

【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 1 月 9 日 (2020.1.9)

【公開番号】特開 2018-107118 (P2018-107118A)

【公開日】平成 30 年 7 月 5 日 (2018.7.5)

【年通号数】公開・登録公報 2018-025

【出願番号】特願 2017-208446 (P2017-208446)

【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 10/0569 (2010.01)

H 0 1 M 10/052 (2010.01)

H 0 1 M 10/058 (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 E

H 0 1 M 10/0569

H 0 1 M 10/052

H 0 1 M 10/058

C 0 1 G 53/00 A

【手続補正書】

【提出日】令和 1 年 11 月 19 日 (2019.11.19)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0067

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

＜第二のリチウム遷移金属複合酸化物の作製＞

硫酸ニッケル 6 水和物 315.6 g、硫酸コバルト 7 水和物 168.7 g、硫酸マンガン 5 水和物 530.6 g を秤量し、これらの全量をイオン交換水 4 L に溶解させ、Ni : Co : Mn のモル比が 30 : 15 : 55 となる 1.0 M の硫酸塩水溶液を作製した。

次に、5 L の反応槽にイオン交換水 2 L を注ぎ、Ar ガスを 30 min バブリングさせることにより、イオン交換水中に含まれる酸素を除去した。反応槽の温度は 50℃ (±2℃) に設定し、攪拌モーターを備えたパドル翼を用いて反応槽内を 1500 rpm の回転速度で攪拌しながら、反応層内に対流が十分おこるように設定した。前記硫酸塩水溶液を 3 mL/min の速度で反応槽に滴下した。ここで、滴下の開始から終了までの間、4.0 M の水酸化ナトリウム、0.5 M のアンモニア水、及び 0.2 M のヒドラジンからなる混合アルカリ溶液を適宜滴下することにより、反応槽中の pH が常に 9.8 (±0.1) を保つように制御すると共に、反応液の一部をオーバーフローにより排出することにより、反応液の総量が常に 2 L を超えないように制御した。滴下終了後、反応槽内の攪拌をさらに 3 時間継続した。攪拌の停止後、室温で 12 時間以上静置した。

次に、吸引ろ過装置を用いて、反応槽内に生成した水酸化物前駆体粒子を分離し、さらにイオン交換水を用いて粒子に付着しているナトリウムイオンを洗浄除去し、電気炉を用いて、空気雰囲気中、常圧下、80℃にて 20 時間乾燥させた。その後、粒径を揃えるた

めに、瑪瑙製自動乳鉢で数分間粉碎した。このようにして、水酸化物前駆体を作製した。

前記水酸化物前駆体 1.852 g に、水酸化リチウム 1 水和物 0.971 g を加え、瑪瑙製自動乳鉢を用いてよく混合し、Li : (Ni, Co, Mn) のモル比が 110 : 100 となるように混合粉体を調製した。ペレット成型機を用いて、6 MPa の圧力で成型し、直径 25 mm のペレットとした。ペレット成型に供した混合粉体の量は、想定する最終生成物の質量が 2 g となるように換算して決定した。前記ペレット 1 個を全長約 100 mm のアルミナ製ボートに載置し、箱型電気炉（型番：AMF20）に設置し、空気雰囲気中、常圧下、常温から 900℃ まで 10 時間かけて昇温し、900℃ で 5 時間焼成した。前記箱型電気炉の内部寸法は、縦 10 cm、幅 20 cm、奥行き 30 cm であり、幅方向 20 cm 間隔に電熱線が入っている。焼成後、ヒーターのスイッチを切り、アルミナ製ボートを炉内に置いたまま自然放冷した。この結果、炉の温度は 5 時間後には約 200℃ 程度にまで低下するが、その後の降温速度はやや緩やかである。一昼夜経過後、炉の温度が 100℃ 以下となっていることを確認してから、ペレットを取り出し、粒径を揃えるために、瑪瑙製乳鉢で軽くほぐした。

このようにして、リチウム遷移金属複合酸化物 $\text{Li}_{1.05}(\text{Ni}_{0.30}\text{Co}_{0.15}\text{Mn}_{0.55})_{0.95}\text{O}_2$ を作製した。