【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】WO2021/074592
【公表番号】特表2023-501778(P2023-501778A)
【公表日】令和5年1月19日(2023.1.19)
【年通号数】公開公報(特許)2023-011
【出願番号】特願2022-523003(P2022-523003)
【国際特許分類】
Ｈ０１Ｍ　4/48(2010.01)
Ｈ０１Ｍ　4/36(2006.01)
Ｈ０１Ｍ　4/1391(2010.01)
Ｈ０１Ｍ　4/131(2010.01)
Ｃ０１Ｇ 41/00(2006.01)
Ｃ０１Ｇ 49/00(2006.01)
Ｃ０１Ｂ 25/37(2006.01)
【ＦＩ】
Ｈ０１Ｍ　4/48
Ｈ０１Ｍ　4/36　　Ｃ
Ｈ０１Ｍ　4/1391
Ｈ０１Ｍ　4/131
Ｃ０１Ｇ 41/00　　Ａ
Ｃ０１Ｇ 49/00　　Ａ
Ｃ０１Ｂ 25/37　　Ｍ

【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】
活電極材料を作製する方法であって、前記方法は、
混合ニオブ酸化物を提供することと、
前記混合ニオブ酸化物を炭素前駆体と化合させて中間材料を形成することであって、前記炭素前駆体が、多環芳香族sp^2炭素を含み、ピッチ系炭素、グラフェン酸化物、及びそれらの混合物から選択される、前記形成することと、
前記中間材料を還元条件下で加熱して炭素前駆体を熱分解し、前記混合ニオブ酸化物上に炭素被覆を形成するとともに、前記混合ニオブ酸化物に酸素空孔を導入して、前記活電極材料を形成することと、
を含み、前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、窒素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガス下で、または、不活性ガスと水素との混合物の下で、または真空下で、４００～１，２００℃の範囲の温度で実施され；そして
前記混合ニオブ酸化物は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、前記方法。
【請求項２】
前記炭素前駆体はピッチ系炭素から選択され、任意選択で前記ピッチ系炭素は、５０～

４００℃、または８０～３００℃、または１００～２７０℃の範囲の軟化点を有する、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記炭素前駆体はピッチ系炭素から選択され、前記ピッチ系炭素は、コールタールピッチ、石油ピッチ、中間相ピッチ、ウッドタールピッチ、等方性ピッチ、ビチューメン、及びそれらの混合物から選択され、任意選択で前記炭素前駆体は石油ピッチである、請求項１又は２に記載の方法。
【請求項４】
前記中間材料は、前記混合ニオブ酸化物及び前記炭素前駆体の総重量に基づいて、最大２５ｗｔ％、または０．１～１５ｗｔ％、または０．２～８ｗｔ％の量で前記炭素前駆体を含む、請求項１～３のいずれかに記載の方法。
【請求項５】
前記活電極材料上の前記炭素被覆が、前記活電極材料の前記総重量に基づいて、最大１０ｗｔ％、または０．０５～５ｗｔ％、または０．１～３ｗｔ％の量で存在する、請求項１～４のいずれかに記載の方法。
【請求項６】
前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と化合させる前記ステップは、高エネルギー粉砕を含む、請求項１～５のいずれかに記載の方法。
【請求項７】
前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と化合させる前記ステップは、前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と溶媒中で混合することを含む、請求項１～６のいずれかに記載の方法。
【請求項８】
前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、５００～１，１００℃または６００～９００℃の範囲の温度で実施される、請求項１～７のいずれかに記載の方法。
【請求項９】
前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、３０分～１２時間、または１～９時間、または２～６時間の範囲内の期間実施される、請求項１～８のいずれかに記載の方法。
【請求項１０】
前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、窒素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガス下で実施される、請求項１～９のいずれかに記載の方法。
【請求項１１】
混合ニオブ酸化物を提供することと、
前記混合ニオブ酸化物を還元条件下で加熱して前記混合ニオブ酸化物に酸素空孔を導入し、それによって酸素欠損混合ニオブ酸化物を形成することと、
前記酸素欠損混合ニオブ酸化物を、多環芳香族sp^2炭素を含む前記炭素前駆体と化合させて前記中間材料を形成することと、
前記中間材料を還元条件下で加熱して前記炭素前駆体を熱分解し、前記酸素欠損混合ニオブ酸化物上に炭素被覆を形成するとともに、前記酸素欠損混合ニオブ酸化物に酸素空孔をさらに導入して、前記活電極材料を形成することと、
を含む、請求項１～１０のいずれかに記載の方法。
【請求項１２】
請求項１～１１のいずれかに記載の方法により得られる酸素欠損混合ニオブ酸化物。
【請求項１３】
前記炭素被覆は半結晶であり、任意選択で前記炭素被覆は、前記活電極材料のＸＲＤパターンにて、約２６°の２θを中心とする少なくとも０．２０°、または少なくとも０．２５°、または少なくとも０．３０°の幅（半値全幅）を有するピークをもたらす、請求項１２に記載の活電極材料。
【請求項１４】

