(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-545700
(P2024-545700A)
(43)公表日　令和6年12月10日(2024.12.10)

(51)国際特許分類		ＦＩ			テーマコード（参考）
Ｃ０４Ｂ　35/80　(2006.01)		Ｃ０４Ｂ	35/80		４Ｋ０５５
Ｃ０４Ｂ　41/85　(2006.01)		Ｃ０４Ｂ	41/85	Ｚ	
Ｆ２７Ｄ　3/12　(2006.01)		Ｆ２７Ｄ	3/12	Ｓ	

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全24頁）

(21)出願番号　特願2024-537968(P2024-537968)
(86)(22)出願日　令和4年12月23日(2022.12.23)
(85)翻訳文提出日　令和6年8月8日(2024.8.8)
(86)国際出願番号　PCT/FR2022/052493
(87)国際公開番号　WO2023/118765
(87)国際公開日　令和5年6月29日(2023.6.29)
(31)優先権主張番号　2114401
(32)優先日　令和3年12月23日(2021.12.23)
(33)優先権主張国・地域又は機関
フランス(FR)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　310009890
サン－ゴバン サントル ドゥ ルシェル シェ エ デトゥードゥ ユーロペン
フランス国，９２４００ クールブボワ，プラス ドゥ リリス １２，トゥール サン－ゴバン
(74)代理人　100099759
弁理士　青木 篤
(74)代理人　100123582
弁理士　三橋 真二
(74)代理人　100123593
弁理士　関根 宣夫
(74)代理人　100208225
弁理士　青木 修二郎
(74)代理人　100217179
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　コーティングされているセラミックマトリックス複合物でできている容器

(57)【要約】
本発明は、セラミックマトリックス複合物でできている容器に関し、上記容器の内部壁の表面は、少なくとも部分的に、好ましくは８０％以上で、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物又は上記結晶性酸化物の前駆体を含有する少なくとも１つの層を有するコーティングで覆われている。
【選択図】図１

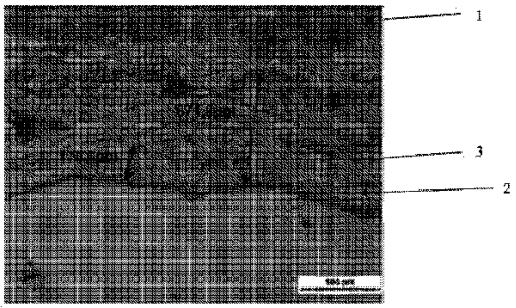

Fig. 1

【特許請求の範囲】
【請求項１】
セラミックマトリックス複合物でできている容器であって、前記容器の内部壁の表面が、少なくとも部分的に、好ましくは８０％以上で、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物又は前記結晶性酸化物の前駆体を含有する少なくとも１つの層を有するコーティングで覆われている、容器。
【請求項２】
前記結晶性酸化物が、さらにＳｉ元素を含む、請求項１に記載の容器。
【請求項３】
前記結晶性酸化物が、$LiAlO_2$、$LiAlSi_2O_6$、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_4O_{10}$、$LiAlSiO_4$、及びこれらの混合物から選択される、請求項１又は２に記載の容器。
【請求項４】
前記セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、９５質量％超の酸化物、炭化物、窒化物、炭素、及びそれらの混合物を含む繊維から選択される、請求項１～３のいずれか一項に記載の容器。
【請求項５】
前記セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、任意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、以下の繊維：
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞７０質量％である化学分析を有する繊維、又は
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、４５質量％＜SiO_2＜８０質量％である化学分析、及び、Fe_2O_3の形態で表して１質量％＜Fe_2O_3＜２０質量％である量の酸化鉄、及び５質量％＜Al_2O_3＜２５質量％、を示す繊維、又は、
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、Al_2O_3＞６５質量％である化学分析を有する繊維、又は、
－　９５質量％超の炭化ケイ素を含む繊維、又は
－　９５質量％超の炭素を含む繊維、
－　並びにそれらの混合物、
から選択される、請求項４に記載の容器。
【請求項６】
前記セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、９５質量％超のアルミナから構成される繊維、９５質量％超のシリカから構成される繊維、９５質量％超のムライトから構成される繊維、９５質量％超のムライト及びコランダムから構成される繊維、９０質量％超の玄武岩から構成される繊維、９５質量％超のガラスから構成される繊維、９５質量％超の炭化ケイ素から構成される繊維、９５質量％超の炭素から構成される繊維、並びにそれらの混合物から選択される、請求項５に記載の容器。
【請求項７】
前記セラミックマトリックス複合物のマトリックスが、９５質量％超の、酸化物、炭化物、窒化物、サイアロン、及びこれらの混合物を含むマトリックスから選択される、請求項１～６のいずれか一項に記載の容器。
【請求項８】
前記セラミックマトリックス複合物のマトリックスが、以下のマトリックス：
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＋Al_2O_3＋ZrO_2＋HfO_2＋ＭｇＯ＞７０質量％超である化学分析を有するマトリックス、又は、
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＋Al_2O_3＞７０質量％超である化学分析を有するマトリックス、又は、

