

【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 2 年 6 月 11 日 (2020.6.11)

【公表番号】特表 2019-515437 (P2019-515437A)

【公表日】令和 1 年 6 月 6 日 (2019.6.6)

【年通号数】公開・登録公報 2019-021

【出願番号】特願 2018-556366 (P2018-556366)

【国際特許分類】

H 0 1 M 4/525 (2010.01)

H 0 1 M 4/505 (2010.01)

H 0 1 M 4/36 (2006.01)

H 0 1 M 4/131 (2010.01)

C 0 1 G 53/00 (2006.01)

【 F I 】

H 0 1 M 4/525

H 0 1 M 4/505

H 0 1 M 4/36 C

H 0 1 M 4/131

C 0 1 G 53/00 A

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 4 月 21 日 (2020.4.21)

【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】

電気化学的に活性な多結晶粒子であって：

複数のナノ結晶を含み、該複数のナノ結晶が、 $Li_{1+x}MO_{2+y}$ （式中、

- 0.1 ≤ x ≤ 0.3、

- 0.3 ≤ y ≤ 0.3、および

M は、10 原子パーセント以上のニッケルを含む）によって定義される第一組成を有し；かつ

前記複数のナノ結晶が、X 線回折によって測定して 85 ナノメートル以下の平均結晶子サイズを有する、電気化学的に活性な多結晶粒子。

【請求項 2】

前記複数のナノ結晶の前記サイズが、50 ナノメートル以上 85 ナノメートル以下、任意に 80 ナノメートル以下、任意に 70 ナノメートル以下の平均結晶子サイズを有する、請求項 1 記載の粒子。

【請求項 3】

M が、Al、Mg、Co、Mn、Ca、Sr、Zn、Ti、Zr、Y、Cr、Mo、Fe、V、Si、Ga および B からなる群から選択される 1 種以上の元素をさらに含む、請求項 1 記載の粒子。

【請求項 4】

前記複数のナノ結晶の隣接するナノ結晶の間にあり、かつ - NaFeO₂ 型層状構造、立方晶構造、またはそれらの組み合わせを任意に有する第二組成を有する粒界をさらに含む、ここで、前記粒界におけるコバルトの濃度は、前記ナノ結晶におけるコバルトの濃

度よりも大きい、請求項 1 記載の粒子。

【請求項 5】

M が、75%以上、任意に80%以上、任意に85%以上、任意に90%以上、任意に95%以上の原子パーセントのニッケルを含む、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の粒子。

【請求項 6】

前記粒子の表面上に外部被覆をさらに含み、該外部被覆が：

Al、Zr、Y、Co、Ni、Mg、および Li から選択される 1 種以上の元素の酸化物；

Al、Zr、および Li から選択される 1 種以上の元素を含むフッ化物；

Al、Co、Ni、Mn、および Li から選択される 1 種以上の元素を含む炭酸塩；または

Al および Li から選択される 1 種以上の元素を含むリン酸塩を含む、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の粒子。

【請求項 7】

電気化学的に活性な粒子を製造する方法であって：

水酸化リチウムまたはその水和物とニッケルを含む前駆体水酸化物を含む第一混合物を準備する工程；

前記第一混合物を 700 未満の最高温度に焼成して、X線回折によって測定して85ナノメートル以下のサイズを有する複数のナノ結晶を含む第一材料を形成する工程を含む方法。

【請求項 8】

前記最高温度が、680 以下、任意に660 以下である、請求項 7 記載の方法。

【請求項 9】

前記第一混合物を焼成する前記工程が、

温度を約 5 / 分で約 25 から約 450 まで上昇させること、

約 450 の前記温度で約 2 時間均熱処理すること、

前記温度を約 450 から約 650 ~ 約 699 の最高温度まで上昇させること；および

約 650 ~ 約 699 、任意に約 660 ~ 約 680 の前記最高温度で 6 時間均熱処理すること

を含む、請求項 7 記載の方法。

【請求項 10】

前記第一材料と、コバルト、アルミニウム、またはそれらの組み合わせの少なくとも 1 種を含む第二材料を合して第二混合物を形成する工程；および

前記第二混合物を 725 以下、任意に700 以下の第二最高温度に加熱処理して、隣接するナノ結晶の間にあり、かつ -NaFeO_2 型層状構造、立方晶構造、またはそれらの組み合わせを任意に有する第二組成を有する粒界をさらに含む粒子を製造する工程、ここで、前記粒界におけるコバルトの濃度は、前記ナノ結晶におけるコバルトの濃度よりも大きく、かつ前記複数のナノ結晶は、105ナノメートル以下のサイズを有する、をさらに含む、請求項 7 記載の方法。

【請求項 11】

前記粒子が、75%以上、任意に80%以上、任意に85%以上、任意に90%以上、任意に95%以上の原子パーセントのニッケルを含む、請求項 7 から 10 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】

前記複数のナノ結晶の前記平均サイズが、85ナノメートル以下、任意に80ナノメートル、任意に70ナノメートル以下、任意に66ナノメートル以下である、請求項 7 から 10 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 13】

電気化学的に活性な多結晶二次粒子であって：

$\text{Li}_{1+x}\text{MO}_{2+y}$ （式中、

- $0.0 \leq x \leq 0.3$ 、

- $0.3 \leq y \leq 0.3$ 、および

Mは、80原子パーセント以上のニッケルを含む）によって定義される第一組成を有し；
X線回折によって測定して105ナノメートル以下、任意に100ナノメートル以下、任意に70～100ナノメートル、任意に75～90ナノメートルのサイズを有する複数のナノ結晶と、

該複数のナノ結晶の隣接するナノ結晶の間にあり、かつ - NaFeO_2 型層状構造、立方晶構造、またはそれらの組み合わせを任意に有する第二組成を有する粒界とを含み、ここで、前記粒界におけるコバルトの濃度は、前記ナノ結晶におけるコバルトの濃度よりも大きい、電気化学的に活性な多結晶二次粒子。

【請求項14】

前記ナノ結晶におけるコバルトの濃度が、約0.25原子パーセント～約17原子パーセントであり、

前記粒界におけるコバルトの濃度が、約0.5原子パーセント～約32原子パーセントであり、それぞれ前記粒子の全原子組成を基準としている、請求項13記載の粒子。

【請求項15】

Mが、Al、Mg、Co、Mn、Ca、Sr、Ba、Zn、Ti、Zr、Y、Cr、Mo、Fe、V、Si、GaおよびBからなる群から選択される1種以上の元素をさらに含み、前記1種以上の元素が、前記ナノ結晶のLi層、M層、または両方の層中に存在している、請求項13記載の粒子。

【請求項16】

請求項1または13記載の粒子を含むカソード活物質を含む電気化学セル。

【請求項17】

請求項1または13記載の粒子を含むカソード活物質を含むカソード。