

【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】令和 6 年 6 月 11 日(2024.6.11)

【公開番号】特開 2023-66149(P2023-66149A)
【公開日】令和 5 年 5 月 15 日(2023.5.15)
【年通号数】公開公報(特許)2023-088
【出願番号】特願 2021-176695(P2021-176695)
【国際特許分類】

C 0 1 D 15/02(2006.01)
B 0 1 J 45/00(2006.01)
C 0 2 F 1/42(2023.01)
H 0 1 M 4/525(2010.01)

10

【F I】

C 0 1 D 15/02
B 0 1 J 45/00
C 0 2 F 1/42 B
H 0 1 M 4/525

【手続補正書】

20

【提出日】令和 6 年 6 月 3 日(2024.6.3)

【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】

粗リチウム含有溶液にアルカリを添加し、処理前リチウム含有溶液を得る中和工程と、処理前リチウム含有溶液にイオン交換樹脂を接触させることにより、あらかじめ定められた金属元素が、前記処理前リチウム含有溶液よりも少ないリチウム含有溶液を得るイオン交換工程を包含し、
該イオン交換工程では、前記処理前リチウム含有溶液を、前記イオン交換樹脂が内蔵されたカラムに通液して、あらかじめ定められた金属元素を除去し、
前記処理前リチウム含有溶液のうち、前記カラムに通液し始めてからあらかじめ定められた量の処理前リチウム含有溶液を前記リチウム含有溶液に含めない、
ことを特徴とするリチウム含有溶液の製造方法。

30

【請求項 2】

前記イオン交換樹脂が、イミノ二酢酸型キレート樹脂であり、
該イミノ二酢酸型キレート樹脂の官能基がナトリウム型である、
ことを特徴とする請求項 1 に記載のリチウム含有溶液の製造方法。

40

【請求項 3】

前記あらかじめ定められた量は、B V 4 よりも小さい、
ことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のリチウム含有溶液の製造方法。

【請求項 4】

前記処理前リチウム含有溶液の pH が、7 以上 11 以下である、
ことを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載のリチウム含有溶液の製造方法。

【請求項 5】

請求項 1 から請求項 4 のいずれかのリチウム含有溶液の製造方法により製造されたリチウム含有溶液を用いて水酸化リチウムを製造する水酸化リチウムの製造方法であって、

50

該水酸化リチウムの製造方法は、水酸化リチウム含有溶液から固体水酸化リチウムを得る晶析工程と、
前記固体水酸化リチウムを洗浄液体で洗浄する洗浄工程と、
を包含し、
前記洗浄液体が、あらかじめ定められた溶解度以上の水酸化リチウム含有溶液である、
ことを特徴とする水酸化リチウムの製造方法。

【請求項 6】

前記洗浄液体が、飽和水酸化リチウム溶液である、
ことを特徴とする請求項 5 に記載の水酸化リチウムの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 2】

近年、車載バッテリー用の正極材料として、ニッケル系正極材料である N C A の需要が拡大している。そして、ニッケル系正極材料が車載バッテリーに使用される場合、その構成元素であるリチウムは、水酸化リチウムとして供給されることが経済的に好ましい。特許文献 1 では、塩湖かん水等から得られた所定のリチウム含有溶液から、水酸化リチウムが溶解している水酸化リチウム含有溶液を得ることが可能である水酸化リチウムの製造方法が開示されている。この方法により、低コストで高純度な水酸化リチウムを得ることが可能となる。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 7】

第 1 発明のリチウム含有溶液の製造方法は、粗リチウム含有溶液にアルカリを添加し、処理前リチウム含有溶液を得る中和工程と、処理前リチウム含有溶液にイオン交換樹脂を接触させることにより、あらかじめ定められた金属元素が、前記処理前リチウム含有溶液よりも少ないリチウム含有溶液を得るイオン交換工程を包含し、該イオン交換工程では、前記処理前リチウム含有溶液を、前記イオン交換樹脂が内蔵されたカラムに通液して、あらかじめ定められた金属元素を除去し、前記処理前リチウム含有溶液のうち、前記カラムに通液し始めてからあらかじめ定められた量の処理前リチウム含有溶液を前記リチウム含有溶液に含めないことを特徴とする。

