

【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 5 月 28 日 (2020.5.28)

【公表番号】特表 2020-511757 (P2020-511757A)

【公表日】令和 2 年 4 月 16 日 (2020.4.16)

【年通号数】公開・登録公報 2020-015

【出願番号】特願 2019-550849 (P2019-550849)

【国際特許分類】

H 0 1 M 4/525 (2010.01)

C 0 1 G 53/00 (2006.01)

C 0 1 B 21/42 (2006.01)

H 0 1 M 4/505 (2010.01)

【F I】

H 0 1 M 4/525

C 0 1 G 53/00 A

C 0 1 B 21/42

H 0 1 M 4/505

【誤訳訂正書】

【提出日】令和 2 年 3 月 25 日 (2020.3.25)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 6

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 0 6】

金属硫酸塩溶液は、一般に、金属含有鉱を精練し、続いて高温にて圧力下で硫酸に溶出する、湿式冶金プロセスによって調製される。溶出中、金属、酸化物、又は炭酸塩の形態のニッケル、マンガン、及びコバルトは、酸と反応し、それによって金属硫酸塩溶液を生成する。混合水酸化物前駆体の共沈中、アンモニアをキレート剤として添加してもよい。アンモニア錯体が形成され、金属溶解度は増大し、ひいては沈殿の最中の核生成速度が遅くなる。これにより、10 μm 超の粒子を有する所望の高密度水酸化物の形成が容易になる。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 7

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 7】

【表 1】

表1:プロセスの概略的概要

入ってくる流／生成物		プロセス名		出ていく流／生成物	
1. HNO ₃ 再生					
F2. 2	第1のNO _x	P1. 1	硝酸再循環	F1. 1	硝酸(濃)
F7. 2	NO _x				
F8. 1	NO _x				
2. 金属溶出					
R0. 1	金属及び／又は金属化合物(金属、酸化物、炭酸塩など)	P2. 1	金属硝酸塩の調製	F2. 1	金属硝酸塩を含有する溶液
R0. 2	新鮮なHNO ₃			F2. 2	第1のNO _x 流
F1. 1	再循環HNO ₃				
3. 硝酸塩濃度					
F2. 1	金属硝酸塩を含有する溶液	P3. 1	水蒸発	F3. 1	金属硝酸塩を含有するブライン
4. 前駆体沈殿					
F2. 1／F3. 1	金属硝酸塩を含有する溶液、又は金属硝酸塩を含有するブライン	P4. 1	沈殿反応		スラリー
R0. 3／F5. 1	任意選択的なアンモニウム化合物				
R0. 4／F7. 1	アルカリ水酸化物又は炭酸塩				
F5. 2／F7. 1	再循環されたアルカリ金属水酸化物				
	スラリー	P4. 2	分離(例えば濾過)	F4. 1	濾過ケーキ アルカリ硝酸塩を含有する溶液 残留アンモニア、アルカリ金属水酸化物
	濾過ケーキ	P4. 3	洗浄及び乾燥	F4. 2	金属含有前駆体を含有する固相残留硝酸塩
5. アンモニア回収					
F4. 1	アルカリ硝酸塩を含有する溶液	P5. 1	NH ₄ OHストリッピング	F5. 1	ステップ4にて再利用するアンモニウム化合物、例えばNH ₄ OH
R0. 4／F7. 1	アルカリ金属水酸化物			F5. 2	アンモニアを含まず、アルカリ硝酸塩を含有する溶液は、なお微量のNH ₄ OHを含有し得る。
6. アルカリ硝酸塩濃縮					
F5. 2	アルカリ硝酸塩を含有する溶液	P6. 1	水蒸発	F6. 1	アルカリ硝酸塩を含有するブライン 濃縮された溶融物又は塩 残留アルカリ水酸化物
R0. 4／F7. 1	任意選択的:アルカリ金属水酸化物				

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0028

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0028】

【表 2】

(表1の続き)

入ってくる流／生成物		プロセス名		出ていく流／生成物	
7. アルカリ硝酸塩分解					
F5. 2／ F6. 1	アルカリ硝酸塩を含有する溶液、又はアルカリ硝酸塩を含有するブライン	P7. 1	好適な分解反応	F7. 1	アルカリを含有する固相又は液相
				F7. 2	第2のNO _x 流
8. 前駆体焙焼					
F4. 2	金属含有前駆体を含有する固相	P8. 1	加熱処理	F8. 1	第3のNO _x 流
				F8. 2	金属含有前駆体を含有する固相 混合遷移金属前駆体 基本的にNO ₃ を含まない
9. リチオ化					
F8. 2	金属含有前駆体を含有する固相	P9. 1	ブレンド、焼成	F9. 1	二次リチウム系電池に使用するためのカソード材料 任意選択的に、 第4のNO _x 流
R0. 5	リチウム源 例えばLi ₂ CO ₃				
R0. 6	硫黄源又は塩素源				

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

二次リチウム系電池に好適なカソード材料の合成のための金属含有前駆体の調製プロセスであって、

水溶液中にてHNO₃を使用する、1つ以上の金属及び／又は金属化合物の金属溶出（P2. 1）により、金属硝酸塩を含有する水溶液、及び任意選択的に、分離されたNO_xを含有する第1の気相を生成するステップと、

