

明 細 書

発明の名称：

ヨウ化リチウム非水溶液、ヨウ化リチウム、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物、ヨウ化リチウム非水溶液の製造方法、ヨウ化リチウムの製造方法及びヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、ヨウ化リチウム非水溶液、ヨウ化リチウム、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物、ヨウ化リチウム非水溶液の製造方法、ヨウ化リチウムの製造方法及びヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] ヨウ化リチウムは、吸収式冷凍機用の吸収液、酢酸製造用の助触媒、電池の電解質等に用いられている。

[0003] ヨウ化リチウム水溶液およびその含水塩の製造方法としては、非特許文献 1 に炭酸リチウムとヨウ化水素酸を反応させる方法が示されている。また、非特許文献 2 に炭酸リチウムに水を分散させたスラリーにヨウ化水素ガスを吹き込む方法が示されている。

[0004] ヨウ化リチウムは吸水性が高く、電池の電解質として用いる場合には水分含有量が少ないほうが好ましいとされている。低含水量のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法としては、特許文献 1 の実施例にヨウ化アルカリ金属のアルコール溶液またはヨウ化アルカリ土類金属のアルコール溶液を、モレキュラーシーブなどの乾燥剤または水分離膜を用いて脱水する方法が示されている。

また、特許文献 1 の参考例には、オルソギ酸メチル及びギ酸を使用することによる脱水工程を行うことにより含水量を低減できることが記載されている。

[0005] ヨウ化リチウム無水塩は、ヨウ化リチウム水溶液より得られたその含水塩を、加熱等により脱水する方法で得ることができる。特許文献 2 にはヨウ化リ

チウム含水塩を１－ブタノールに水を混合させた溶媒へと混合し、ヨウ化リチウム含水塩中の水分を１－ブタノール成分と共沸させることで、低温かつ短時間でヨウ化リチウム無水塩を得る製造方法が示されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2015-157743号公報

特許文献2：特許第6006994号公報

非特許文献

[0007] 非特許文献1：「化学大辞典 9 縮刷版」、発行所 共立出版 発行年1993年 426頁

非特許文献2：「新実験化学講座 8 無機化合物の合成（ⅠⅠ）」、発行所 丸善 昭和52年発行 462頁

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] ヨウ化リチウムは吸水性が強く、水と強固に結びつく性質を有しているため、従来の製法で得られるヨウ化リチウム非水溶液や、ヨウ化リチウムには、一定量の水分が含まれており、その低減には限界があることを本発明者らは見出した。すなわち、特許文献1の実施例及び特許文献2の実施例に記載の方法では、得られるヨウ化リチウム非水溶液の含水量が2900ppm程度であり、得られる固体のヨウ化リチウムの含水量が3200ppm程度であることを本発明者らは見出した。

[0009] また、特許文献1の参考例に記載の方法ではヨウ化リチウム非水溶液の含水量をさらに低減することができた。しかしながら、この方法ではギ酸が非水溶液中に残存してしまう。非水溶液中に酸が残存することは、電池用途に使用するヨウ化リチウム非水溶液としては好ましくない。そのため、酸が残存しない方法によりヨウ化リチウム非水溶液の含水量を低減させることが望まれていた。

[0010] また、特許文献1に記載の方法ではヨウ化リチウム・アルコール錯体（ヨウ化リチウムのアルコール和物）が得られることが開示されている。ここで、ヨウ化リチウム塩を電池の電解質として使用することを考えた場合に、電池の構成（すなわち正極、負極、電解液など）は組み合わせが多岐にわたっているため、電池を構成する各部材との相性や相溶性との観点から、ヨウ化リチウムの溶媒和物として、適切な溶媒和物を選択できることが好ましい。本発明者らは、このような観点から、特許文献1に記載されたヨウ化リチウムのアルコール和物の他にも、アルコール以外の適切な非水溶媒を使用したヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることが望ましいことを見出した。

[0011] そこで本開示では、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム非水溶液、及び、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム、並びに、それらの製造方法を提供することを課題とする。また、アルコール以外の非水溶媒とヨウ化リチウムとからなるヨウ化リチウムの非水溶媒和物及びその製造方法を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明者らは、かかる問題に鑑み鋭意検討の結果、非水溶媒中で金属リチウムとヨウ素を反応させることで、酸を使用せずに、含水量が少ないヨウ化リチウム非水溶液およびヨウ化リチウムが得られることを見出した。また、アルコール以外の非水溶媒とヨウ化リチウムとからなるヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることができることを見出した。これらの知見から、本開示に至った。

