

【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 3 部門第 1 区分
 【発行日】平成 28 年 7 月 7 日 (2016.7.7)

【公表番号】特表 2015-525734 (P2015-525734A)
 【公表日】平成 27 年 9 月 7 日 (2015.9.7)
 【年通号数】公開・登録公報 2015-056
 【出願番号】特願 2015-525969 (P2015-525969)
 【国際特許分類】

C 0 1 G 53/00 (2006.01)

H 0 1 M 4/505 (2010.01)

H 0 1 M 4/525 (2010.01)

【F I】

C 0 1 G 53/00 A

H 0 1 M 4/505

H 0 1 M 4/525

【手続補正書】

【提出日】平成 28 年 5 月 16 日 (2016.5.16)

【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】

リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料の製造方法であって、
 溶解したリチウム化合物、溶解したマンガン化合物、溶解したニッケル化合物、ヒドロキシカルボン酸、ポリヒドロキシアルコールおよび必要に応じて追加的な金属化合物を含む溶液を、前記溶液の沸点より低い高温 T_1 で、前記溶液がゲルとなるまで保持する工程；
前記ゲルが発火および燃焼して $Li - Mn - Ni - O$ 粉末を形成するまで、前記ゲルを高温で保持する工程；

前記 $Li - Mn - Ni - O$ 粉末を焼成し、前記 $Li - Mn - Ni - O$ 粉末中に存在する炭素および / または他の不純物を焼失させ、焼成した粉末を得る工程；

前記焼成した粉末にマイクロ波処理をし、処理した粉末を得る工程；

前記処理した粉末をアニーリングして、前記処理した粉末を結晶化し、アニールした材料を得る工程；および

必要に応じて、前記アニールした材料にマイクロ波処理をする工程；
 を含む製造方法。

【請求項 2】

前記溶液は、リチウム化合物、マンガン化合物およびニッケル化合物のための溶媒としての水を含み、前記リチウム化合物、前記マンガン化合物および前記ニッケル化合物はそれらの水溶性の塩であり、 $90 < T_1 < 100$ である、請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

T_1 は約 90 である、請求項 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

前記ゲルが保持される前記高温は T_2 であり、 $90 < T_2 < 100$ である、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 5】

T_2 は約 90 である、請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 6】

前記 $\text{Li} - \text{Mn} - \text{Ni} - \text{O}$ 粉末の前記焼成は、温度 T_3 で効果を生じ、 $400 < T_3 < 600$ である、請求項 1 から 5 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 7】

T_3 は約 500 である、請求項 6 に記載の製造方法。

【請求項 8】

前記処理した粉末の前記アニーリングは、温度 T_4 で効果を生じ、 $700 < T_4 < 900$ である、請求項 1 から 7 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 9】

$700 < T_4 < 800$ である、請求項 8 に記載の製造方法。

【請求項 10】

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料は、ドーブされておらず、および $\text{LiMn}_{1.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_4$ である、請求項 1 から 9 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 11】

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料はドーブされている、請求項 1 から 9 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 12】

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料は規則化し、酸素欠乏でない、請求項 11 に記載の製造方法。

【請求項 13】

前記追加的な金属化合物を用いて前記スピネル材料の安定性を改善する工程を含み、前記追加的な金属化合物がアルミニウム化合物またはジルコニウムの化合物である、請求項 1 から 12 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 14】

前記ヒドロキシカルボン酸はクエンである、請求項 1 から 13 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 15】

前記ポリヒドロキシアルコールはエチレングリコールである、請求項 14 に記載の製造方法。

【請求項 16】

前記クエン酸および前記エチレングリコールは、約 1 : 4 の前記クエン酸と前記エチレングリコールとのモル比で前記溶液中に存在する、請求項 15 に記載の製造方法。

【請求項 17】

前記マイクロ波処理が、前記焼成した粉末を、約 60 で 10 ~ 20 分間マイクロ波に曝す工程を含む、請求項 1 から 16 のいずれかに記載の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0042】

簡単に言うと、本発明者らによって導入された $\text{LiMn}_{1.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_4$ スピネル材料の準備および電気化学的性能の向上についてのマイクロ波を利用した戦略は、このスピネル正極材料を製造する従来の手段に関する不都合の多くを回避することを約束する。