－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％である化学分析を有するマトリックス、又は、
－　９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％である化学分析を有するマトリックス、又は、
－　９０質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むマトリックス、
から選択される、請求項７に記載の容器。
【請求項９】
請求項１～８のいずれか一項に記載の容器であって、前記コーティングが：
－　少なくともＬｉ、Ａｌ、及びＳｉの元素を含む結晶性酸化物を含む少なくとも１つの層を含み、かつ／又は、
－　１５質量％超の、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む１つ又は複数の結晶性酸化物からなり、かつ／又は、
－　少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む少なくとも１つの結晶性酸化物の前駆体を含有し、かつ／又は、
－　全酸化物に対する百分率で、以下の化学組成：
$SiO_2+Al_2O_3+Li_2O$＞５０質量％、及び、
Li_2O：０．５質量％超かつ３０質量％未満、及び／若しくは、
Al_2O_3：２質量％超かつ８０質量％未満、及び／若しくは、
SiO_2：５質量％未満、又は１０質量％＜SiO_2＜８０質量％、
を有し、かつ／又は、
－　９０質量％超の酸化物からなり、かつ／又は
－　５０μｍ超かつ／若しくは２０００μｍ未満の厚さを有する、
容器。
【請求項１０】
少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物の前記前駆体が：
－　リチウム化バイヤライト、
－　Li_4SiO_4、
－　及びそれらの混合物、
から選択される、請求項９に記載の容器。
【請求項１１】
前記内部壁の表面の９９％超が、前記コーティングによって被覆されている、請求項１～１０のいずれか一項に記載の容器。
【請求項１２】
底部、及び少なくとも１つの側面を有する、請求項１～１１のいずれか一項に記載の容器。
【請求項１３】
リチウムを含む酸化物粉末、特には金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物の製造のための、請求項１～１２のいずれか一項に記載の容器の使用。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、セラミックマトリックス複合物、すなわちＣＭＣでできている容器に関し、内側壁の表面が、少なくとも部分的に、好ましくは８０％以上で、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含有する少なくとも１つの層を含むコーティングによって覆われ、本発明はまた、リチウムを含む酸化物粉末、特には金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物の、製造のための上記容器の使用に関する。
【背景技術】
【０００２】
リチウムイオン電池の必要性は、常に高まっている。それらの大部分は、リチウムを含む酸化物、特には金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物、特にはＬｉＦｅ

PO_4（若しくはＬＰＦ）、$LiMn_2O_4$（若しくはＬＭＯ）、又はリチウム－ニッケル－コバルト－マンガン（若しくはＬｉ－ＮＭＣ）酸化物でできている部分、一般的にはカソードを含む。

【０００３】

カソードは、一般的には、金属又は複数のリチウム化遷移金属の上記酸化物の粉末を成形することによって製造される。

【０００４】

上記粉末を製造するための従来の方法のうち、酸化物の混合物及び／又は様々な酸化物前駆体の混合物の製造、次いで金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物の固相合成を実行することを可能にする熱処理が挙げられる。上記熱処理の際、混合物は、一般的にはサガーと呼ばれる、容器内に入れられる。上記粉末、及び上記混合物、特にはリチウムを含む要素を、合成するための条件は、容器にとって特に要求の多いものである。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

上記容器の耐用期間を延ばす必要性がある。

【０００６】

本発明の１つの目的は、この必要性を少なくとも部分的に満たすことである。

【課題を解決するための手段】

【０００７】

本発明によれば、この目的は、セラミックマトリックス複合物、すなわちＣＭＣでできている容器によって達成され、上記容器の内部壁の表面は、少なくとも部分的に、好ましくは８０％以上で、より好ましくは上記内部壁の全体にわたって、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物、又は上記結晶性酸化物の前駆体を含む少なくとも１つの層を含むコーティングによって覆われている。

【０００８】

本発明者は、本発明による容器は、その使用の際の劣化が比較的小さく、これは、金属の酸化物粉末又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物粉末を製造するための、比較的長い耐用期間、特には比較的多くのサイクル数を可能にすることを発見した。

【０００９】

適切な場合に互いに組み合わせられうる本発明の好ましいが非限定的な実施形態によれば、下記である：

－　上記結晶性酸化物が、元素Ｓｉも含むこと；

－　上記結晶性酸化物が、$LiAlO_2$、$LiAlSi_2O_6$、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_4O_{10}$、$LiAlSiO_4$、及びそれらの混合物；特には、$LiAlSi_2O_6$、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_4O_{10}$、$LiAlSiO_4$、及びそれらの混合物から選択されること；

－　セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、酸化物、炭化物、窒化物、炭素、及びそれらの混合物を、９５質量％超を含む繊維から選択され、好ましくは本質的にこれらからなる繊維から選択されること；

－　セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、以下の繊維から選択されること：

　－　９５質量％超の酸化物を含み、好ましくは本質的に酸化物からなり、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞７０質量％であるような化学分析を有するもの、

　－　９５質量％超の酸化物を含み、好ましくは本質的に酸化物からなり、全酸化物に対する百分率で、４５質量％＜SiO_2＜８０質量％であるような化学分析、並びに、Fe_2O_3の形態で表して１質量％＜Fe_2O_3＜２０質量％であるような量の酸化鉄、及び５質量％＜Al_2O_3＜２５質量％、を示すもの、

　－　９５質量％超の酸化物を含み、好ましくは本質的に酸化物からなり、全酸化物に

対する百分率で、Al_2O_3＞６５質量％であるような化学分析を有するもの、
－ ９５質量％超の炭化ケイ素を含み、好ましくは本質的に炭化ケイ素からなるもの、
－ ９５質量％超の炭素を含み、好ましくは本質的に炭素からなるもの、
－ 並びにそれらの混合物；
－ セラミックマトリックス複合物のセラミック繊維が、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合し、９５質量％超のアルミナから構成される繊維、９５質量％超のシリカから構成される繊維、９５質量％超のムライトから構成される繊維、９５質量％超のムライト及びコランダムから構成される繊維、９０質量％超の玄武岩から構成される繊維、９５質量％超のガラスから構成される繊維、９５質量％超の炭化ケイ素から構成される繊維、９５質量％超の炭素から構成される繊維、及びこれらの混合物から選択されること；
－ セラミックマトリックス複合物のマトリックスが、９５質量％超の、酸化物、炭化物、窒化物、サイアロン、及びそれらの混合物を含むマトリックス、特には本質的に酸化物、炭化物、窒化物、サイアロン、及びそれらの混合物を含むマトリックスから選択されること；
－ セラミックマトリックス複合物のマトリックスが、以下のマトリックスから選択されること：
－ ９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞７０質量％であるような化学分析を有するもの、
－ ９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3$＞７０質量％であるような化学分析を有するもの、
－ ９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％であるような化学分析を有するもの、
－ ９５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％であるような化学分析を有するもの、
－ ９０質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むもの；
－ コーティングが、少なくともＬｉ、Ａｌ、及びＳｉの元素を含む結晶性酸化物を含む、少なくとも１つの層を含むこと；
－ コーティングが、１５質量％超の、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む１つ又は複数の結晶性酸化物からなること；
－ コーティングが、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む、少なくとも１つの結晶性酸化物の前駆体を含有し、好ましくは、リチウム化バイヤライト、Li_4SiO_4、及びそれらの混合物から選択されること；
－ コーティングが、全酸化物に対する百分率で、以下の化学組成を有すること：
－ $SiO_2+Al_2O_3+Li_2O$＞５０質量％、及び、
－ Li_2O：０．５質量％超かつ３０質量％未満、及び／又は、
－ Al_2O_3：２質量％超かつ８０質量％未満、及び／又は、
－ SiO_2：５質量％超、若しくは１０質量％＜SiO_2＜８０質量％；
－ コーティングが、９０質量％超の酸化物からなること；
－ コーティングが、５０μｍ超かつ／又は２０００μｍ未満の厚さを有すること；
－ 内部壁の表面の９９％超が、上記コーティングによって覆われていること；
－ 容器が、底部及び少なくとも１つの側面を有すること。