前記活電極材料は、ラマン分光によって観察される、０．８５～１．１５、または０．９０～１．１０、または０．９５～１．０５の範囲内のI_D/I_G比を有する、請求項１２または請求項１３に記載の活電極材料。

【請求項１５】

前記混合ニオブ酸化物は、式MNb_bO_cによって表され、Ｍは１つ以上のカチオンを表し、ｂは０．１３≦ｂ≦４９を満たし、ｃは３．３≦ｃ≦１２４を満たし、任意選択でＭは、Ｐ、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表す、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。

【請求項１６】

前記混合ニオブ酸化物は、式$[M1]_x[M2]_{(1-x)}[Nb]_y[O]_z$によって表され、Ｍ１とＭ２とが異なり、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、Ｍ２がＭｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、ｘが$0<x<0.5$を満たし、ｙが$0.5\leqq y\leqq 49$を満たし、ｚが$4\leqq z\leqq 124$を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。

【請求項１７】

前記混合ニオブ酸化物は、式$[M1]_x[M2]_{(1-x)}[Nb]_y[O]_z$によって表され、

Ｍ１とＭ２とが異なり、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、Ｍ２がＭｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ｐ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、ｘが$0<x<0.5$を満たし、ｙが$0.5\leqq y\leqq 49$を満たし、ｚが$4\leqq z\leqq 124$を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。

【請求項１８】

（ｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｚｎ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇ、Ｎｉ、Ｈｆの１つ以上を表す、または

（ｉｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｚｎ、Ｔａ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇの１つ以上を表す、または

（ｉｉｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、もしくはＺｒの１つ以上を表す、請求項１６または請求項１７に記載の活電極材料、あるいは請求項１６または請求項１７に記載の方法。

【請求項１９】

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xMo_{(1-x)}Nb_{12}O_{(33-33\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが$0<x<0.5$を満たし、αが$0\leqq\alpha\leqq 0.05$を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。

【請求項２０】

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xW_{(1-x)}Nb_{0.57}O_{(4.43-4.43\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが$0<x<0.5$を満たし、αが$0\leqq\alpha\leqq 0.05$を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記

載の方法。
【請求項２１】
前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xZn_{(1-x)}Nb_{17}O_{(43.5-43.5\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。
【請求項２２】
前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xAl_{(1-x)}Nb_{11}O_{(29-29\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、請求項１２～１４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１のいずれかに記載の方法。
【請求項２３】
（ｉ）Ｍ１が、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｙ、Ｔｉ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｖ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ａｌ、Ｇａ、Ｓｉ、Ｇｅ、Ｓｎ、Ｓｂの１つ以上を表す、または
（ｉｉ）Ｍ１が、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｋ、Ｎｉ、Ａｌ、Ｈｆ、Ｔａ、もしくはＺｎの１つ以上を表す、または
（ｉｉｉ）Ｍ１が、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｇａ、Ｇｅ、Ａｌ、もしくはＺｎの１つ以上を表す、請求項１６～２２のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１６～２２のいずれかに記載の方法。
【請求項２４】
（ｉ）ｘが０．０１≦ｘ≦０．４を満たし、及び／または
（ｉｉ）ｘが０．０５≦ｘ≦０．２５を満たし、及び／または
（ｉｉｉ）ｘが約０．０５である、請求項１６～２３のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１６～２３のいずれかに記載の方法。
【請求項２５】
前記混合ニオブ酸化物の結晶構造が、$TiNb_2O_7$の結晶構造に対応していない、請求項１２～２４のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１もしくは１５～２４のいずれかに記載の方法。
【請求項２６】
前記活電極材料は微粒子型であり、任意選択で前記活電極材料は、０．１～１００μｍ、または０．５～５０μｍ、または１～１５μｍの範囲のD_{50}粒子直径を有する、請求項１２～２５のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１もしくは１５～２５のいずれかに記載の方法。
【請求項２７】
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１２～２６のいずれかに記載の活電極材料、または請求項１～１１もしくは１５～２６のいずれかに記載の方法。
【請求項２８】
集電体と電気的に接触する、請求項１２～２７のいずれかに記載の活電極材料を含み、任意選択で前記電極が、リチウムイオン電池の一部としてアノードを形成する、電極。

