

【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 3 部門第 1 区分

【発行日】令和 3 年 7 月 26 日 (2021.7.26)

【公開番号】特開 2019-52083 (P2019-52083A)

【公開日】平成 31 年 4 月 4 日 (2019.4.4)

【年通号数】公開・登録公報 2019-013

【出願番号】特願 2018-167526 (P2018-167526)

【国際特許分類】

C 0 1 B 32/194 (2017.01)

H 0 1 M 4/62 (2006.01)

H 0 1 M 4/36 (2006.01)

H 0 1 M 4/139 (2010.01)

H 0 1 M 4/13 (2010.01)

C 0 1 B 32/158 (2017.01)

C 0 1 B 32/174 (2017.01)

【F I】

C 0 1 B 32/194

H 0 1 M 4/62 Z

H 0 1 M 4/36 A

H 0 1 M 4/139

H 0 1 M 4/13

C 0 1 B 32/158

C 0 1 B 32/174

【手続補正書】

【提出日】令和 3 年 5 月 21 日 (2021.5.21)

【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】

表面処理剤が付着してなるグラフェン粉末であって、
サイクリックボルタンメトリーにおいて、電極電位を開回路状態から金属リチウム基準で 5.0 V まで掃引した場合に、金属リチウム基準で酸化電位が 4.3 V 以上 4.9 V 以下であるグラフェン粉末。

【請求項 2】

前記表面処理剤が、フェノール性ヒドロキシ基を有しないベンゼン系芳香族化合物またはその中和塩、シランカップリング剤、またはカチオン化剤である、請求項 1 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 3】

前記表面処理剤が、アミノ基を有し、フェノール性ヒドロキシ基を有しないベンゼン系芳香族化合物である、請求項 2 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 4】

前記ベンゼン系芳香族化合物の縮合数が 1 以上 4 以下である、請求項 3 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 5】

前記表面処理剤が、アミノ基とアルコキシシリル基を有するシランカップリング剤である

、請求項 2 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 6】

前記表面処理剤が、第一級アミノ基 ($-NH_2$)、第二級アミノ基 ($-NHR_1$)、又は第三級アミノ基 ($-NR_1R_2$)、イミノ基 ($=NH$)、イミド基 ($-C(=O)-NH-C(=O)-$)、アミド基 ($-C(=O)NH-$)、のうち少なくとも 1 種類以上有するカチオン性高分子化合物である、請求項 2 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 7】

前記カチオン性高分子化合物の数平均分子量が 500 以上 5000 以下である、請求項 6 に記載のグラフェン粉末。

【請求項 8】

請求項 1 から 7 のいずれかに記載のグラフェン粉末と、さらにカーボンナノチューブを含む、リチウムイオン電池用導電助剤。

【請求項 9】

前記カーボンナノチューブが、直径 3 nm 以上 50 nm 以下、繊維長 10 μm 以上 50 μm 以下のカーボンナノチューブである、請求項 8 に記載のリチウムイオン電池用導電助剤。

【請求項 10】

請求項 1 から 7 のいずれかに記載のグラフェン粉末または請求項 8 もしくは 9 に記載のリチウムイオン電池用導電助剤が有機溶媒に分散されてなるグラフェン粉末 / 有機溶媒分散液。

【請求項 11】

請求項 1 から 7 のいずれかに記載のグラフェン粉末または請求項 8 もしくは 9 に記載のリチウムイオン電池用導電助剤と電極活物質粒子とが複合化してなるグラフェン - 電極活物質複合体粒子。

【請求項 12】

請求項 1 から 7 のいずれかに記載のグラフェン粉末または請求項 8 もしくは 9 に記載のリチウムイオン電池用導電助剤と、電極活物質粒子およびバインダーを含む電極ペースト。

【請求項 13】

請求項 1 から 7 のいずれかに記載のグラフェン粉末または請求項 8 もしくは 9 に記載のリチウムイオン電池用導電助剤と、電極活物質粒子およびバインダーを含む電極。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0079

