

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2025年6月5日(05.06.2025)



(10) 国際公開番号

WO 2025/115338 A1

(51) 国際特許分類:
C01B 17/26 (2006.01) H01B 13/00 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/031718

(22) 国際出願日: 2024年9月4日(04.09.2024)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2023-203663 2023年12月1日(01.12.2023) JP

(71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区丸の内三丁目2番3号 (JP).

(72) 発明者: ミスラン ムハマド ラジイクバルビン (MISRAN Muhammad Radziqbal Bin); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 イノベーションセンター内 (JP). 久芳 完治(KUBA Kanji); 〒3110102 茨城県那珂市向山1002番地14 三菱マテリアル株式会社 イノベーションセンター内 (JP).

(74) 代理人: 松沼 泰史, 外(MATSUNUMA Yasushi et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,

MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: LITHIUM SULFIDE AND METHOD FOR MANUFACTURING SULFIDE SOLID ELECTROLYTE

(54) 発明の名称: 硫化リチウム、および、硫化物固体電解質の製造方法

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide: lithium sulfide that has sufficiently high purity and is particularly suitable as a feedstock for a sulfide solid electrolyte; and a method, for manufacturing a sulfide solid electrolyte, that uses this lithium sulfide. The present invention pertains to: lithium sulfide characterized in that the $L^*a^*b^*$ value (brightness) as defined in the $L^*a^*b^*$ color space is 85 or more; and a method for manufacturing a sulfide solid electrolyte, the method being characterized in that the aforementioned lithium sulfide is used as a feedstock.

(57) 要約: 純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適した硫化リチウム、および、この硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の製造方法を提供することを目的とする。本発明は、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値(明度)が85以上であることを特徴とする、硫化リチウム、および、原料として上述の硫化リチウムを用いることを特徴とする、硫化物固体電解質の製造方法である。



WO 2025/115338 A1

明 細 書

発明の名称：

硫化リチウム、および、硫化物固体電解質の製造方法

技術分野

[0001] この発明は、例えば全固体電池の硫化物固体電解質材料の構成材料として好適な硫化リチウム、および、この硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の製造方法に関するものである。

本願は、2023年12月1日に、日本に出願された特願2023-203663号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] EV（電気自動車）やHEV（ハイブリッド電気自動車）等の車両から、携帯電話、ノートパソコン等の電子機器に至るまで、電源としてリチウムイオン電池が広く用いられている。従来のリチウムイオン電池は、電解質として有機溶媒にヘキサフルオロリン酸リチウム（ LiPF_6 ）などのリチウム塩を溶解した有機電解液が用いられている。

[0003] こうした有機電解液は可燃性であり、過度な昇温、衝撃によって破損する可能性がある。また、負極に金属リチウムを用いたリチウムイオン電池は、充電時に負極表面にデンドライト状の金属リチウムが成長して、これが電極間の内部短絡の原因となり不具合を引き起こす可能性がある。

[0004] このような有機電解液を使用した従来のリチウムイオン電池の安全性、耐久性を向上させるために、硫化物系固体電解質を使用した全固体型のリチウムイオン電池が提案されている。現在提案されている硫化物系固体電解質としては、例えば $\text{Li}_2\text{S}-\text{P}_2\text{S}_5$ 系、 $\text{Li}_2\text{S}-\text{P}_2\text{S}_3$ 系、 $\text{Li}_2\text{S}-\text{SiS}_2$ 系、 $\text{Li}_2\text{S}-\text{Ga}_2\text{S}_2$ 系、 $\text{Li}_2\text{S}-\text{GeS}_2$ 系などが挙げられる。

これらいずれの硫化物系固体電解質においても、構成材料として高純度な硫化リチウム（ Li_2S ）が用いられる。

[0005] 高純度な硫化リチウムの製造方法として、例えば、特許文献1には、水酸

化リチウムを非プロトン性有機溶媒の中で硫化水素と反応させて水硫化リチウムを生成し、この水硫化リチウムから硫化リチウムを得る方法が開示されている。

[0006] また、特許文献2には、金属リチウムと硫黄ガスまたは硫化水素とを反応させて、金属リチウムの表面に硫化リチウムを生成させ、次いで未反応の金属リチウムを溶融し、既に生成している硫化リチウムに拡散、浸透させた後、再び未反応の金属リチウムと硫黄ガスや硫化水素とを反応させるといった反応サイクルを繰り返して硫化リチウムを得る方法が開示されている。