[0013] すなわち、本開示に係るヨウ化リチウム非水溶液は、非水溶媒及びヨウ化リチウムを含有するヨウ化リチウム非水溶液であって、上記ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X （重量％）に対する上記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y （ppm）で定められる、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下であることを特徴とする。

[0014] 本開示に係るヨウ化リチウムは、含水量が500ppm未満であり、酸由来

成分の含有量が12000 ppm以下であることを特徴とする。

[0015] 本開示に係るヨウ化リチウムの非水溶媒和物は、アルコール以外の非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなることを特徴とする。

[0016] 本開示に係るヨウ化リチウム非水溶液の製造方法は、非水溶媒中で金属リチウムとヨウ素を反応させることで、上記非水溶媒中でヨウ化リチウムを生成させ、ヨウ化リチウム非水溶液を得ることを特徴とする。本開示において、反応に使用する非水溶媒の含水量は、通常は10 ppm未満であり、好ましくは1 ppm未満である。また、反応に使用する非水溶媒は、酸由来成分を実質的に含まないことが好ましい。

[0017] 本開示に係るヨウ化リチウムの製造方法は、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、含水量が500 ppm未満であり、酸由来成分の含有量が12000 ppm以下であるヨウ化リチウムを得ることを特徴とする。

[0018] 本開示に係るヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法は、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなる、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることを特徴とする。

発明の効果

[0019] 本開示により、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム非水溶液、及び、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム、並びに、それらの製造方法を提供することができる。

また、アルコール以外の非水溶媒とヨウ化リチウムとからなるヨウ化リチウムの非水溶媒和物及びその製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]図1は、実施例3に係るヨウ化リチウムのXRDチャートである。

[図2]図2は、比較例1に係るヨウ化リチウムのXRDチャートである。

[図3]図3は、市販品のヨウ化リチウムのXRDチャートである。

[図4]図4は、実施例3に係るヨウ化リチウムの¹H NMRチャートである

。

[図5]図5は、実施例1に係るヨウ化リチウム非水溶液の陰イオンクロマトグラフィーのチャートである。

[図6]図6は、図5と同条件で水のみを導入して測定したブランクの陰イオンクロマトグラフィーのチャートである。

[図7]図7は、実施例1に係るヨウ化リチウム非水溶液の陽イオンクロマトグラフィーのチャートである。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本開示について詳細に説明するが、以下に記載する構成要件の説明は本開示の実施形態の一例であり、これらの具体的内容に限定はされない。その要旨の範囲内で種々変形して実施することができる。

[0022] 本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法によると、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム非水溶液を得ることができる。

まず、本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法について説明する。

本開示に係るヨウ化リチウム非水溶液の製造方法は、非水溶媒中で金属リチウムとヨウ素を反応させることで、上記非水溶媒中でヨウ化リチウムを生成させ、ヨウ化リチウム非水溶液を得ることを特徴とする。このようにすると、含水量が少ないヨウ化リチウム非水溶液を得ることができる。

さらに、酸を使用せずに含水量が少ないヨウ化リチウム非水溶液を得ることができる。

[0023] 本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法では、非水溶媒中で金属リチウムとヨウ素を反応させることで、非水溶媒中でヨウ化リチウムを生成させる。その結果、用いた非水溶媒を溶媒とし、溶質としてヨウ化リチウムが含まれる、ヨウ化リチウム非水溶液が得られる。

[0024] 得られるヨウ化リチウム非水溶液は、ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X （重量％）に対する上記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y （ppm）で定められる、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下であることが好ま

しい。上記ヨウ化リチウム単位あたりの含水量 (Y/X) は5以下であることが好ましく、3以下であることがより好ましい。また、得られるヨウ化リチウム非水溶液に含まれる酸由来成分は少ないほど好ましく、実質的に含まないことが好ましい。また、ヨウ化リチウム非水溶液に含まれる酸由来成分は、好ましくは、1000 ppm以下であってもよく、250 ppm以下であってもよく、50 ppm以下であってもよく、20 ppm以下であってもよく、10 ppm以下であってもよい。

