

【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 01 M 4/525 (2010.01)

C 01 G 53/00 (2006.01)

C 01 B 21/42 (2006.01)

H 01 M 4/505 (2010.01)

【F I】

H 01 M 4/525

C 01 G 53/00 A

C 01 B 21/42

H 01 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】0006

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0006】

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】0027

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0027】

## 【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. $\text{HNO}_3$ 再生					
F2. 2	第1の $\text{NO}_x$	P1. 1	硝酸再循環	F1. 1	硝酸(濃)
F7. 2	$\text{NO}_x$				
F8. 1	$\text{NO}_x$				
2. 金属溶出					
RO. 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
RO. 2	新鮮な $\text{HNO}_3$				
F1. 1	再循環 $\text{HNO}_3$				
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	
RO. 3/ F5. 1	任意選択的な アンモニウム化合物				
RO. 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	$\text{NH}_4\text{OH}$ 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 $\text{NH}_4\text{OH}$
RO. 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 $\text{NH}_4\text{OH}$ 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
RO. 4/ F7. 1	任意選択的:アルカリ 金属水酸化物				

## 【誤訛訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 8】

## 【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 <sub>x</sub> 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 <sub>x</sub> 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 <sub>3</sub> 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 <sub>x</sub> 流
R0. 5	リチウム源 例えばLi <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>				
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HNO<sub>3</sub>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<sub>x</sub>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<sub>x</sub>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<sub>x</sub>気相を使用する、HNO<sub>3</sub>のHNO<sub>3</sub>再生(P1.1)ステップと、前記HNO<sub>3</sub>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<sub>x</sub>を含有する第3の気相を生成し、

前記NO<sub>x</sub>を含有する第3の気相を、前記第1及び第2のNO<sub>x</sub>気相と共に、前記HNO<sub>3</sub>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 H N O <sub>3</sub> 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<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、KOH、K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、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<sub>2</sub>O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<sub>2</sub>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<sub>3</sub>再生(P1.1)ステップにて得られるHNO<sub>3</sub>の量が、金属溶出(P2.1)ステップにて消費された前記HNO<sub>3</sub>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<sub>x</sub>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。