[0007] 特許文献3には、炭酸リチウムを硫化水素と反応させて硫化リチウムを製造する方法が提案されている。

また、特許文献4，5には、硫酸リチウムと炭素材料とを反応させて硫化リチウムを製造する方法が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：日本国特開2006-151725号公報（A）

特許文献2：日本国特開平09-110404号公報（A）

特許文献3：日本国特開2012-221819号公報（A）

特許文献4：日本国特開2013-227180号公報（A）

特許文献5：日本国特開2021-147251号公報（A）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] ところで、特許文献1に開示された発明では、非プロトン性有機溶媒を用いる必要があり、また、使用した有機溶媒の処理が別途必要であるために、製造工程が複雑で製造コストが高いという課題があった。また、非プロトン性有機溶媒の一部が生成した硫化リチウムに残存するおそれがあった。

[0010] 特許文献2に開示された発明では、金属リチウムと硫黄ガスまたは硫化水素とを繰り返し複数回反応させる必要があり、製造時間が長くなり、製造効

率が低いという課題があった。また、金属リチウムは反応性が高く、表面に酸化膜が発生しやすいため、不活性ガス雰囲気に取り扱う必要があるなど、原材料の取り扱いが難しいといった問題があった。また、反応サイクルが不十分であった場合には、未反応物が生成した硫化リチウムに残存するおそれがあった。

[0011] 特許文献3に開示された発明では、有毒な硫化水素ガスを使用する必要があり、反応装置の気密性の管理、未反応の硫化水素ガスの処理など、設備コストが高くなるという課題があった。また、反応が不十分な場合には、未反応物が生成した硫化リチウムに残存するおそれがあった。

[0012] ここで、特許文献4、5においては、有機溶剤や硫化水素を用いる必要がなく、取り扱いや管理が比較的容易である。

しかしながら、硫酸リチウムと炭素材料を反応させた場合、製造した硫化リチウムに未反応の炭素が残存し、高純度の硫化リチウムが得られないおそれがあった。

[0013] なお、特許文献4においては、反応性向上のために硫酸リチウムと炭素粉末を微粒子状にする必要があり、処理工程が多くなるとともに、微粒子状にする過程で不純物が混合する懸念がある。また、反応によっては炭酸リチウムや酸化リチウムなどの副生成物が生じて、硫化リチウムの純度が低下する懸念がある。

また、特許文献5においては、原料となる硫酸リチウムを規定することで、反応を促進し、未反応物の低減を図っているが、硫化リチウムに残存する炭素を十分に低減することはできなかった。

[0014] 以上のように、従来の製造方法では、純度の高い硫化リチウムを得ることはできていなかった。

また、硫化リチウムに含まれる微量不純物を評価する際には、高精度の分析を行う必要があった。

[0015] この発明は、前述した事情に鑑みてなされたものであって、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適した硫化リチウム、および、この

硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0016] 上記課題を解決するために、本発明者らが鋭意検討した結果、硫化リチウムの色あいを評価することで、硫化リチウムに残存する不純物（主に炭素）を評価可能であるとの知見を得た。
- [0017] 本発明は、上述の知見に基づいてなされたものであって、本発明の態様1の硫化リチウム（硫化リチウム粉末）は、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が85以上であることを特徴としている。
- [0018] 本発明の態様1の硫化リチウムによれば、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が85以上とされていることから、炭素等の不純物量が少なく抑えられており、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適している。
- [0019] 本発明の態様2の硫化リチウムは、本発明の態様1の硫化リチウムにおいて、前記 L^* 値（明度）が90以上であることを特徴としている。
- 本発明の態様2の硫化リチウムによれば、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が90以上とされているので、炭素等の不純物量がさらに少なく抑えられており、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適している。
- [0020] 本発明の態様3の硫化物固体電解質の製造方法は、本発明の態様1または態様2の硫化リチウムを用いることを特徴としている。
- 本発明の態様3の硫化物固体電解質の製造方法によれば、本発明の態様1または態様2の硫化リチウムを用いていることから、原料における炭素等の不純物量が少なく抑えられており、高純度の硫化物固体電解質を製造することができる。