【００１０】

本発明はまた、リチウムを含む酸化物粉末、特には金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物の製造のための、上記容器の使用に関する。

【００１１】

定義

【００１２】

－ 「セラミックマトリックス複合物（Ｃｅｒａｍｉｃ Ｍａｔｒｉｘ Ｃｏｍｐｏｓｉｔｅ）」又は「ＣＭＣ」は、従来、セラミックマトリックスによって一緒に強固に結合

している、セラミック繊維から構成される物品を意味すると理解される。
－　「セラミック」とは、金属性でも有機物でもない物品を意味すると理解される。本発明の文脈では、酸化物ガラス、及び炭素を含む又は炭素からなる材料が、セラミック物品とみなされる。
－　「コーティング」とは、ＣＭＣ基材とは異なる性質の、１つ又は複数の材料の１つ又は複数の層を意味すると理解される。上記層の少なくとも１つ、特には少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含む層は、特には温度を上げた後の、ＣＭＣ支持体の反応の結果であってよく、かつ上記ＣＭＣの表面上への堆積の結果であってよい。
－　結晶性酸化物の「前駆体」とは、熱処理後、好ましくは空気中で、４００℃超の温度で、特には本発明による容器の最初の使用の際に、随意にＣＭＣの１つ又は複数の元素と組み合わせて、上記結晶性酸化物につながるであろう、１つ又は複数の材料を意味すると理解される。
－　「繊維」とは、長さがその等価直径の５倍を超える、フィラメントである。
－　繊維の「等価直径」とは、その半分の長さにおける断面と同じ表面の円板の直径である。
－　「単一の束」とは、断面において、１０本以上、好ましくは５０万本未満の繊維を含み、かつ長さが直径の５倍を超える、繊維の集合体である。
－　「集合した束」とは、束の集合体である。
－　「サイアロン」、ＳｉＡｌＯＮは、少なくともＳｉ、Ａｌ、及びＮの元素の酸窒化物の化合物であり、特には以下の式の１つに準拠する化合物である：
　－　$Si_xAl_yO_uN_v$、ここで：
　　－　ｘは０以上、０．０５超、０．１超、又は０．２超であり、かつ１以下、０．８以下、又は０．４以下であり、
　　－　ｙは０以上、又は０．１超、０．３超、又は０．５超であり、かつ１以下であり、
　　－　ｕは０超、０．１超、又は０．２超であり、かつ１以下、又は０．７以下であり、
　　－　ｖは０超、０．１超、０．２超、又は０．５超、又は０．７超、かつ１以下であり、
　　－　ｘ＋ｙ＞０であり、
　　ｘ、ｙ、ｕ、及びｖは、化学量論的指数であり、最も高いものを基準として正規化され、これは１に等しくされる；
　－　$Me_xSi_{12-(m+n)}Al_{(m+n)}O_nN_{16-n}$、ここで０≦ｘ≦２であり、Ｍｅは、ランタニド、Ｆｅ、Ｙ、Ｃａ、Ｌｉカチオン、及びそれらの混合物から選択されるカチオンであり、０≦ｍ≦１２であり、０≦ｎ≦１２であり、かつ０＜ｎ＋ｍ≦１２であり、一般的には「α’－ＳｉＡｌＯＮ」又は「ＳｉＡｌＯＮ－α’」と呼ばれる。
－　明確にするために、単純な酸化物の化学式が、組成物中のこれらの酸化物の含有レベルを指定するために用いられる。例えば、「SiO_2」又は「Al_2O_3」は、選択された組成物中のこれらの単純な酸化物の含有量を示しつつ、「シリカ」及び「アルミナ」は、それぞれSiO_2及びAl_2O_3からなるこれらの酸化物の相の実際の存在を示すために用いられる。
－　特に言及しない限り、酸化物の含有量はすべて、酸化物に基づいた質量百分率である。金属元素の酸化物の質量含有率は、業界の慣例に従い、最も安定な酸化物の形で表されるこの元素の総含有量に関する。
－　HfO_2は、ZrO_2から化学的に分離可能ではない。しかしながら、本発明によれば、HfO_2は、意図的に添加されない。したがって、HfO_2は、酸化ハフニウムの不可避的不純物のみを指し、この酸化物は、ジルコニア源中に、一般的には５％未満、一般的には２％未満の質量含有量で常に天然に存在する。明確にするために、酸化ジルコニウムの合計含有量及び微量の酸化ハフニウムの合計含有量を、「ZrO_2」又は「ZrO_2+HfO_2」と互換的に表記してよい。

－　酸化物の含有量の合計は、これらすべての酸化物の存在を意味するものではない。
－　「含む（有する）」は、示された元素以外の元素が存在しうるという意味で、非限定的に解釈されるべきである。

【図面の簡単な説明】

【００１３】

【図１】図１は、耐劣化性試験を実施する前に、光学顕微鏡の下で、実施例３のコーティングされているタイルを切り取った後の厚さを観察した際に得られた画像である

【発明を実施するための形態】

【００１４】

ＣＭＣは従来、セラミック繊維がセラミックマトリックスによって一緒に強固に結合している物品である。

【００１５】

好ましくは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合したセラミック繊維は、９５質量％以上、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の、酸化物、炭化物、窒化物、炭素、及びそれらの混合物を含む繊維から選択される。

