材料。
【請求項１３】
前記活電極材料が、一般式［Ｗ］［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{z}$によって表され、任意選択で、前記活電極材料が、$WNb_{12}O_{(33-33\alpha)}$、$W_{7}Nb_{4}O_{(31-31\alpha)}$、$W_{9}Nb_{8}O_{(47-47\alpha)}$、$W_{16}Nb_{18}O_{(93-93\alpha)}$、および$W_{5}Nb_{16}O_{(55-55\alpha)}$から選択され、αが０＜α≦０．０５を満たす、請求項１に記載の活電極材料。.
【請求項１４】
Ｘ線回折によって決定された前記活電極材料の結晶構造は、未改質形態の前記活電極材料の結晶構造に対応し、前記未改質形態は、前記一般式［Ｍ］［Ｎｂ］$_{y}$［Ｏ］$_{z}$によって表され、前記未改質形態は酸素欠損ではなく、前記未改質形態は、$M2^{I}Nb_{5}O_{13}$、$M2^{I}_{6}Nb_{10.8}O_{30}$、$M2^{II}Nb_{2}O_{6}$、$M2^{II}_{2}Nb_{34}O_{87}$、$M2^{III}Nb_{11}O_{29}$、$M2^{III}Nb_{49}O_{124}$、$M2^{IV}Nb_{24}O_{62}$、$M2^{IV}Nb_{2}O_{7}$、$M2^{IV}_{2}Nb_{10}O_{29}$、$M2^{IV}_{2}Nb_{14}O_{39}$、$M2^{IV}Nb_{14}O_{37}$、$M2^{IV}Nb_{6}O_{17}$、$M2^{IV}Nb_{18}O_{47}$、$M2^{V}Nb_{9}O_{25}$、$M2^{V}_{4}Nb_{18}O_{55}$、$M2^{V}_{3}Nb_{17}O_{50}$、$M2^{VI}Nb_{12}O_{33}$、$M2^{VI}_{4}Nb_{26}O_{77}$、$M2^{VI}_{3}Nb_{14}O_{44}$、$M2^{VI}_{5}Nb_{16}O_{55}$、$M2^{VI}_{8}Nb_{18}O_{69}$、$M2^{VI}Nb_{2}O_{8}$、$M2^{VI}_{16}Nb_{18}O_{93}$、$M2^{VI}_{20}Nb_{22}O_{115}$、$M2^{VI}_{9}Nb_{8}O_{47}$、$M2^{VI}_{82}Nb_{54}O_{381}$、$M2^{VI}_{31}Nb_{20}O_{143}$、$M2^{VI}_{7}Nb_{4}O_{31}$、$M2^{VI}_{15}Nb_{2}O_{50}$、$M2^{VI}_{3}Nb_{2}O_{14}$、及び$M2^{VI}_{11}Nb_{12}O_{63}$から選択され、前記数字Ｉ、ＩＩ、ＩＩＩ、ＩＶ、Ｖ、及びＶＩは、Ｍの酸化状態を表す、請求項１～１３のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項１５】
前記材料の少なくとも一部は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造及び／または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、または実質的に全ての前記活電極材料は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造及び／または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、請求項１～１４のいずれか１項に記載の活電極材料。
【請求項１６】
前記活電極材料は、複数の一次結晶子を含み、前記一次結晶子の一部または全ては、任意選択で二次粒子に凝集する、請求項１～１５のいずれか１項に記載の活電極材料。
【請求項１７】
前記一次結晶子の平均直径は、１０ｎｍ～１０μｍである、請求項１６に記載の活電極材料。
【請求項１８】
前記一次結晶子の一部または全ては、二次粒子に凝集し、前記二次粒子の平均直径は、１μｍ～３０μｍである、請求項１６または請求項１７に記載の活電極材料。
【請求項１９】
前記活電極材料は、前記一次結晶子及び／または前記二次粒子の表面に形成された炭素被覆を含む、請求項１６～１８のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項２０】
前記炭素被覆は、前記活電極材料の総重量に基づいて、最大で５ｗ／ｗ％までの量で存在する、請求項１９に記載の活電極材料。
【請求項２１】
前記活電極材料は、０．１～１００m^{2}／ｇ、または０．５～５０m^{2}／ｇ、または１～２０m^{2}／ｇの範囲のＢＥＴ表面積を有する、請求項１～２０のいずれかに記載の活電極材料。
【請求項２２】
Ｘ線回折分析によって決定された前記活電極材料の結晶構造が、
（ｉ）$MoNb_{12}O_{33}$
$WNb_{12}O_{33}$
$W_{7}Nb_{4}O_{31}$