発明の効果

- [0021] 本発明によれば、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適した硫化リチウム、および、この硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の

製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明の実施形態である硫化リチウムを製造する製造方法の一例を示すフロー図である。

発明を実施するための形態

[0023] 以下に、本発明の実施形態について添付した図面を参照して説明する。なお、以下に示す各実施形態は、発明の趣旨をより良く理解させるために具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、本発明を限定するものではない。

[0024] 本実施形態に係る硫化リチウムは、例えば、リチウムイオン電池を構成する硫化物固体電解質の原料として用いられるものである。

そして、本実施形態に係る硫化リチウムは、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が85以上とされている。なお、 L^* 値（明度）が90以上であることが好ましい。

特に限定されないが、 L^* 値（明度）は95以上であってもよい。

また、特に限定されないが、 L^* 値（明度）は100以下であってもよく、98以下であってもよく、95以下であってもよい。

[0025] ここで、 $L^*a^*b^*$ 色空間は、物体の色を表す表色系であり、JIS Z 8781-4で規定されるものである。 $L^*a^*b^*$ 色空間では、明度を L^* 、色相と彩度を示す色度を a^* 、 b^* で表している。

色度 a^* 、 b^* は、色の方向を示しており、 $+a^*$ は赤方向、 $-a^*$ は緑方向、そして、 $+b^*$ は黄方向、 $-b^*$ は青方向を示している。これらの数値が大きくなるにしたがって色あざやかとなる。

明度 L^* は、明るさを示すものであり、 L^* の数値が大きいと色合いが白く（薄く）なり、 L^* の数値が小さいと色合いが黒く（濃く）なる。

すなわち、 L^* 値（明度）を85以上と大きくすることにより、硫化リチウムの色合いが白くなっており、炭素等の不純物の含有量が十分に抑えられていることになる。

[0026] ここで、硫化リチウムの $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）は、市販の色差計によって測定することができる。

なお、通常、硫化リチウム等の物質に含まれる炭素の含有量を評価する場合には、非常に手間がかかる燃焼式赤外線法を実施することになるが、本実施形態に係る硫化リチウムでは、上述のように、色差計によって L^* 値（明度）を測定することで、簡易的に硫化リチウム等の物質に含まれる炭素の含有量を評価することが可能となる。

[0027] 次に、本実施形態に係る硫化リチウムの製造方法の一例について、図1を参照して説明する。

[0028] （原料準備工程S01）

まず、原料となる硫酸リチウムと炭素材料とを準備する。

硫酸リチウムは、結晶水の無い無水のものであっても、1水和物であってもよい。硫酸リチウム1水和物であれば、加熱昇温時の体積変化によって、硫酸リチウムの表面に結晶水の離脱による細かいクラックが生じ、表面積が増加して反応性が高められる。本実施形態では、120℃までの昇温時の重量減少が5%以上25%以下の範囲内の硫酸リチウム一水和物を用いることが好ましい。

また、還元剤となる炭素材料は、例えば、活性炭、カーボンブラックなどを用いることができる。本実施形態では、炭素材料として、活性炭を用いることが好ましい。

[0029] なお、硫酸リチウムと炭素材料の混合粉については、造粒することなく、硫酸リチウムの粉末と炭素材料の粉末を単に混合攪拌した。

ここで、硫酸リチウムの平均粒径（ d_{50} ）は10 μ m以上100 μ m以下の範囲内とすることが好ましい。また、炭素材料の平均粒径（ d_{50} ）は1 μ m以上10 μ m以下の範囲内とすることが好ましい。

[0030] （真空引き工程S02）

準備した硫酸リチウムと炭素材料を真空炉の炉内に投入し、真空炉の内圧を、 1×10^2 Pa以下となるまで真空引きする。真空引きは段階的に実施し

、1回の真空引きにおける内圧の変化を $1 \times 10^2 \text{ Pa}$ 以上 $1 \times 10^3 \text{ Pa}$ 以下の範囲内とする。このように、段階的に真空引きすることにより、真空炉内に原料粉末が飛散することを抑制する。

[0031] (加熱工程S03)

上述のように、真空炉の内圧を $1 \times 10^2 \text{ Pa}$ 以下となるまで真空引きした後、加熱処理を行い、硫酸リチウムを活性炭で還元することで硫化リチウムを生成する。