水溶液中にてアルカリ水酸化物又は炭酸塩を使用する、前記金属硝酸塩を含有する溶液からの前駆体沈殿（P4. 1）により、アルカリ硝酸塩を含有する溶液、及び分離（P4. 3）され、任意選択的に洗浄（P4. 2）された、前記金属含有前駆体を含有する固相を生成するステップと、

アルカリ硝酸塩を含有する溶液中にての、前記アルカリ硝酸塩のアルカリ硝酸塩分解（P7. 1）により、前記アルカリを含有する固相又は液相と、分離された、NO_xを含有する第2の気相と、を生成するステップと、

溶解ステップ及び分解ステップにて分離された、前記第1及び第2のNO_x気相を使用する、HNO₃のHNO₃再生（P1. 1）ステップと、前記HNO₃を溶解ステップまで再循環するステップと、

を含み、

前記金属含有前駆体を含有する前記固相を、200～700の温度で焙焼するステップ（P8. 1）に供することにより、硝酸塩を含まない固相、及び分離された、NO_xを含有する第3の気相を生成し、

前記NO_xを含有する第3の気相を、前記第1及び第2のNO_x気相と共に、前記HNO₃再生（P1. 1）ステップに供給する、調製プロセス。

【請求項 2】

金属溶出（P 2 . 1）のステップにて、前記金属及び／又は金属化合物が、ニッケル、マンガン、及びコバルトからなるリストからの 1 つ以上の金属を含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 3】

金属溶出（P 2 . 1）のステップにて、前記金属及び／又は金属化合物が、金属化合物、合金、酸化物、又は水酸化物である、請求項 1 又は 2 に記載のプロセス。

【請求項 4】

金属溶出（P 2 . 1）のステップにて、前記 HNO_3 を水溶液中にて、少なくとも 50 % まで濃縮する、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 5】

金属溶出（P 2 . 1）のステップにて、前記金属硝酸塩を含有する水溶液が、少なくとも 4 モル / L の金属濃度を有する、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 6】

前記金属硝酸塩を含有する溶液を、水の蒸発により濃縮（P 3 . 1）するステップに供することにより、前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）にて更に処理することができる、金属硝酸塩を含有するブラインを得る、請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 7】

前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）にて、少なくとも 4 モル / L のアルカリを含有する溶液又はスラリー中の前記アルカリ水酸化物又は炭酸塩が、 NaOH 、 Na_2CO_3 、 KOH 、 K_2CO_3 、 LiOH 、又はこれらの混合物から選択される、請求項 1 ～ 6 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 8】

前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）にて、前記金属硝酸塩を含有する溶液、及び水溶液中の前記アルカリ水酸化物又は炭酸塩の、いずれか 1 つ又は両方を、少なくとも 30 ° の温度まで予熱する、請求項 1 ～ 7 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 9】

前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）にて、前記アルカリ硝酸塩を含有する溶液を、少なくとも 30 ° の温度で維持する、請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 10】

前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）を、アンモニアを含まない条件にて実施する、請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 11】

前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）にて、錯化剤として添加されるアンモニウム化合物が、アンモニア又はアンモニア塩から選択される、請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 12】

前記アルカリ硝酸塩を含有する溶液を、アンモニア回収ステップ（P 5 . 1）に供することにより、アルカリ硝酸塩を含有するアンモニアを含まない溶液、及びアンモニウム化合物を生成して、これを分離する、及び任意選択的に、前駆体沈殿のステップ（P 4 . 1）まで再循環する、請求項 11 に記載のプロセス。

【請求項 13】

前記アルカリ硝酸塩を含有する溶液を、水蒸発により濃縮（P 6 . 1）するステップに供することにより、少なくとも 4 モル / L のアルカリを含有するアルカリ硝酸塩を含む、アルカリ硝酸塩分解ステップ（P 7 . 1）にて更に処理することができるブラインを得る、請求項 1 ～ 12 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 14】

前記アルカリを含有する固相又は液相が、アルカリ酸化物を含み、これを、アルカリ水酸化物又は炭酸塩と反応させ、前駆体沈殿ステップ（P 4 . 1）まで再循環する、請求項 1 ～ 13 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 15】

前記アルカリ水酸化物又は炭酸塩が NaOH であり、前記アルカリ酸化物が Na_2O であり、これを、 NaOH の前記再循環のために、水と反応させる、請求項 14 に記載のプロセス。

【請求項 16】

アルカリ硝酸塩分解ステップ (P7.1) にて、 SiO_2 を、前記アルカリ硝酸塩を含有するブラインに添加することにより、アルカリケイ酸塩を含む前記アルカリを含有する固相を生成する、請求項 1 ~ 13 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 17】

HNO_3 再生 (P1.1) ステップにて得られる HNO_3 の量が、金属溶出 (P2.1) ステップにて消費された前記 HNO_3 の少なくとも 50% に相当する、請求項 1 ~ 16 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 18】

前記金属含有前駆体を含有する前記固相を、リチウム源と、及び任意選択的に、硫黄源又は塩素源とブレンドして、その後、高温焼成によるリチオ化 (9.1) ステップに供することにより、二次リチウム系電池に使用するための前記カソード材料を製造する、請求項 1 ~ 17 のいずれか一項に記載のプロセス。

【請求項 19】

リチオ化 (9.1) ステップにて、分離された、 NO_x を含有する第 4 のガス相を生成する、請求項 18 に記載のプロセス。