$W_9Nb_8O_{47}$
$Zn_2Nb_{34}O_{87}$
$Cu_2Nb_{34}O_{87}$
$AlNb_{11}O_{29}$
$GaNb_{11}O_{29}$
$GeNb_{18}O_{47}$
$W_{16}Nb_{18}O_{93}$
$W_5Nb_{16}O_{55}$
$AlNb_{49}O_{124}$
$GaNb_{49}O_{124}$、または
（ｉｉ）$MoNb_{12}O_{33}$
$WNb_{12}O_{33}$
$W_4Nb_7O_{31}$
$W_9Nb_8O_{47}$
$Zn_2Nb_{34}O_{87}$
$AlNb_{11}O_{29}$
$GeNb_{18}O_{47}$、または
（ｉｉｉ）$MoNb_{12}O_{33}$
$WNb_{12}O_{33}$
$W_7Nb_4O_{31}$
$W_9Nb_8O_{47}$
の１つ以上の結晶構造に対応する、請求項１～２１のいずれか１項に記載の活電極材料。

【請求項２３】
Ｌｉ及び／またはＮａをさらに含む、請求項１～２２のいずれか１項に記載の活電極材料。

【請求項２４】
アノード、カソード、及び前記アノードと前記カソードとの間に配置された電解質を含む電気化学デバイスであって、前記アノードが、請求項１～２３のいずれか１項に記載の活電極材料を含む、前記電気化学デバイス。

【請求項２５】
請求項１～２３のいずれか１項に記載の活電極材料の製造方法であって、前記方法は、
１つ以上の前駆体材料を提供することと、
前記前駆体材料を混合して前駆体材料混合物を形成することと、
前記前駆体材料混合物を４００℃～１３５０℃の温度範囲で熱処理して、前記活電極材料を形成することと、
のステップを含み、
前記方法は、不活性ガス雰囲気中または還元性ガス雰囲気中で、５００℃を超える温度で前記活電極材料を熱処理して、前記活電極材料中に酸素欠損を形成する後処理ステップを含む、前記方法。

_

【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１８９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１８９】
Ｇｏｏｄｅｎｏｕｇｈ ａｎｄ Ｐａｒｋ，“Ｔｈｅ Ｌｉ－Ｉｏｎ Ｒｅｃｈａｒｇｅａｂｌｅ Ｂａｔｔｅｒｙ：Ａ Ｐｅｒｓｐｅｃｔｉｖｅ”，Ｊｏｕｒｎａｌ ｏｆ ｔｈｅ Ａｍｅｒｉｃａｎ Ｃｈｅｍｉｃａｌ Ｓｏｃｉｅｔｙ ２０１３ １３５（４），１１６７－１１７６，ＤＯＩ：１０．１０２１／ｊａ３０９１４３８

Griffith et al., “High−Rate Intercalation without Nanostructuring in Metastable Nb_2O_5 Bronze Phases, Journal of the American Chemical Society 2016 138 (28), 8888−8899, DOI: 10.1021/jacs.6b04345
Griffith et al., “Structural Stability from Crystallographic Shear in TiO_2 Nb_2O_5 Phases: Cation Ordering and Lithiation Behavior of $TiNb_{24}O_{62}$” Inorganic Chemistry (2017), 56, 7, 4002−4010
Montemayor et al., “Lithium insertion in two tetragonal tungsten bronze type phases, M8W9O47 (M = Nb and Ta)”, Journal of Material Chemistry (1998), 8, 2777−2781
Zhou et al., “Facile Spray Drying Route for the Three−Dimensional Graphene Encapsulated Fe_2O_3 Nanoparticles for Lithium Ion Battery Anodes”, Ind. Eng. Chem. Res. (2013), 52, 1197−1204
Zhu et al., “$MoNb_{12}O_{33}$ as a new anode material for high− capacity, safe, rapid and durable Li+ storage: structural characteristics, electrochemical properties and working mechanisms”, J. Mater. Chem. A. (2019), 7, 6522−6532
Yang et al., “Porous $ZrNb_{24}O_{62}$ Nanowires with Pseudocapacitive Behavior Achieve High−Performance Lithium−Ion Storage”. J. Mater. Chem. A. (2017) 5. 10.1039/C7TA07347J.