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0079】

[実施例 5]

1500 メッシュの天然黒鉛粉末 (上海一帆石墨有限公司) を原料として、氷浴中の 10 g の天然黒鉛粉末に、220 ml の 98 % 濃硫酸、5 g の硝酸ナトリウム、30 g の過マンガン酸カリウムを入れ、1 時間機械攪拌し、混合液の温度は 20 以下で保持した。この混合液を氷浴から取り出し、35 水浴中で 4 時間攪拌反応し、その後イオン交換水 500 ml を入れて得られた懸濁液を 90 で更に 15 分反応を行った。最後に 600 ml のイオン交換水と 50 ml の過酸化水素を入れ、5 分間の反応を行い、酸化グラフェン分散液を得た。熱いうちにこれを濾過し、希塩酸溶液で金属イオンを洗浄し、イオン交換水で酸を洗浄し、pH が 7 になるまで洗浄を繰り返して酸化グラフェンゲルを調製した。調製した酸化グラフェンゲルの、X 線光電子分光法により測定される酸素原子の炭素原子に対する元素比は 0.53 であった。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0082

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0083

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0084

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0085】

以下の実施例および比較例において引用する実施例 1 および実施例 3 は、それぞれ実施例 5 および実施例 7 に読み替えるものとする。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0117

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0117】

【表 1】

【表1】	グラフェン粉末					サイクリック ボルタンメトリー	電池性能評価			
	表面処理剤	N/C比	面方向の大きさ [μm]	厚み [nm]	比表面積 [m ² /g]	酸化電位 [V]	電極中での 存在状態	放電容量1C [mAh/g]	放電容量5C [mAh/g]	放電容量1C (500サイクル) [mAh/g]
実施例5	3-クロロアニリン塩酸塩	0.014	3.2	15	154	4.3		150	101	117
実施例6	ベンジルアミン塩酸塩	0.013	3.1	15	155	4.4		151	101	118
実施例7	2-フェニルエチルアミン塩酸塩	0.013	3.1	15	156	4.4		152	102	119
実施例8	1-ナフチルアミン塩酸塩	0.012	3.3	16	147	4.3		146	90	113
実施例9	3-アミノプロピルトリメトキシシラン	0.014	3.2	14	143	4.8		151	88	105
実施例10	N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン	0.013	3.2	13	148	4.8		148	90	108
実施例11	ポリエチレンイミン(分子量500)	0.014	3.1	16	146	4.7		147	81	99
実施例12	ポリエチレンイミン(分子量1000)	0.014	3.2	14	142	4.7		146	87	105
実施例13	ポリエチレンイミン(分子量2000)	0.014	3.1	16	145	4.7		148	98	109
実施例14	ポリエチレンイミン(分子量5000)	0.014	3.1	14	154	4.7		145	80	98
実施例15	3-クロロアニリン塩酸塩	0.014	3.2	15	154	4.3	活物質粒子と複合化	150	100	125
実施例16	ベンジルアミン塩酸塩	0.013	3.1	15	155	4.4		152	104	128
実施例17	2-フェニルエチルアミン塩酸塩	0.013	3.1	15	156	4.4		153	104	129
実施例18	1-ナフチルアミン塩酸塩	0.012	3.3	16	147	4.3		146	93	122
比較例1	—	0.000	4.1	137	496	5.0以上	単体	57	23	24
比較例2	ドーバミン塩酸塩	0.020	3.5	17	136	4.1		131	68	86
比較例3	メタクロイルアミノプロピルトリメチルアンモニウムクロリド	0.017	4.5	30	154	4.1		99	63	50
比較例4	安息香酸	0.000	5.3	73	200	5.0以上		83	51	20
比較例5	ドデシル硫酸ナトリウム	0.000	4.2	103	250	5.0以上		45	35	13