[0025] 非水溶媒中での金属リチウムとヨウ素の反応にあたっては、特に触媒を使用する必要がない。そのため、触媒を除去する工程は不要である。また、特段の高温を必要としない。反応温度は80℃未満であることが好ましく、20～50℃であることがより好ましく、20～45℃であることがさらに好ましい。また、反応熱による昇温を抑えて反応温度を80℃未満にすることが好ましく、20～50℃にすることがより好ましく、20～45℃にすることがさらに好ましい。

[0026] 金属リチウムの使用量が、ヨウ素1モルに対して2.1～20.0モルであることが好ましく、2.1～5.0モルであることがさらに好ましい。金属リチウムとヨウ素のモル比率が上記範囲であると、金属リチウムとヨウ素の反応が過不足なく行われるため、ヨウ化リチウムの収率を高くすることができる。また、リチウムを過剰に添加した場合、反応後にリチウムをろ物として回収して、別ロットでの反応に再使用することができる。

また、非水溶媒中に投入する金属リチウムの形態は特に限定されるものではなく、リチウムロッド、リチウム箔といった形態とすることができる。

[0027] 反応温度が80℃以上と高く、系内に水が含まれ、かつ、金属リチウムの使用量がヨウ素に対して過剰量でない場合に、ヨウ化リチウムと水の反応によりヨウ化水素と水酸化リチウムが生じ、酸としてのヨウ化水素がヨウ化リチウム非水溶液内に含まれる場合がある。そのため、上記のようなヨウ化水素が生じ得る条件としないことが好ましい。

[0028] 非水溶媒としては、エーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、

ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することが好ましい。

また、非水溶媒が非プロトン性溶媒であることが好ましい。

非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することがより好ましい。

[0029] 非水溶媒の具体例としては、エーテル系溶媒として、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン、ジエチルエーテル、1, 2-ジメトキシエタン（以下、DMEとも記載する）、ジグリム、トリグリム、テトラグリム、プロピレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテル、3-メトキシプロピオニトリル、メトキシアセトニトリル、エチレングリコールビス（プロピオニトリル）エーテル等が挙げられる。

アセタール系溶媒としては、1, 3-ジオキサン、1, 3-ジオキソラン（以下、DOLとも記載する）、4-メチルジオキソラン、1, 3, 5-トリオキサン、ジメトキシメタン、1, 2-メチレンジオキシベンゼン等があげられる。

エステル系溶媒としては、 γ -ブチロラクトン、 ϵ -カプロラクトン、 γ -バレロラクトン、ギ酸メチル、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、プロピオン酸メチル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等が挙げられる。

カーボネート系溶媒としては、エチレンカーボネート、エチルメチルカーボネートが挙げられる。

ケトン系溶媒としては、アセトンが挙げられる。

アミド系溶媒としては、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン等が挙げられる。

[0030] なお、非水溶媒がアルコール系溶媒を含まないことが好ましい。アルコール

系溶媒は金属リチウムと反応して水素を発生する。水素が発生すると作業環境の安全性の観点から好ましくないので、水素が発生しないほうが好ましい。そのため、アルコール系溶媒を含まない非水溶媒を使用することが好ましい。

非水溶媒がアルコール溶媒を含まないことは、 ^1H NMRによる測定により、アルコールの検出量が10 ppm未満であることを意味する。

[0031] 本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法では、製造時に水を使用しないので、製造されるヨウ化リチウム非水溶液の含水量をきわめて少なくすることができる。

特許文献1の参考例には、含水量0.00 wt %を達成しているヨウ化リチウム溶液の製造条件が開示されているが、乾燥工程で使用する酸触媒由来の不純物の除去が不可能である。電池用途に使用するヨウ化リチウム非水溶液として酸触媒由来成分の含有量は50 ppm以下とすることが好ましく、また、酸触媒由来成分を実質的に含まないことが好ましい。

電池の電解液において酸が存在すると好ましくないことは知られている（例えば特許第5679719号、特開2001-307772号公報等）。

本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法では、特許文献1の参考例に開示された方法と異なり、製造時に酸を使用しないので、製造されるヨウ化リチウム非水溶液に含まれる酸触媒由来成分の含有量は4000 ppm以下にすることができる。また、製造されるヨウ化リチウム非水溶液に酸触媒由来成分が実質的に含まれないようにすることができる。