本発明の具体的態様は以下のとおりである。

[態様１]

一般式［Ｍ］［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_z$によって表される活電極材料であって、

前記活電極材料が酸素欠損であり、

ＭがＭｇ、Ｃｒ、Ｗ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つからなり、

ｙが０．５≦ｙ≦４９を満たし、

ｚが４≦ｚ≦１２４を満たす、前記活電極材料。

[態様２]

ｚがｚ＝（ｚ’−ｚ’α）として定義され、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。

[態様３]

（ｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、Ｚｎ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇ、Ｎｉ、もしくはＨｆの１つからなる、または

（ｉｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、Ｚｎ、Ｇａ、もしくはＧｅの１つからなる、または

（ｉｉｉ）Ｍが、Ｍｏ、Ｗ、Ａｌ、もしくはＺｎの１つからなる、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。

[態様４]

一般式［Ｍ］$_x$［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_{（z’−z’α）}$によって表され、

$MoNb_{12}O_{（33−33α）}$

$WNb_{12}O_{（33−33α）}$

W_7Nb_4O（３１－３１α）
W_9Nb_8O（４７－４７α）
$Zn_2Nb_{34}O$（８７－８７α）
$Cu_2Nb_{34}O$（８７－８７α）
$AlNb_{11}O$（２９－２９α）
$GaNb_{11}O$（２９－２９α）
$GeNb_{18}O$（４７－４７α）
$W_{16}Nb_{18}O$（９３－９３α）
$W_5Nb_{16}O$（５５－５５α）
$AlNb_{49}O$（１２４－１２４α）
$GaNb_{49}O$（１２４－１２４α）からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。
[態様５]
一般式［Ｍ］$_x$［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_{(z'-z'\alpha)}$によって表され、
$MoNb_{12}O$（３３－３３α）
$WNb_{12}O$（３３－３３α）
W_7Nb_4O（３１－３１α）
W_9Nb_8O（４７－４７α）
$Zn_2Nb_{34}O$（８７－８７α）
$AlNb_{11}O$（２９－２９α）
$GeNb_{18}O$（４７－４７α）からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。
[態様６]
一般式［Ｍ］$_x$［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_{(z'-z'\alpha)}$によって表され、
$MoNb_{12}O$（３３－３３α）
$WNb_{12}O$（３３－３３α）
W_7Nb_4O（３１－３１α）
W_9Nb_8O（４７－４７α）からなる群から選択され、
αが０＜α≦０．０５を満たす、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。
[態様７]
前記活電極材料は式$MoNb_{12}O$（３３－３３α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様８]
前記活電極材料は式$WNb_{12}O$（３３－３３α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様９]
前記活電極材料は式$W_5Nb_{16}O$（５５－５５α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様１０]
前記活電極材料は式W_7Nb_4O（３１－３１α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様１１]
前記活電極材料は式$Zn_2Nb_{34}O$（８７－８７α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様１２]
前記活電極材料は式$AlNb_{11}O$（２９－２９α）を有し、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。
[態様１３]
前記活電極材料が、一般式［Ｗ］［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_z$によって表され、任意選択で、前記活電極材料が、$WNb_{12}O$（３３－３３α）、W_7Nb_4O（３１－３１α）、W_9Nb

$_8$Ｏ（４７－４７α）、Ｗ$_{16}$Ｎｂ$_{18}$Ｏ（９３－９３α）、およびＷ$_5$Ｎｂ$_{16}$Ｏ（５５－５５α）から選択され、αが０＜α≦０．０５を満たす、態様１に記載の活電極材料。

[態様１４]