【００１６】

好ましくは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合したセラミック繊維は、以下の繊維から選択される：

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞７０質量％、好ましくはSiO_2＞８０質量％、好ましくはSiO_2＞９０質量％、又はさらにはSiO_2＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞４５質量％、好ましくはSiO_2＞５０質量％、SiO_2＜８０質量％であるような化学分析、並びにFe_2O_3の形態で表して１質量％＜Fe_2O_3＜２０質量％であるような量の酸化鉄、及び５質量％＜Al_2O_3＜２５質量％、を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、Al_2O_3＞６５質量％、好ましくはAl_2O_3＞７０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞８０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞９０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞９５質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の炭化ケイ素を含むもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の炭素を含むもの、

－　並びにそれらの混合物。

【００１７】

一実施形態において、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、セラミック繊維は、以下から選択される：９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％のアルミナから構成される繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％のシリカから構成され、好ましくは、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％の非晶質シリカから構成される繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％のムライトから構成される繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％のムライト及びコランダムから構成される繊維、９０％質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％の玄武岩から構成さ

れる繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％のガラスから構成され、好ましくは洗浄される、繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％の炭化ケイ素から構成される繊維、９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは実質的に１００質量％の炭素から構成される繊維、及びそれらの混合物。

【００１８】

好ましくは、ＣＭＣマトリックスは、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物、炭化物、窒化物、サイアロン、及びそれらの混合物を含むマトリックスから選択される。

【００１９】

好ましくは、ＣＭＣマトリックスは、以下のマトリックスから選択される：

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞８０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９５質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９８質量％、又はさらには$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超のＳｉＣ＋Si_3N_4＋ＳｉＡｌＯＮを含むもの。

１つの実施形態において、特にマトリックスが５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超のＳｉＣを含む場合、上記マトリックス中のＳｉＣ＋Si_3N_4＋ＳｉＡｌＯＮに対する補足物は、金属性ケイ素を含み、好ましくは、上記補足物は、７０質量％超、好ましくは８０質量％超、好ましくは９０質量％超の金属性ケイ素からなる。

【００２０】

一実施形態において、ＣＭＣは、上記ＣＭＣの繊維、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、

好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞７０質量％、好ましくはSiO_2＞８０質量％、好ましくはSiO_2＞９０質量％、又はさらにはSiO_2＞９９質量％であるような化学分析を有し、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、以下のマトリックスから選択される、ようなものである：

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞８０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９５質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９８質量％、又はさらには$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの。

【００２１】

一実施形態において、ＣＭＣは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、SiO_2＞４５質量％、好ましくはSiO_2＞５０質量％、かつSiO_2＜８０質量％であるような化学分析、並びに、Fe_2O_3の形態で表して１質量％＜Fe_2O_3＜２０質量％である量の酸化鉄、及び５質量％＜Al_2O_3＜２５質量％、を有し、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、以下のマトリックスから選択される、ようなものである：

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞８０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９５質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９８質量％、又はさらには$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの。

【００２２】

一実施形態において、ＣＭＣは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、Al_2O_3＞６５質量％、好ましくはAl_2O_3＞７０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞８０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞９０質量％、又はさらにはAl_2O_3＞９５質量％であるような化学分析を有し、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、以下のマトリックスから選択される、ようなものである：

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3$＞９８質量％、又はさらには$SiO_2+Al_2O_3$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞７０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞８０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９０質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９５質量％、好ましくは$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９８質量％、又はさらには$Al_2O_3+ZrO_2+HfO_2$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９

９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する百分率で、$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞７０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞８０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９０質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９５質量％、好ましくは$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９８質量％、又はさらに$SiO_2+Al_2O_3+MgO$＞９９質量％であるような化学分析を有するもの、

－　８５質量％超、好ましくは９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むもの。一実施形態では、特にマトリックスが５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超のSiCを含む場合、$SiC+Si_3N_4+SiAlON$に対する補足物は、金属性ケイ素を含み、好ましくは、上記補足物は、７０質量％超、好ましくは８０質量％超、好ましくは９０質量％超の金属性ケイ素からなる。

【００２３】

一実施形態において、ＣＭＣは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の炭化ケイ素を含み、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むマトリックスから選択されるようなものである。一実施形態において、特にマトリックスが５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超のSiCを含む場合、上記マトリックス中の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$に対する補足物は、金属性ケイ素を含み、好ましくは、上記補足物は、７０質量％超、好ましくは８０質量％超、好ましくは９０質量％超の金属性ケイ素からなる。

【００２４】

一実施形態において、ＣＭＣは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の炭素を含み、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むマトリックスから選択されるようなものである。一実施形態において、特にマトリックスが５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超のSiCを含む場合、上記マトリックス中の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$に対する補足物は、金属性ケイ素を含み、好ましくは、上記補足物は、７０質量％超、好ましくは８０質量％超、好ましくは９０質量％超の金属性ケイ素からなる。

【００２５】

一実施形態において、ＣＭＣは、随意に単一の束及び／又は集合した束の形態で集合した、上記ＣＭＣの繊維が、９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物を含み、全酸化物に対する質量百分率で、SiO_2＞７０％、好ましくはSiO_2＞８０％、好ましくはSiO_2＞９０％、又はさらにはSiO_2＞９９％であるような化学分析を有し、かつ上記ＣＭＣのマトリックスが、９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９７質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$を含むマトリックスから選択されるようなものである。一実施形態において、特にマトリックスが５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超のSiCを含む場合、上記マトリックス中の$SiC+Si_3N_4+SiAlON$に対する補足物は、金属性ケイ素を含み、好ましくは、上記補足物は、７０質量％超、好ましくは８０質量％超、好ましくは９０質量％超の金属性ケイ素からなる。

【００２６】

好ましくは、上述した実施形態に関係なく、ＣＭＣは、１つ又は複数の以下の随意の特徴を有する：

－　ＣＭＣは焼結される。一実施形態では、焼結を、最初の使用の際に（換言すれば、その場で）実行しうる；

－　ＣＭＣは、浮力の原理に従って、浸漬によって測定された、１５％超、好ましくは２０％超、好ましくは２５％超、好ましくは３０％超、かつ好ましくは４５％未満、好ましくは４０％未満の開孔度を有する；