ここで、加熱工程S03における加熱温度は 600°C 以上 900°C 以下の範囲内とすることが好ましい。また、加熱温度での保持時間は500分以上3000分以下の範囲内とすることが好ましい。

さらに、加熱温度までの昇温速度は $0.5^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下の範囲内とすることが好ましい。

[0032] (冷却工程S04)

次に、真空炉内で室温にまで自然冷却し、生成した硫化リチウムを回収する。

さらに、室温までの冷却速度は $1^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上 $20^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下の範囲内とすることが好ましい。

[0033] 以上のような工程により、 $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が85以上である硫化リチウムが製造されることになる。すなわち、本実施形態に係る硫化リチウムは、硫酸リチウムを炭素で還元して得られた炭素還元硫化リチウムであり、炭素を含むものであるが、炭素等の不純物量が十分に低減されている。

[0034] そして、本実施形態に係る硫化物固体電解質の製造方法においては、原料として本実施形態に係る硫化リチウムを用いる。本実施形態に係る硫化リチウムは、上述のように炭素等の不純物量が十分に低減されたものであることから、これを原料として製造された硫化物固体電解質においても不純物量が低減され、特性に優れた硫化物固体電解質が製造されることになる。

[0035] 以上のような構成とされた本実施形態である硫化リチウムによれば、 L^*a^*

*b*色空間で規定されるL*値（明度）が85以上とされていることから、炭素等の不純物量が少なく抑えられており、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適している。

[0036] さらに、本実施形態に係る硫化リチウムにおいて、L*a*b*色空間で規定されるL*値（明度）が90以上とされている場合には、炭素等の不純物量がさらに少なく抑えられており、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適している。

[0037] 本実施形態に係る硫化物固体電解質の製造方法においては、原料として本実施形態に係る硫化リチウムを用いていることから、原料における炭素等の不純物量が少なく抑えられており、高純度の硫化物固体電解質を製造することができる。

[0038] 以上、本発明の一実施形態について説明したが、本発明はこれに限定されることはなく、その発明の技術的思想を逸脱しない範囲で適宜変更可能である。

実施例

[0039] 本発明の有効性を確認するために行った確認実験について説明する。

[0040] （本発明例1～7、比較例1）

硫酸リチウムの粉末（平均粒径 $20\mu\text{m}$ ）と活性炭の粉末（平均粒径 $8\mu\text{m}$ ）を準備し、表1に示すモル比となるように、それぞれ秤量した。秤量した硫酸リチウムの粉末と活性炭を乳鉢で混合し、混合粉末を得た。

この混合粉末をアルミナ製の坩堝に移し替えて、グローボックス付きの真空炉の炉内に装入し、真空炉の内圧が $1\times 10^2\text{Pa}$ となるまで、内圧が $1\times 10^3\text{Pa}$ ずつ段階的に低下するように真空引きを行った。そして、 780°C で12時間保持後、自然冷却することにより、本発明例1～7、比較例1の硫化リチウムを生成した。

[0041] （比較例2）

硫酸リチウムの粉末（平均粒径 $20\mu\text{m}$ ）と活性炭の粉末（平均粒径 $8\mu\text{m}$ ）を準備し、表1に示すモル比となるように、それぞれ秤量し、これらを

混合するとともに造粒し、混合粒を得た。

この混合粒をアルミナ製の坩堝に移し替えて、グローボックス付きの真空炉の炉内に装入し、真空炉の内圧が $1 \times 10^2 \text{ Pa}$ となるまで一段階で真空引きを行った。そして、 780°C で12時間保持後、自然冷却することにより、比較例2の硫化リチウムを生成した。

[0042] 上述のようにして得られた本発明例1～7、比較例1，2の硫化リチウムの L^* 値（明度）、炭素含有量について、以下のように評価した。

[0043] (L^* 値)

得られた硫化リチウムをメノウ乳鉢で粉砕し、粉砕した硫化リチウムをグローボックス内にガラス板上に平らにし、日本電計株式会社製ポータブル色差計TES-3250（計測範囲： $L^* = 5 \sim 100$ 、計測条件：CIE2°標準視野、光源：白色LED、計測間隔の最小間隔：2秒）を用いて、色座標の L^* 値の測定を行った。

[0044] (炭素含有量)