Ｘ線回折によって決定された前記活電極材料の結晶構造は、未改質形態の前記活電極材料の結晶構造に対応し、前記未改質形態は、前記一般式［Ｍ］［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_z$によって表され、前記未改質形態は酸素欠損ではなく、前記未改質形態は、Ｍ２^{I}Ｎｂ$_5$Ｏ$_{13}$、Ｍ２$^{I}_6$Ｎｂ$_{10.8}$Ｏ$_{30}$、Ｍ２^{II}Ｎｂ$_2$Ｏ$_6$、Ｍ２$^{II}_2$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{87}$、Ｍ２^{III}Ｎｂ$_{11}$Ｏ$_{29}$、Ｍ２^{III}Ｎｂ$_{49}$Ｏ$_{124}$、Ｍ２^{IV}Ｎｂ$_{24}$Ｏ$_{62}$、Ｍ２^{IV}Ｎｂ$_2$Ｏ$_7$、Ｍ２$^{IV}_2$Ｎｂ$_{10}$Ｏ$_{29}$、Ｍ２$^{IV}_2$Ｎｂ$_{14}$Ｏ$_{39}$、Ｍ２^{IV}Ｎｂ$_{14}$Ｏ$_{37}$、Ｍ２^{IV}Ｎｂ$_6$Ｏ$_{17}$、Ｍ２^{IV}Ｎｂ$_{18}$Ｏ$_{47}$、Ｍ２^{V}Ｎｂ$_9$Ｏ$_{25}$、Ｍ２$^{V}_4$Ｎｂ$_{18}$Ｏ$_{55}$、Ｍ２$^{V}_3$Ｎｂ$_{17}$Ｏ$_{50}$、Ｍ２^{VI}Ｎｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$、Ｍ２$^{VI}_4$Ｎｂ$_{26}$Ｏ$_{77}$、Ｍ２$^{VI}_3$Ｎｂ$_{14}$Ｏ$_{44}$、Ｍ２$^{VI}_5$Ｎｂ$_{16}$Ｏ$_{55}$、Ｍ２$^{VI}_8$Ｎｂ$_{18}$Ｏ$_{69}$、Ｍ２^{VI}Ｎｂ$_2$Ｏ$_8$、Ｍ２$^{VI}_{16}$Ｎｂ$_{18}$Ｏ$_{93}$、Ｍ２$^{VI}_{20}$Ｎｂ$_{22}$Ｏ$_{115}$、Ｍ２$^{VI}_9$Ｎｂ$_8$Ｏ$_{47}$、Ｍ２$^{VI}_{82}$Ｎｂ$_{54}$Ｏ$_{381}$、Ｍ２$^{VI}_{31}$Ｎｂ$_{20}$Ｏ$_{143}$、Ｍ２$^{VI}_7$Ｎｂ$_4$Ｏ$_{31}$、Ｍ２$^{VI}_{15}$Ｎｂ$_2$Ｏ$_{50}$、Ｍ２$^{VI}_3$Ｎｂ$_2$Ｏ$_{14}$、及びＭ２$^{VI}_{11}$Ｎｂ$_{12}$Ｏ$_{63}$から選択され、前記数字Ｉ、ＩＩ、ＩＩＩ、ＩＶ、Ｖ、及びＶＩは、Ｍの酸化状態を表す、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。

[態様１５]

前記材料の少なくとも一部は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造及び／または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、または実質的に全ての前記活電極材料は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造及び／または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、先行態様のいずれか１項に記載の活電極材料。

[態様１６]

前記活電極材料は、複数の一次結晶子を含み、前記一次結晶子の一部または全ては、任意選択で二次粒子に凝集する、先行態様のいずれか１項に記載の活電極材料。

[態様１７]

前記一次結晶子の平均直径は、１０ｎｍ～１０μｍである、態様１６に記載の活電極材料。

[態様１８]

前記一次結晶子の一部または全ては、二次粒子に凝集し、前記二次粒子の平均直径は、１μｍ～３０μｍである、態様１６または態様１７に記載の活電極材料。

[態様１９]

前記活電極材料は、前記一次結晶子及び／または前記二次粒子の表面に形成された炭素被覆を含む、態様１６～１８のいずれかに記載の活電極材料。

[態様２０]

前記炭素被覆は、前記活電極材料の総重量に基づいて、最大で５ｗ／ｗ％までの量で存在する、態様１９に記載の活電極材料。

[態様２１]

前記活電極材料は、０．１～１００ｍ^2／ｇ、または０．５～５０ｍ^2／ｇ、または１～２０ｍ^2／ｇの範囲のＢＥＴ表面積を有する、先行態様のいずれかに記載の活電極材料。

[態様２２]

Ｘ線回折分析によって決定された前記活電極材料の結晶構造が、

（ｉ）ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$

ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$

Ｗ$_7$Ｎｂ$_4$Ｏ$_{31}$

Ｗ$_9$Ｎｂ$_8$Ｏ$_{47}$

Ｚｎ$_2$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{87}$

Ｃｕ$_2$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{87}$

ＡｌＮｂ$_{11}$Ｏ$_{29}$

ＧａＮｂ$_{11}$Ｏ$_{29}$
ＧｅＮｂ$_{18}$Ｏ$_{47}$
Ｗ$_{16}$Ｎｂ$_{18}$Ｏ$_{93}$
Ｗ$_{5}$Ｎｂ$_{16}$Ｏ$_{55}$
ＡｌＮｂ$_{49}$Ｏ$_{124}$
ＧａＮｂ$_{49}$Ｏ$_{124}$、または
（ｉｉ）ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$
ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$
Ｗ$_{4}$Ｎｂ$_{7}$Ｏ$_{31}$
Ｗ$_{9}$Ｎｂ$_{8}$Ｏ$_{47}$
Ｚｎ$_{2}$Ｎｂ$_{34}$Ｏ$_{87}$
ＡｌＮｂ$_{11}$Ｏ$_{29}$
ＧｅＮｂ$_{18}$Ｏ$_{47}$、または
（ｉｉｉ）ＭｏＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$
ＷＮｂ$_{12}$Ｏ$_{33}$
Ｗ$_{7}$Ｎｂ$_{4}$Ｏ$_{31}$
Ｗ$_{9}$Ｎｂ$_{8}$Ｏ$_{47}$
の１つ以上の結晶構造に対応する、先行態様のいずれか１項に記載の活電極材料。