－　ＣＭＣは、３０体積％超、好ましくは４０体積％超、好ましくは５０体積％超、好ましくは６０体積％超、かつ／又は７０体積％未満の繊維を含み、随意に単一の糸及び／又は集合した糸の形態で集合している；

－ 繊維は、束の形態でグループ化され、束は、典型的には数百から数千の繊維を含む；

－　繊維、好ましくは束は、５０ｍｍ超の長さ、又はさらには１００ｍｍ超の長さを有する；

－　好ましい実施形態において、繊維、好ましくは束は、（不織）ウェブ、（単一メッシュの、若しくは一方向繊維及び／若しくは束で補強された）ニット、ブレードの（横糸束及び縦糸束を有する）組織の形態で、又は繊維及び／若しくは束が互いに貼り合わされている物体（フィラメントワインディング若しくはＥＳＦ（「エンジニアードスペシャリティファブリック」））の形態で配置される。

【００２７】

ＣＭＣを得ることを可能にするすべての製造方法を、実施しうる。

【００２８】

製造方法は、特には以下の工程を含みうる：

－　一組の織物又はウェブ、好ましくは束の織物又はウェブを、マトリックスを形成することができるスリップを用いて、乾燥かつ／又は焼結後に含浸させること；

－　上記織物及び／又はウェブを積層することであって、上記積層を、プレスによって又は真空下で、実行できること。

【００２９】

織物又は層を、特に所望の機械的特性に応じて、異なる織物又は層の束がすべて実質的に同じ方向、又は異なる方向、例えば４５°の方向に向くように積層しうる。

【００３０】

コーティング

【００３１】

コーティングは、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含む、少なくとも１つの層を含む。上記酸化物は、随意に、優先的にＳｉを含んでもよい。

【００３２】

好ましくは、上記結晶性酸化物は、リチウム化粉末の製造の際、特にはリチウム化遷移金属酸化物粉末の製造の際に到達する最高温度よりも高い融解温度を有する。

【００３３】

好ましくは、上記結晶性酸化物は、$LiAlO_2$、$LiAlSi_2O_6$、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_4O_{10}$、$LiAlSiO_4$、及びそれらの混合物から、好ましくは$LiAlO_2$、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_2O_6$、及びそれらの混合物から選択される。より好ましくは、上記結晶性酸化物は、Li_3AlSiO_5、$LiAlSi_2O_6$、及びそれらの混合物から選択される。

【００３４】

本発明者らは、所望の耐劣化性が、少量の上記結晶性酸化物がコーティング中にある場合、特には１５重量％～２５重量％の範囲内である場合、特にはＡｌを含まない上記結晶性酸化物の前駆体（この場合、ＡｌはＣＭＣに由来する）を用いる場合に、得られうることを実証した。

【００３５】

好ましくは、コーティングは、少なくとも２つの層を含み、上記層の少なくとも１つは

、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含み、例えばLi_4SiO_4を含む層、好ましくは本質的にLi_4SiO_4からなる層、並びに少なくともＬｉ、Ｓｉ、及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含む層、好ましくは結晶化化合物Li_3AlSiO_5を含む層などである。

【００３６】

例えば、少なくともＬｉ、Ｓｉ、及びＡｌの元素を含む化合物（好ましくは結晶化化合物Li_3AlSiO_5）を含む上記層は、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物を含む上記層（好ましくはLi_4SiO_4の層）とＣＭＣとの間に位置する。

【００３７】

一実施形態によれば、コーティングは、１５質量％超、好ましくは２０質量％超、好ましくは２５質量％超の、少なくとも元素Ｌｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉを含む、１つ又は複数の結晶性酸化物からなる。

【００３８】

一実施形態によれば、コーティングは、３０質量％超、好ましくは４０質量％超、より好ましくは５０質量％超、好ましくは６０質量％超、より好ましくは７０質量％超、好ましくは８０質量％超、より好ましくは９０質量％超、好ましくは９５質量％超、又はさらに好ましくは９８質量％超の、少なくとも元素Ｌｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉを含む１つ又は複数の結晶性酸化物から構成される。より好ましくは、コーティングは、本質的には、少なくともＬｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉの元素を含む、１つ又は複数の結晶性酸化物からなる。

【００３９】

一実施形態では、コーティングは、少なくともＬｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉの元素を含む、少なくとも１つの結晶性酸化物の前駆体を含有する。上記実施形態において、少なくともＬｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉの元素を含む、上記少なくとも１つの結晶性酸化物は、その後、例えば最初の使用の際などに、温度を上昇させることによって形成されるであろう。

【００４０】

一実施形態では、少なくとも元素Ｌｉ及びＡｌ、並びに随意にＳｉを含む、結晶性酸化物のＡｌの少なくとも一部及び／又はＳｉの少なくとも一部は、ＣＭＣからもたらされ、特に、例えば最初の使用などの際に、温度を上昇させることによってＬｉと反応することによってＣＭＣからもたらされる。

【００４１】

好ましくは、コーティングは、全酸化物に対する百分率で、以下の化学組成を有する：

－　Li_2O：０．５質量％超、好ましくは１質量％超、好ましくは２質量％超、好ましくは３質量％超、かつ好ましくは３０質量％未満、好ましくは２５質量％未満、及び／又は、

－　Al_2O_3：２質量％超、好ましくは４質量％超、好ましくは６質量％超、好ましくは８質量％超、好ましくは１０質量％超、好ましくは１２質量％超、かつ好ましくは８０質量％未満、及び／又は、

－　SiO_2：一実施形態では５質量％未満である。一実施形態では、１０質量％超、好ましくは１５質量％超、好ましくは２０質量％超、好ましくは２５質量％超、好ましくは３０質量％超、かつ好ましくは８０質量％未満、好ましくは７５質量％未満、好ましくは７０質量％未満、及び、