第 2 発明のリチウム含有溶液の製造方法は、第 1 発明において、前記イオン交換樹脂が、イミノ二酢酸型キレート樹脂であり、該イミノ二酢酸型キレート樹脂の官能基がナトリウム型であることを特徴とする。

第 3 発明のリチウム含有溶液の製造方法は、第 1 発明または第 2 発明において、前記あらかじめ定められた量は、B V 4 よりも小さいことを特徴とする。

第 4 発明のリチウム含有溶液の製造方法は、第 1 発明から第 3 発明のいずれかにおいて、前記処理前リチウム含有溶液の pH が、7 以上 11 以下であることを特徴とする。

第 5 発明の水酸化リチウムの製造方法は、第 1 発明から第 4 発明のいずれかのリチウム含有溶液の製造方法により製造されたリチウム含有溶液を用いて水酸化リチウムを製造する水酸化リチウムの製造方法であって、該水酸化リチウムの製造方法は、水酸化リチウム含有溶液から固体水酸化リチウムを得る晶析工程と、前記固体水酸化リチウムを洗浄液体で洗浄する洗浄工程と、を包含し、前記洗浄液体が、あらかじめ定められた溶解度以上の水酸化リチウム含有溶液であることを特徴とする。

第 6 発明の水酸化リチウムの製造方法は、第 5 発明において、前記洗浄液体が、飽和水

10

20

30

40

50

酸化リチウム溶液であることを特徴とする。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0016】

また、本発明に係る水酸化リチウムの製造方法は、上記のいずれかのリチウム含有溶液の製造方法により製造されたリチウム含有溶液を用いて水酸化リチウムを製造する水酸化リチウムの製造方法であって、該水酸化リチウムの製造方法は、水酸化リチウム含有溶液から固体水酸化リチウムを得る晶析工程と、前記固体水酸化リチウムを洗浄液体で洗浄する洗浄工程と、を包含し、前記洗浄液体が、あらかじめ定められた溶解度以上の水酸化リチウム含有溶液であることが好ましい。これにより、得られた結晶が再度溶解することを抑制でき、水酸化リチウムの結晶を無駄なく獲得することができる。

10

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

20

(リチウム含有溶液の製造方法の一実施形態を含む水酸化リチウム含有溶液の製造方法)

図1には、本発明の一実施形態に係るリチウム含有溶液の製造方法を含む水酸化リチウム含有溶液の製造方法のフロー図を示す。本実施形態のリチウム含有溶液の製造方法の前後に設けられる工程は、特に限定されないが、例えば以下に示すような工程が前後に設けられることにより、純度の高い水酸化リチウム含有溶液を得ることが可能となる。

＜中和工程＞

図1には、本発明の一実施形態に係るリチウム含有溶液の製造方法を含む水酸化リチウム含有溶液の製造方法のフロー図を示す。図1に示す中和工程は、本実施形態に係るリチウム含有溶液の製造方法の上流側に設けられることが好ましい。この中和工程は、粗リチウム含有溶液にアルカリを添加し、中和後液である処理前リチウム含有溶液を得る工程である。この工程により、例えば塩化リチウム以外の不純物を含んだ中和澱物が得られる。ここで粗リチウム含有溶液とは、この液体を晶析した際にリチウム化合物が含まれている溶液を言う。たとえば、炭酸リチウムと塩酸とを反応させて得られた溶液、リチウム含有鉱石から塩酸による抽出により得られた溶液、またはかん水からリチウムを選択的に吸着・分離することにより得られた溶液が該当する。なお、この粗リチウム含有溶液は、かん水からリチウムを選択的に吸着・分離することにより得られた溶液が好ましい。

30

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

40

本実施形態では、洗浄工程で用いられる洗浄液体は、あらかじめ定められた溶解度以上の水酸化リチウム含有溶液である。例えば、0における水酸化リチウムの溶解度は、 $12\text{ g} / 100\text{ g - 水}$ であるので、それよりも低い $10\text{ g} / 100\text{ g - 水}$ の溶解度の水酸化リチウム含有溶液が好ましい。さらに、洗浄液体は、飽和水酸化リチウム溶液であることが好ましい。

50