本明細書の開示内容は、以下の態様を含む。

態様 1 :

リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料の製造方法であって、

溶解したリチウム化合物、溶解したマンガン化合物、溶解したニッケル化合物、ヒドロキシカルボン酸、ポリヒドロキシアルコールおよび必要に応じて追加的な金属化合物を含む溶液を、前記溶液の沸点より低い高温 T_1 で、前記溶液がゲルとなるまで保持する工程；

前記ゲルが発火および燃焼して $Li - Mn - Ni - O$ 粉末を形成するまで、前記ゲルを高温で保持する工程；

前記 $Li - Mn - Ni - O$ 粉末を焼成し、前記 $Li - Mn - Ni - O$ 粉末中に存在する炭素および／または他の不純物を焼失させ、焼成した粉末を得る工程；

必要に応じて、前記焼成した粉末にマイクロ波処理をし、処理した粉末を得る工程；

前記焼成した粉末または前記処理した粉末をアニーリングして、前記焼成した粉末または前記処理した粉末を結晶化し、アニールした材料を得る工程；および

必要に応じて、少なくとも一つのマイクロ波処理が効果を有する条件で、前記アニールした材料にマイクロ波処理をする工程；

を含む製造方法。

態様 2：

前記溶液は、リチウム化合物、マンガン化合物およびニッケル化合物のための溶媒としての水を含み、前記リチウム化合物、前記マンガン化合物および前記ニッケル化合物はそれらの水溶性の塩であり、 $90 \leq T_1 < 100$ である、態様 1 に記載の製造方法。

態様 3：

T_1 は約 90 である、態様 2 に記載の製造方法。

態様 4：

前記ゲルが保持される前記高温は T_2 であり、 $90 \leq T_2 < 100$ である、態様 1 から 3 のいずれかに記載の製造方法。

態様 5：

T_2 は約 90 である、態様 4 に記載の製造方法。

態様 6：

前記 $Li - Mn - Ni - O$ 粉末の前記焼成は、温度 T_3 で効果を生じ、 $400 \leq T_3 < 600$ である、態様 1 から 5 のいずれかに記載の製造方法。

態様 7：

T_3 は約 500 である、態様 6 に記載の製造方法。

態様 8：

前記焼成した粉末または前記処理した粉末の前記アニーリングは、温度 T_4 で効果を生じ、 $700 \leq T_4 \leq 900$ である、態様 1 から 7 のいずれかに記載の製造方法。

態様 9：

$700 \leq T_4 \leq 800$ である、態様 8 に記載の製造方法。

態様 10：

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料は、ドーブされておらず、および $LiMn_{1-x}Ni_xO_4$ である、態様 1 から 9 のいずれかに記載の製造方法。

態様 11：

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料はドーブされている、態様 1 から 9 のいずれかに記載の製造方法。

態様 1 2 :

前記リチウム - マンガン - ニッケル酸化物のスピネル材料は規則化し、酸素欠乏でない、態様 1 1 に記載の製造方法。

態様 1 3 :

前記追加的な金属化合物を用いて前記スピネル材料の安定性を改善する工程を含み、前記追加的な金属化合物がアルミニウム化合物またはジルコニウムの化合物である、態様 1 から 1 2 のいずれかに記載の製造方法。

態様 1 4 :

前記ヒドロキシカルボン酸はクエンである、態様 1 から 1 3 のいずれかに記載の製造方法。

態様 1 5 :

前記ポリヒドロキシアルコールはエチレングリコールである、態様 1 4 に記載の製造方法。

態様 1 6 :

前記クエン酸および前記エチレングリコールは、約 1 : 4 の前記クエン酸と前記エチレングリコールとのモル比で前記溶液中に存在する、態様 1 5 に記載の製造方法。

態様 1 7 :

前記マイクロ波処理が、前記焼成した粉末および / または前記アニールした材料を、約 60 で 10 ~ 20 分間マイクロ波に曝す工程を含む、態様 1 から 1 6 のいずれかに記載の製造方法。