－　$SiO_2+Al_2O_3+Li_2O$は、５０質量％超、好ましくは６０質量％超、好ましくは７０質量％超、若しくは８０質量％超、若しくは９０質量％超である。

【００４２】

好ましくは、コーティングは、９０質量％超、好ましくは９５質量％超、好ましくは９８質量％超、好ましくは９９質量％超、好ましくは９９．５質量％超の酸化物からなる。好ましくは、コーティングは、本質的には酸化物からなる。

【００４３】

上記コーティングの厚さは、好ましくは５０μｍ超、好ましくは１００μｍ（ミクロン）超、好ましくは２００μｍ超、好ましくは３００μｍ超、若しくはさらには４００μｍ超、若しくはさらには５００μｍ超、若しくはさらには６００μｍ超、かつ／又は好ましくは２０００μｍ未満、好ましくは１５００μｍ未満、好ましくは１０００μｍ未満、好ましくは８００μｍ未満である。

【００４４】

好ましくは、コーティングされた内側壁の表面は、容器の底部及び上記底部と接触する側面の部分を有する。換言すれば、コーティングは、容器の側面の下方部にわたって延在し、容器はその作業位置内にあると考えられ、上記部分は、上記容器の使用の際に粉末と接触している。

【００４５】

好ましくは、容器の内部壁の表面のうち８５％超、好ましくは９０％超、好ましくは９５％超、好ましくは９６％超、好ましくは９８％超、好ましくは９９％超が、上記コーティングで被覆（コーティング）される。好ましくは、コーティングは、実質的には、容器の内部壁の全表面にわたって延在する。

【００４６】

好ましくは、容器の底部の外側壁の、少なくとも一部、好ましくは表面全体が、コーティングで被覆される。

【００４７】

一実施形態では、容器の壁の全表面積のうち９０％超、好ましくは９５％超、より好ましくは９９％超が、コーティングで被覆される。

【００４８】

好ましくは、コーティングは、その使用の前に熱処理を受けており、上記熱処理の際に到達する最高温度は、好ましくは９００℃超、好ましくは９５０℃超、かつＣＭＣの分解温度未満である。

【００４９】

随意に束の形態で集合した、SiO_2＞８０質量％であるような化学分析を有する繊維を含むＣＭＣの場合、上記熱処理の際に到達する最高温度は、好ましくは１０００℃未満である。

【００５０】

随意に束の形態で集合した、Al_2O_3＞６５質量％であるような化学分析を有する繊維を含むＣＭＣ、又は随意に束の形態で集合した、９５質量％超の炭化ケイ素を含む繊維を含むＣＭＣの場合、上記熱処理の際に到達する最高温度は、好ましくは１３００℃未満である。

【００５１】

好ましくは、上記最高温度での保持時間は、５時間超、好ましくは８時間超、かつ２０時間未満、好ましくは１５時間未満である。

【００５２】

熱処理の実施は、有利にはコーティングの接着性をかなり改善することを可能にする。

【００５３】

上記熱処理は、コーティング中に存在する少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む少なくとも１つの結晶性酸化物を、特には上記酸化物の前駆体から、かつ／又はＡｌの少なくとも一部がＣＭＣに由来する場合に、得ることを可能にすることもできる。

【００５４】

コーティングは、当業者に公知の任意の技術に従って、特にはブラシを用いる適用によって、スプレー、特には湿式スプレーによって、真空含浸によって、容器の内部壁の表面の少なくとも一部に適用されうる。

【００５５】

１つの変形例では、上記酸化物の前駆体が、容器の壁の表面の少なくとも一部に適用され、そして、例えば熱処理などを用いて、上記酸化物に変化する。

【００５６】
好ましくは、上記酸化物の前駆体は、以下から選択される：
－　リチウム化バイヤライト、
－　Li_4SiO_4、Ａｌはこの場合ＣＭＣに由来する（少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物であって、そしてLi_3AlSiO_5でありうるもの）、
－　及びそれらの混合物。
【００５７】
容器
【００５８】
容器は任意の形状を有しうる。
【００５９】
本発明による上記容器の周囲は、多角形、特には長方形及び正方形、円又は楕円から選択されうる。
【００６０】
好ましくは、本発明による容器は、底部及び少なくとも１つの側面を有し、底部及び少なくとも１つの側面は、好ましくは、２０ｍｍ未満、より好ましくは１５ｍｍ未満、若しくはさらには好ましくは１０ｍｍ未満、かつ／又は好ましくは２ｍｍ超、好ましくは４ｍｍ超、より好ましくは５ｍｍ超の平均厚さを有する。
【００６１】
一実施形態では、上記容器の底部は、その側部の厚さよりも大きい厚さを有し、好ましくは１０％超、より好ましくは２０％超、より好ましくは３０％超大きい厚さを有する。
【００６２】
一実施形態において、上記容器の底部及び側面は、１０％未満、好ましくは５％未満の厚さの差を有する。好ましくは、上記実施形態において、上記容器の底部は、その側部の厚さと実質的に同一の厚さを有する。
【００６３】
一実施形態では、壁の厚さは一定ではない。好ましくは、側面の厚さは、容器底部の面での厚さより大きい。好ましくは、容器底部と接触する側面の部分は、容器底部の反対側に位置する側面の部分の厚さの１０％より大きい厚さを有する。
【００６４】
一実施形態において、本発明による容器は、長さ、すなわち、５００ｍｍ未満、好ましくは４００ｍｍ未満、又は／又は好ましくは１００ｍｍ超、好ましくは２００ｍｍ超の長さ、及び幅、すなわち、長さに対して垂直に測定される最小寸法である、５００ｍｍ未満、好ましくは４００ｍｍ未満、又は／又は好ましくは１００ｍｍ超、好ましくは２００ｍｍ超の幅を有する。
【００６５】
一実施形態において、容器は、少なくとも２つの部分に区画されてよく、上記少なくとも２つの部分を、酸化リチウム、特には金属の酸化物又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物を含む粉末を合成することを目的とする熱処理の際の気体の循環を可能にする空間によって分離することができる。
【００６６】
一実施形態では、容器の底面と上記少なくとも１つの側面との間の角度は、９０°に等しい。一実施形態では、上記角度は、９０°超かつ１００°未満である。
【００６７】
一実施形態において、本発明による容器は、５００ｍｍ未満、好ましくは４００ｍｍ未満、又は／又は好ましくは１００ｍｍ超、好ましくは２００ｍｍ超の直径を有する。
【００６８】
好ましくは、本発明による容器は、０．１リットル超、好ましくは１リットル超、好ましくは２リットル超、好ましくは３リットル超、かつ／又は好ましくは２５リットル未満、好ましくは２０リットル未満、好ましくは１５リットル未満の容積を有する。