【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１６０
【補正方法】変更
【補正の内容】

【０１６０】
［１］Ｊ．Ｂ．Ｇｏｏｄｅｎｏｕｇｈ ｅｔ．ａｌ．，Ｊ．Ａｍ．Ｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．，１３５，（２０１３），１１６７－１１７６．
［２］Ｒ．Ｊ．Ｃａｖａ．，Ｊ．Ｅｌｅｃｔｒｏｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．，（１９８３），２３４５．
［３］Ｒ．Ｊ．Ｃａｖａ，Ｓｏｌｉｄ Ｓｔａｔｅ Ｉｏｎｉｃｓ ９＆１０（１９８３）４０７－４１２
［４］Ｋｅｎｔ Ｊ．Ｇｒｉｆｆｉｔｈ ｅｔ．ａｌ．，Ｊ．Ａｍ．Ｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．，１３８，（２０１６），８８８８－８８８９．
［５］Ｙｏｏｎ Ｊｉ Ｊｏ ｅｔ．ａｌ．，Ｋｏｒｅａｎ Ｊ．Ｃｈｅｍ．Ｅｎｇ．，３６（１０），（２０１９），１７２４－１７３１．
［６］Ｋｅｎｔ Ｊ．Ｇｒｉｆｆｉｔｈ ｅｔ．ａｌ．，Ｉｎｏｒｇａｎｉｃ Ｃｈｅｍｉｓｔｒｙ．，５６，（２０１７），４００２－４０１０．
［７］Ｓａｇｒａｒｉｏ Ｍ．Ｍｏｎｔｅｍａｙｏｒ ｅｔ．ａｌ．，Ｊ．Ｍａｔｅｒ．Ｃｈｅｍ．，８（１９９８），２７７７－２７８１．
［８］Ｂｏｔｅｌｌａ ｅｔ．Ａｌ．，Ｃａｔａｌｙｓｉｓ Ｔｏｄａｙ，１５８（２０１０），１６２－１６９．

本発明の具体的態様は以下のとおりである。

[態様１]

活電極材料を作製する方法であって、前記方法は、

混合ニオブ酸化物を提供することと、

前記混合ニオブ酸化物を炭素前駆体と化合させて中間材料を形成することであって、前記炭素前駆体が、多環芳香族sp^2炭素を含み、ピッチ系炭素、グラフェン酸化物、及びそれらの混合物から選択される、前記形成することと、

前記中間材料を還元条件下で加熱して炭素前駆体を熱分解し、前記混合ニオブ酸化物上に炭素被覆を形成するとともに、前記混合ニオブ酸化物に酸素空孔を導入して、前記活電極材料を形成することと、

を含む、前記方法。

[態様２]

前記混合ニオブ酸化物は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有し、任意選択で前記混合ニオブ酸化物は、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ構造を有する、態様１に記載の方法。

[態様３]

前記炭素前駆体はピッチ系炭素から選択され、任意選択で前記ピッチ系炭素は、５０～４００℃、または８０～３００℃、または１００～２７０℃の範囲の軟化点を有する、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様４]

前記炭素前駆体はピッチ系炭素から選択され、前記ピッチ系炭素は、コールタールピッチ、石油ピッチ、中間相ピッチ、ウッドタールピッチ、等方性ピッチ、ビチューメン、及びそれらの混合物から選択され、任意選択で前記炭素前駆体は石油ピッチである、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様５]

前記中間材料は、前記混合ニオブ酸化物及び前記炭素前駆体の総重量に基づいて、最大２５ｗｔ％、または０．１～１５ｗｔ％、または０．２～８ｗｔ％の量で前記炭素前駆体を含む、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様６]

前記活電極材料上の前記炭素被覆が、前記活電極材料の前記総重量に基づいて、最大１０ｗｔ％、または０．０５～５ｗｔ％、または０．１～３ｗｔ％の量で存在する、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様７]

前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と化合させる前記ステップは、高エネルギー粉砕を含む、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様８]

前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と化合させる前記ステップは、前記混合ニオブ酸化物を前記炭素前駆体と溶媒中で混合することを含む、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様９]

前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、４００～１，２００℃、または５００～１，１００℃、または６００～９００℃の範囲の温度で実施される、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様１０]

前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、３０分～１２時間、または１～９時間、または２～６時間の範囲内の期間実施される、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様１１]