得られた硫化リチウムを0.1g秤量し、LECO製CS分析計CSLS-600を用いて、 O_2 雰囲気下、 1400°C で完全燃焼させ、発生した CO_2 ガスを測定することにより、炭素含有量を求めた。

[0045] [表1]

		原料			L *	炭素含有量 (mass%)
		状態	混合比(モル比)			
			硫化リチウム	活性炭		
本発明例	1	混合粉	1.00	2.00	95	0.10
	2	混合粉	1.00	2.05	95	0.10
	3	混合粉	1.00	2.10	95	0.10
	4	混合粉	1.00	2.15	95	0.10
	5	混合粉	1.00	2.20	95	0.10
	6	混合粉	1.00	2.40	90	0.24
	7	混合粉	1.00	2.50	85	0.31
比較例	1	混合粉	1.00	2.60	61	2.10
	2	造粒物	1.00	2.10	70	0.40

[0046] 比較例1においては、 L^* 値が61であり、炭素含有量が2.1mass%

と多かった。原料として混合した活性炭の混合比率が高く、未反応の炭素が多く残留したためと推測される。

比較例 2 においては、 L^* 値が 70 であり、炭素含有量が 0.4 mass % と多かった。硫酸リチウムと活性炭との混合粒を加熱処理したことから、一部の活性炭が十分に反応せず、未反応の炭素が残留したためと推測される。

[0047] これに対して、本発明例 1～7 においては、 L^* 値が 85 以上であり、炭素含有量が 0.31 mass % 以下であり、炭素含有量が十分に低減されていた。また、本発明例 1～6 においては、 L^* 値が 90 以上であり、炭素含有量が 0.24 mass % 以下と、炭素含有量がさらに低かった。

本発明例 1～7 を比較すると、 L^* 値が大きい程、炭素含有量が少なく、不純物量が低減されていることが確認される。

[0048] 以上のように、本発明によれば、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適した硫化リチウム、および、この硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の製造方法を提供可能であることが確認された。

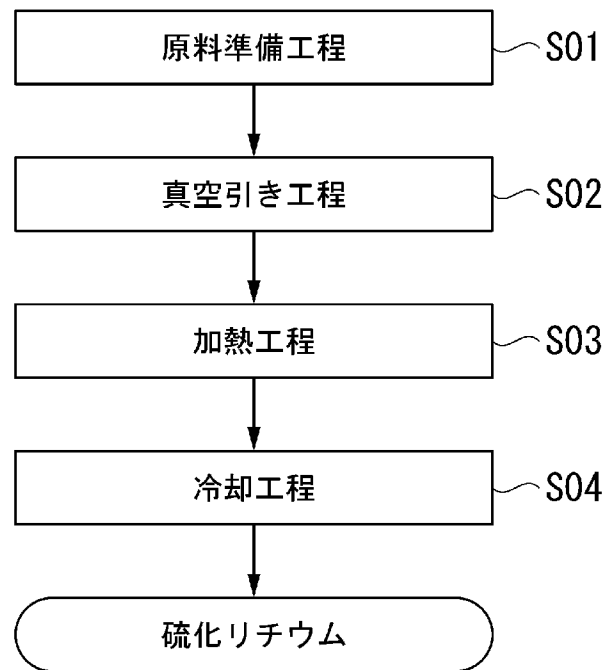
産業上の利用可能性

[0049] 本発明によれば、純度が十分に高く硫化物固体電解質の原料として特に適した硫化リチウム、および、この硫化リチウムを用いた硫化物固体電解質の製造方法を提供可能である。

請求の範囲

- [請求項1] $L^*a^*b^*$ 色空間で規定される L^* 値（明度）が85以上であることを特徴とする硫化リチウム。
- [請求項2] 前記 L^* 値（明度）が90以上であることを特徴とする請求項1に記載の硫化リチウム。
- [請求項3] 原料として請求項1又は請求項2に記載の硫化リチウムを用いることを特徴とする硫化物固体電解質の製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/031718