[態様２３]
Ｌｉ及び／またはＮａをさらに含む、先行態様のいずれか１項に記載の活電極材料。

[態様２４]
アノード、カソード、及び前記アノードと前記カソードとの間に配置された電解質を含む電気化学デバイスであって、前記アノードが、態様１～２３のいずれか１項に記載の電極活物質を含む、前記電気化学デバイス。

[態様２５]
（ｉ）リチウムイオン電池の充電及び放電のために、前記リチウムイオン電池のカソード及び電解質と併用して、アノードにおけるアノード活物質、もしくはアノード活物質の成分として、または（ｉｉ）ナトリウムイオン電池の充電及び放電のために、前記ナトリウムイオン電池のカソード及び電解質と併用して、アノードにおけるアノード活物質、もしくはアノード活物質の成分として、態様１～２３のいずれか１項に記載の電極活物質を使用する方法。

[態様２６]
態様１～２３のいずれか１項に記載の電極活物質を、（ｉ）リチウムイオン電池用のアノード活物質として、もしくはリチウムイオン電池用のアノード活物質に加工する方法であって、前記方法は、リチウムイオンを前記アノード活物質に拡散させることを含み、または態様１から２３のいずれか１項に記載の電極活物質を、（ｉｉ）ナトリウムイオン電池用のアノード活物質として、もしくはナトリウムイオン電池用のアノード活物質に加工する方法であって、前記方法は、ナトリウムイオンを前記アノード活物質に拡散させることを含む、前記方法。

[態様２７]
態様１～２３のいずれか１項に記載の活電極材料の製造方法であって、前記方法は、
１つ以上の前駆体材料を提供することと、
前記前駆体材料を混合して前駆体材料混合物を形成することと、
前記前駆体材料混合物を４００℃～１３５０℃の温度範囲で熱処理して、前記活電極材料を形成することと、
のステップを含む、前記方法。

[態様２８]
前記１つ以上の前駆体材料は、Ｍ源及びＮｂ源を含む、態様２７に記載の活電極材料の製造方法。

[態様２９]

前記前駆体材料は、１つ以上の金属酸化物、金属水酸化物、金属塩またはシュウ酸塩を含む、態様２７または態様２８に記載の活電極材料の製造方法。

[態様３０]

前記１つ以上の前駆体材料は粒子状材料であり、任意選択で直径が２０μｍ未満の平均粒径を有する、態様２７～２９のいずれか１項に記載の方法。

[態様３１]

前記前駆体材料を混合して前駆体材料混合物を形成する前記ステップは、乾式または湿式遊星ボールミル粉砕、ローリングボールミル粉砕、高せん断ミル粉砕、エアジェットミル粉砕、及び／または衝撃ミル粉砕から選択されるプロセスによって実行される、態様２７～３０のいずれか１項に記載の方法。

[態様３２]

前記前駆体材料混合物を熱処理する前記ステップは、１時間から１４時間の時間にわたって実行される、態様２７～３１のいずれか１項に記載の方法。

[態様３３]

前記前駆体材料混合物を熱処理する前記ステップは、気体雰囲気中で実行され、前記気体は、空気、N_2、Ａｒ、Ｈｅ、CO_2、ＣＯ、O_2、H_2、及びそれらの混合物から選択される、態様２７～３２のいずれか１項に記載の方法。

[態様３４]

前記方法は、

（ｉ）前記活電極材料を熱処理すること、

（ｉｉ）前記活電極材料を炭素源と混合すること、及び任意選択で、前記混合物をさらに加熱し、それによって前記活電極材料上に炭素被覆を形成すること、

（ｉｉｉ）前記活電極材料を噴霧乾燥させること、及び／または

（ｉｖ）前記活電極材料を粉砕して、前記活電極材料の粒径を変更すること、

から選択された１つ以上の後処理ステップを含む、態様２７～３３のいずれか１項に記載の方法。

[態様３５]

前記方法は、不活性ガス雰囲気中または還元性ガス雰囲気中で、前記活電極材料を熱処理する後処理ステップを含む、態様２７～３４のいずれか１項に記載の方法。