前記中間材料を還元条件下で加熱する前記ステップは、窒素、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガス下で実施され、または、不活性ガスと水素との混合物の下で実施され、または真空下で実施される、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様１２]

混合ニオブ酸化物を提供することと、

前記混合ニオブ酸化物を還元条件下で加熱して前記混合ニオブ酸化物に酸素空孔を導入し、それによって酸素欠損混合ニオブ酸化物を形成することと、

前記酸素欠損混合ニオブ酸化物を、多環芳香族sp^2炭素を含む前記炭素前駆体と化合させて前記中間材料を形成することと、

前記中間材料を還元条件下で加熱して前記炭素前駆体を熱分解し、前記酸素欠損混合ニオブ酸化物上に炭素被覆を形成するとともに、前記酸素欠損混合ニオブ酸化物に酸素空孔をさらに導入して、前記活電極材料を形成することと、

を含む、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様１３]

前記混合ニオブ酸化物は微粒子型であり、任意選択で前記混合ニオブ酸化物は、０．１～１００μｍ、または０．５～５０μｍ、または１～３０μｍの範囲のD_{50}粒子直径を有する、先行態様のいずれかに記載の方法。

[態様１４]

電極を作製する方法であって、先行態様のいずれかに記載の方法に従って活電極材料を作製することと、集電体と電気的に接触する前記活電極材料を含む電極を形成することと、を含む、前記電極を作製する方法。

[態様１５]

酸素欠損混合ニオブ酸化物で作られた活電極材料であって、前記酸素欠損混合ニオブ酸化物が、多環芳香族sp^2炭素を含む炭素被覆を含む、前記活電極材料。

[態様１６]

前記酸素欠損混合ニオブ酸化物が、Ｗａｄｓｌｅｙ－Ｒｏｔｈ結晶構造または正方晶タングステンブロンズ結晶構造を有する、態様１５に記載の活電極材料。

[態様１７]

前記炭素被覆は、異なる多環芳香族sp^2炭素の混合物を含む、態様１５または態様１６に記載の活電極材料。

[態様１８]

前記炭素被覆は、多環芳香族sp^2炭素を含む炭素前駆体の熱分解から形成され、前記炭素前駆体は、ピッチ系炭素、グラフェン酸化物、及びそれらの混合物から選択される、態様１５～１７のいずれかに記載の活電極材料。

[態様１９]

前記炭素被覆は半結晶であり、任意選択で前記炭素被覆は、前記活電極材料のＸＲＤパターンにて、約２６°の２θを中心とする少なくとも０．２０°、または少なくとも０．２５°、または少なくとも０．３０°の幅（半値全幅）を有するピークをもたらす、態様１５～１８のいずれかに記載の活電極材料。

[態様２０]

前記活電極材料は、ラマン分光によって観察される、０．８５～１．１５、または０．９０～１．１０、または０．９５～１．０５の範囲内のI_D/I_G比を有する、態様１５～１９のいずれかに記載の活電極材料。

[態様２１]

前記混合ニオブ酸化物は、式MNb_bO_cによって表され、Ｍは１つ以上のカチオンを表し、ｂは０．１３≦ｂ≦４９を満たし、ｃは３．３≦ｃ≦１２４を満たし、任意選択でＭは、Ｐ、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表す、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２２]

前記混合ニオブ酸化物は、式$[M1]_x[M2]_{(1-x)}[Nb]_y[O]_z$によって表され、Ｍ１とＭ２とが異なり、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、Ｍ２がＭｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、ｙが０．５≦ｙ≦４９を満たし、ｚが４≦ｚ≦１２４を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２３]

前記混合ニオブ酸化物は、式$[M1]_x[M2]_{(1-x)}[Nb]_y[O]_z$によって表され、

Ｍ１とＭ２とが異なり、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｒｅ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、Ｍ２がＭｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ｐ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、ｙが０．５≦ｙ≦４９を満たし、ｚが４≦ｚ≦１２４を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２４]

（ｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｚｎ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇ、Ｎｉ、Ｈｆの１つ以上を表す、または

（ｉｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｚｎ、Ｔａ、Ｃｕ、Ｋ、Ｍｇの１つ以上を表す、または

（ｉｉｉ）Ｍ２がＭｏ、Ｗ、Ｖ、もしくはＺｒの１つ以上を表す、態様２２または態様２３に記載の活電極材料、あるいは態様２２または態様２３に記載の方法。

[態様２５]

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xMo_{(1-x)}Nb_{12}O_{(33-33\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２６]

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xW_{(1-x)}Nb_{0.57}O_{(4.43-4.43\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２７]