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C01B 17/26 (2006.01)i; H01B 13/00 (2006.01)i FI: C01B17/26; H01B13/00 Z According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C01B17/26; H01B13/00 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CAPLUS/REGISTRY (STN)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2013-227180 A (FURUKAWA CO., LTD.) 07 November 2013 (2013-11-07) examples, claims, paragraphs [0004]-[0010]	1-3 3
X Y	JP 2012-221819 A (MITSUI MINING & SMELTING CO., LTD.) 12 November 2012 (2012-11-12) examples, table 1, claims, paragraphs [0008]-[0011]	1-3 3
X Y	JP 2015-174787 A (TORAY FINE CHEMICALS CO., LTD.) 05 October 2015 (2015-10-05) example 3, claims, paragraphs [0001]-[0002], [0007]-[0015], [0027]	1-3 3
X Y	KR 10-2022-0118575 A (JS CHEM CORPORATION) 26 August 2022 (2022-08-26) examples, claims, paragraphs [0012]-[0022], [0087], fig. 1	1-2 3
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance “D” document cited by the applicant in the international application “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed “T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art “&” document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 08 October 2024		Date of mailing of the international search report 22 October 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/031718

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KR 10-2022-0161749 A (IUCF-HYU (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY)) 07 December 2022 (2022-12-07) entire text, all drawings	1-3
P, X	WO 2024/160430 A1 (ALBEMARLE GERMANY GMBH) 08 August 2024 (2024-08-08) examples, claims, page 1, line 5 to page 7, line 15	1-3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2024/031718

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2013-227180	A	07 November 2013	(Family: none)	
JP	2012-221819	A	12 November 2012	US 2014/0037535 A1 examples, table 1, claims, paragraphs [0012]-[0016] WO 2012/141207 A1 EP 2698856 A1 KR 10-2013-0130818 A	
JP	2015-174787	A	05 October 2015	(Family: none)	
KR	10-2022-0118575	A	26 August 2022	(Family: none)	
KR	10-2022-0161749	A	07 December 2022	(Family: none)	
WO	2024/160430	A1	08 August 2024	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

C01B 17/26(2006.01)i; H01B 13/00(2006.01)i

FI: C01B17/26; H01B13/00 Z

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

C01B17/26; H01B13/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922 - 1996年

日本国公開実用新案公報

1971 - 2024年

日本国実用新案登録公報

1996 - 2024年

日本国登録実用新案公報

1994 - 2024年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

CAplus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2013-227180 A（古河機械金属株式会社）07.11.2013（2013 - 11 - 07） 実施例，特許請求の範囲，段落0004-0010	1-3
Y		3
X	JP 2012-221819 A（三井金属鉱業株式会社）12.11.2012（2012 - 11 - 12） 実施例，表1，特許請求の範囲，段落0008-0011	1-3
Y		3
X	JP 2015-174787 A（東レ・ファインケミカル株式会社）05.10.2015（2015 - 10 - 05） 実施例3，特許請求の範囲，段落0001-0002，0007-0015，0027	1-3
Y		3
X	KR 10-2022-0118575 A（JS CHEM CORPORATION）26.08.2022（2022 - 08 - 26） 実施例，請求の範囲，段落0012-0022，0087，図1	1-2
Y		3

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの

“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献

“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08.10.2024

国際調査報告の発送日

22.10.2024

名称及びあて先

日本国特許庁(ISA/JP)

〒100-8915

日本国

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員（特許庁審査官）

佐藤 慶明 4G 1189

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

様式 PCT/ISA/210（第2ページ）（2022年7月）

C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	KR 10-2022-0161749 A (IUCF-HYU (INDUSTRY-UNIVERSITY COOPERATION FOUNDATION HANYANG UNIVERSITY)) 07.12.2022 (2022 - 12 - 07) 全文, 全図	1-3
P, X	WO 2024/160430 A1 (ALBEMARLE GERMANY GMBH) 08.08.2024 (2024 - 08 - 08) 実施例, 請求の範囲, 第1頁5行-第7頁15行	1-3

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/031718

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2013-227180	A	07.11.2013	(ファミリーなし)	
JP	2012-221819	A	12.11.2012	US 2014/0037535 A1	
				実施例, 表1, 請求の範囲, 段落0012-0016	
				WO 2012/141207 A1	
				EP 2698856 A1	
				KR 10-2013-0130818 A	
JP	2015-174787	A	05.10.2015	(ファミリーなし)	
KR	10-2022-0118575	A	26.08.2022	(ファミリーなし)	
KR	10-2022-0161749	A	07.12.2022	(ファミリーなし)	
WO	2024/160430	A1	08.08.2024	(ファミリーなし)	