【００６９】
一実施形態において、本発明による容器のＣＭＣ底部及び側面は、モノリシック集合体を形成する。換言すれば、上記底部及び側面は一体であり、底部と側面との間の接続部は、好ましくは５ｍｍ超、好ましくは１０ｍｍ超、好ましくは２０ｍｍ超の半径を有する。
【００７０】
一実施形態では、容器は、ＣＭＣでできている様々な部品、例えばＣＭＣでできているプレートの集合体であり、上記様々な部品間の接続部を、特には、ほぞ穴及びほぞ（ほぞ継ぎ）の接合、及び／又はブラケット集合体、及び／又はネスティング集合体（特には、切り込み又は溝を用いるもの）、及び／又は金属若しくはセラミックのピン、及び／又は金属若しくはセラミックのネジ、及び／又は金属若しくはセラミックのリベット、及び／又は金属若しくはセラミックのキーによって作ることができる。
【実施例】
【００７１】
以下の非限定的な実施例を、本発明を示す目的で挙げる。
【００７２】
金属の酸化物粉末又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物粉末の合成の際の劣化に対する耐性は、以下の方法によって評価される：
２ｇの水酸化リチウムを、例に応じてコーティングを有する又は有しない、各タイルの表面の中心に配置する。次いで、集合体を電気炉内に置き、空気中で、以下の熱処理を行う：
－　９００℃まで昇温させ、
－　９００℃で１０時間保持し、
－　周囲温度まで降下させる。
【００７３】
各例について、耐劣化性試験の前に、例に応じてコーティングされたタイル又はコーティングされていないタイルを、上記タイルの中央ゾーンの端面を得るように切断し、前記端面を樹脂でコーティングし、鏡面研磨する。次いで、前記研磨された端面を、耐劣化性試験の前に、光学顕微鏡を用いて観察し、それによって、例におけるタイルの平均厚さE_0を測定し、上記平均厚さE_0は、５つの異なる観察ゾーンにわたって測定された厚さの算術平均である。
【００７４】
各例について、耐劣化性試験の後、例に応じてコーティングされた又はコーティングされていないタイルを、上記タイルの中央ゾーンの端面を得るように切断し、上記端面を樹脂でコーティングし、鏡面研磨する。次いで、上記研磨された端面を、光学顕微鏡を用いて観察し、それによって、例のタイルにおいて、目視による未改質材料の厚さに対応する平均厚さE_1を測定し、上記平均厚さE_1は、５つの異なる観察ゾーンにわたって測定された厚さの算術平均である。
【００７５】
例の耐劣化性は、$E_0 - E_1$によって定義され、差$E_0 - E_1$が比較的小さいほど、耐劣化性が比較的高い。
【００７６】
例の製造プロトコルを以下に説明する：
【００７７】
（ａ）本発明外の比較例１において用いられたタイル
【００７８】
本発明外の比較例１で用いられたタイルは、Ｓａｉｎｔ－Ｇｏｂａｉｎ　Ｐｅｒｆｏｒｍａｎｃｅ　Ｃｅｒａｍｉｃｓ　ａｎｄ　Ｒｅｆｒａｃｔｏｒｉｅｓによって販売されている、Ａｌｕｎｄｕｍ（登録商標）ＡＨ１９９のプレートであり、以下の寸法を有する：５０ｘ５０ｘ１１ｍｍ^3。
【００７９】

（ｂ）本発明外の比較例２及び本発明による実施例３において用いられたタイル

【００８０】

上記例において用いられたタイルは、Ｉｎｏｖａｃｅｒａｍ社によって販売されている、ＨＴ－Ｃ　Ｔｙｐ　ＳＭ焼結ＣＭＣタイルであり、寸法は、５０ｘ５０ｘ４．５ｍｍ^{3}である。

【００８１】

（ｃ）比較例１及び実施例３のコーティングされているタイルのコーティングを得るための懸濁液

【００８２】

水酸化リチウムを、０．３ｍｏｌ／Ｌの濃度で水中に導入し、集合体を、水酸化リチウムが溶解するまで撹拌し続ける。次いで、Ｓｉｇｍａ　Ａｌｄｒｉｃｈによって販売されている、Ｌｕｄｏｘ　ＡＳ４０コロイダルシリカを、水酸化リチウムのSiO_2に対するモル比が４になるように、撹拌下で添加する。

【００８３】

次いで、ｐＨを、クエン酸を用いて８．５に調整する。撹拌を、クエン酸の導入後１０分間にわたって維持する。次いで、得られた懸濁液を、６５℃の乾燥オーブン内に１８時間にわたって入れる。

【００８４】

（ｄ）コーティングされているタイルの表面上にコーティングを製造すること

【００８５】

コーティングを、Ａｌｕｎｄｕｍ（登録商標）ＡＨ１９９タイル上及び焼結ＣＭＣタイル上に、以下の方法を用いて得る。

【００８６】

比較例１を実施するために、（ｃ）項の最後に得られた懸濁液を、（ａ）項に記載されたタイルにブラシを用いて適用する。

【００８７】

実施例３を実施するために、（ｃ）項で得られた懸濁液を、（ｂ）項に記載されたタイルの１つにブラシを用いて適用する。

【００８８】

次いで、６０℃で１２時間にわたって乾燥した後、乾燥したコーティングされたタイルは、電気炉内で以下の熱処理ＨＴを受ける：

－　２０℃から９００℃まで、１０℃／分の速度で昇温し、

－　９００℃で１０時間にわたって保持し、

－　室温まで自然降下させる。

【００８９】

添付の図１は、耐劣化性試験を実施する前に、光学顕微鏡の下で、実施例３のコーティングされているタイルを切り取った後の厚さを観察した際に得られた画像である。ＣＭＣタイル（１）の表面上に存在する２つの層を区別できる：Li_4SiO_4の層（２）及び結晶化化合物Li_3AlSiO_5を含む層（３）。