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xZn_{(1-x)}Nb_{17}O_{(43.5-43.5\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２８]

前記混合ニオブ酸化物が、式$M1_xAl_{(1-x)}Nb_{11}O_{(29-29\alpha)}$を有し、ただし、Ｍ１がＴｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｆｅ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｔｅ、Ｓｅ、Ｓｉ、またはＳｂの１つ以上を表し、ｘが０＜ｘ＜０．５を満たし、αが０≦α≦０．０５を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様２９]

（ｉ）Ｍ１が、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｙ、Ｔｉ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｖ、Ｔａ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ａｌ、Ｇａ、Ｓｉ、Ｇｅ、Ｓｎ、Ｓｂの１つ以上を表す、または

（ｉｉ）Ｍ１が、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｋ、Ｎｉ、Ａｌ、Ｈｆ、Ｔａ、もしくはＺｎの１つ以上を表す、または

（ｉｉｉ）Ｍ１が、Ｔｉ、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｇａ、Ｇｅ、Ａｌ、もしくはＺｎの１つ以上を表す、態様２２～２９のいずれかに記載の活電極材料、または態様２２～２９のいずれかに記載の方法。

[態様３０]

（ｉ）ｘが０．０１≦ｘ≦０．４を満たし、及び／または

（ｉｉ）ｘが０．０５≦ｘ≦０．２５を満たし、及び／または

（ｉｉｉ）ｘが約０．０５である、態様２２～２９のいずれかに記載の活電極材料、または態様２２～２９のいずれかに記載の方法。

[態様３１]

前記混合ニオブ酸化物は、式［Ｍ］［Ｎｂ］$_y$［Ｏ］$_{(z'-z'\alpha)}$によって表され、Ｍは、Ｍｇ、Ｖ、Ｃｒ、Ｗ、Ｚｒ、Ｍｏ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｃａ、Ｋ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ａｌ、Ｐ、Ｓｎ、Ｍｎ、Ｃｅ、Ｓｂ、Ｙ、Ｌａ、Ｈｆ、Ｔａ、Ｚｎ、Ｉｎ、またはＣｄの１つからなり、

ｙは０．５≦ｙ≦４９を満たし、

ｚは４≦ｚ≦１２４を満たし、

αは０≦α≦０．０５または０＜α≦０．０５を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様３２]

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

（ｉｉ）Ｍは、Ｍｏ、Ｗ、Ｖ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｐ、Ｚｎ、Ｇａ、もしくはＧｅの１つからなり、または

（ｉｉｉ）Ｍは、Ｍｏ、Ｗ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｐ、もしくはＺｎの１つからなる、態様３１に記載の活電極材料、または態様３１に記載の方法。

[態様３３]

前記混合ニオブ酸化物は、式$PNb_9O_{(25-25\alpha)}$を有し、αは$0 \leqq \alpha \leqq 0.05$または$0 < \alpha \leqq 0.05$を満たす、態様１５～２０のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３のいずれかに記載の方法。

[態様３４]

前記混合ニオブ酸化物の結晶構造が、$TiNb_2O_7$の結晶構造に対応していない、態様１５～３３のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３もしくは２１～３３のいずれかに記載の方法。

[態様３５]

前記活電極材料は微粒子型であり、任意選択で前記活電極材料は、０．１～１００μｍ、または０．５～５０μｍ、または１～１５μｍの範囲のD_{50}粒子直径を有する、態様１５～３４のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３もしくは２１～３４のいずれかに記載の方法。

[態様３６]

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、態様１５～３５のいずれかに記載の活電極材料、または態様１～１３もしくは２１～３５のいずれかに記載の方法。

[態様３７]

態様１５～３６のいずれかに記載の活電極材料と、少なくとも１つの他の成分とを含み、任意選択で、前記少なくとも１つの他の成分が、結合剤、溶媒、導電性添加剤、追加の活電極材料、及びそれらの混合物から選択される、組成物。

[態様３８]

集電体と電気的に接触する、態様１５～３６のいずれかに記載の活電極材料を含み、任意選択で前記電極が、リチウムイオン電池の一部としてアノードを形成する、電極。

[態様３９]

活電極材料として用いる混合ニオブ酸化物の特性を改善するための、任意選択で、前記混合ニオブ酸化物の初期クーロン効率を改善するための、及び／または前記混合ニオブ酸化物の比容量を改善するための、ピッチ系炭素、グラフェン酸化物、及びそれらの混合物から選択される多環芳香族sp^2炭素を含む炭素前駆体の使い方。