【００９０】

このようにして得られたタイルは、次に上述の耐劣化性試験を受ける。

【００９１】

以下の表１は、耐劣化性試験の結果を要約したものであり、例は、金属の酸化物粉末又は複数のリチウム化遷移金属の酸化物粉末の合成に用いられる容器の代表的なものである。

【００９２】

【表１】
表１

例	試験前の平均厚みE_0（ｍｍ）	耐劣化性試験前の例から端面の研磨表面上をＸ線回折することによって明らかになった、コーティング中の少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物。	劣化抵抗、E_0-E_1（ｍｍ）
１（＊）Ａｌｕｎｄｕｍ（登録商標）ＡＨ１９９でできているコーティングされたタイル	－	－	－
２（＊）コーティングされていないＣＭＣタイル	４．５	－	４．５
３コートＣＭＣタイル	４．５	Li_3AlSiO_5	１

(*)：本発明外

【００９３】
実施例３のコーティング中の結晶性酸化物Li_3AlSiO_5の存在は、耐劣化性試験前にこの実施例の端面の研磨表面上で実行したＸ線回折によって実証される。
【００９４】
熱処理ＨＴの後、本発明外の比較例１は、Ａｌｕｎｄｕｍ（登録商標）ＡＨ１９９支持プレートに付着しない、鱗片状のコーティングを有する。したがって、劣化に対する耐性試験を実行することはできなかった。
【００９５】
それに対して、本発明による実施例３は、表面に亀裂のない均質なコーティングを有する。本発明外の比較例１と本発明による実施例３との比較は、コーティングの支持材料としてのＣＭＣの必要性を示している。
【００９６】
本発明外の比較例２と本発明による実施例３との比較は、実施例３の劣化に対する耐性が１ｍｍに等しく、４．５ｍｍに等しい比較例２のそれよりもはるかに小さいことを示している。
【００９７】
上記の例は、本発明の利点を示し、特に、セラミックマトリックス複合物と、少なくともＬｉ及びＡｌの元素を含む結晶性酸化物又は上記結晶性酸化物の前駆体を含むそのコーティングとの組み合わせの特定の選択の利点を示す。
【００９８】
劣化に対する低い耐性が、リチウム化バイヤライトの懸濁液をＣＭＣのタイル表面上のコーティングを作るのに代替的に用いる場合にも、測定された。
【００９９】
これらの結果は、本発明による容器の有効性を示している。
【０１００】
もちろん、本発明は、単に示す目的で提供される、記載された実施形態に限定されるものではない。
【０１０１】
特に、本発明による物品は、特定の形状又は寸法に限定されるものではない。

【図面】
【図１】

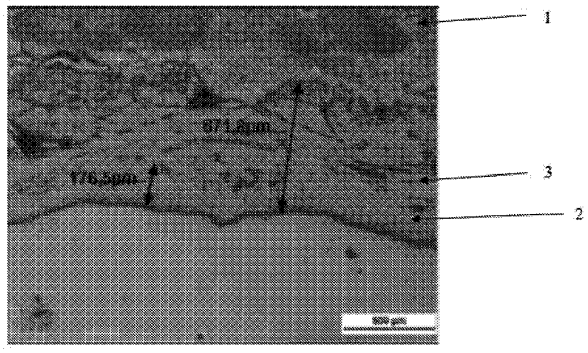

Fig. 1

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/FR2022/052493

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B 41/87(2006.01)i; ***C04B 41/89***(2006.01)i

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)

C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 108302942 A (ZHU XINGYU; LI JUNXIU) 20 July 2018 (2018-07-20) claims examples	1-13

☐ 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
"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	Date of mailing of the international search report
12 April 2023	**19 April 2023**
Name and mailing address of the ISA/EP **European Patent Office** **p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk** **Netherlands** Telephone No. **(+31-70)340-2040** Facsimile No. **(+31-70)340-3016**	Authorized officer **Rosenberger, Jürgen** Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/FR2022/052493

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN 108302942 A	20 July 2018	CN 108302942 A	20 July 2018
		JP 7229456 B2	28 February 2023
		JP 2019121601 A	22 July 2019

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2015)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2022/052493

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C04B41/87 C04B41/89
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C04B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	CN 108 302 942 A (ZHU XINGYU; LI JUNXIU) 20 juillet 2018 (2018-07-20) revendications exemples -----	1-13

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée
"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
"X" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
"Y" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
12 avril 2023	19/04/2023

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Rosenberger, Jürgen

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (avril 2005)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2022/052493

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
CN 108302942 A	20-07-2018	CN 108302942 A	20-07-2018
		JP 7229456 B2	28-02-2023
		JP 2019121601 A	22-07-2019

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (avril 2005)

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),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,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,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,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

弁理士　村上 智史

(74)代理人　100232895

弁理士　林 海藍

(72)発明者　フランスリーヌ マルゲリット ルイーズ　ビレモー

フランス国，８４３０６ カバイヨン セデ，アブニュ アルフォンス ジョフレ ５５０ － セエス２０２２４，セ／オ サン－ゴバン サントル ドゥ ルシェルシェ エ デトゥードゥ ユーロペン

(72)発明者　コスタナ ミハエラ イオニカ ブスケ

フランス国，８４３０６ カバイヨン セデ，アブニュ アルフォンス ジョフレ ５５０ － セエス２０２２４，セ／オ サン－ゴバン サントル ドゥ ルシェルシェ エ デトゥードゥ ユーロペン

(72)発明者　エマニュエル ノネ

フランス国，８４３０６ カバイヨン セデ，アブニュ アルフォンス ジョフレ ５５０ － セエス２０２２４，セ／オ サン－ゴバン サントル ドゥ ルシェルシェ エ デトゥードゥ ユーロペン

Ｆターム（参考）　4K055　HA02 HA23 HA25