本開示のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法は、従来知られていた方法と異なり、水を用いない反応であり、かつ、酸を用いることもない。そのため、従来技術と比べて水分量が格段に低く、かつ、酸由来成分の少ないヨウ化リチウム非水溶液を製造することができる。

[0032] 次に、本開示のヨウ化リチウム非水溶液について説明する。

本開示に係るヨウ化リチウム非水溶液は、非水溶媒及びヨウ化リチウムを含有するヨウ化リチウム非水溶液であって、上記ヨウ化リチウム非水溶液中の

ヨウ化リチウム濃度 X （重量％）に対する上記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y （ppm）で定められる、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下であることを特徴とする。

[0033] 本開示のヨウ化リチウム非水溶液は、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下である。すなわち、含水量及び酸由来成分の含有量が共に少ないヨウ化リチウム非水溶液である。

後述する実施例1及び2を参照すると理解できるが、溶液中の含水量 Y は溶液中のヨウ化リチウム濃度 X に比例する関係があるため、溶液中の含水量の大小は、溶液中のヨウ化リチウム濃度に対する含水量を指標にして判断するのが妥当である。そのため、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下である非水溶液が、含水量の少ないヨウ化リチウム非水溶液であるといえる。

[0034] 本開示のヨウ化リチウム非水溶液は、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下と小さく、かつ、酸由来成分の含有量が4000ppm以下と少ないために電池用途に好適に使用することができる。

[0035] 本開示に係るヨウ化リチウム非水溶液において、上記ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）は5以下であることが好ましく、3以下であることがより好ましい。また、酸由来成分の含有量は、好ましくは、1000ppm以下であってもよく、250ppm以下であってもよく、50ppm以下であってもよく、20ppm以下であってもよく、10ppm以下であってもよい。

[0036] ヨウ化リチウム非水溶液に含まれる非水溶媒が電池の電解液に使用される非水溶媒である場合、特別な精製操作をすることなく、非水溶媒にヨウ化リチウムを溶解させたヨウ化リチウム非水溶液をそのまま電池の電解液として使用することができる。また、他の必要成分の添加を行って電池の電解液として使用してもよい。

例えば、他の電解質としての LiPF_6 、 LiBF_4 、 LiClO_4 、 LiFSI （リチウムビス（フルオロスルホニル）イミド）等を含有してもよい。

また、ヨウ化リチウム非水溶液は、溶媒を除去して固体のヨウ化リチウムとすることができるので、固体のヨウ化リチウムを得るための原料として使用することができる。

[0037] ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X は5～70重量%であることが好ましく、10～50重量%であることがさらに好ましい。

また、ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y が200ppm未満であることが好ましい。また、ヨウ化リチウム非水溶液が水分を実質的に含まないことが好ましい。ヨウ化リチウム非水溶液が水分を実質的に含まないとは、下記に説明する含水量測定方法において含水量が検出限界以下（0.1ppm以下）であることを意味する。

[0038] また、ヨウ化リチウム非水溶液中に酸由来成分を実質的に含まないことが最も好ましい。

ヨウ化リチウム非水溶液が酸由来成分を実質的に含まないとは、下記に説明する酸由来成分の含有量の測定方法において酸由来成分が検出されないこと（検出限界以下であること）を意味する。

[0039] ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度の測定は、陰イオンクロマトグラフィーを用いた以下の手順で行うことができる。

ヨウ化リチウム非水溶液を精密に秤量し、超純水で約10ppmまで希釈した水溶液を用い、陰イオンクロマトグラフィーにてヨウ化物イオン濃度を測定する。そして、ヨウ化物イオン濃度からヨウ化リチウム濃度に換算する。

[0040] ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量の測定は、電量法カールフィッシャー水分計を用いて行うことができる。ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量の測定を行う場合、ヨウ化リチウム非水溶液の試料約1gを精密に秤量し、直接分析を行うことができる。

本明細書におけるヨウ化リチウム非水溶液中の含水量とは、ヨウ化リチウム非水溶液の試料約1gについて電量法カールフィッシャー水分計を用いて測

定した含水量（ppm）を意味する。

[0041] ヨウ化リチウム非水溶液中の酸由来成分の含有量の測定は、 ^1H NMRを用いて側鎖水素の定量を行うことにより有機酸として酸由来成分の含有量の測定として行うことができる。また、陰イオンクロマトグラフィーを用いてヨウ化物イオン以外のアニオン成分の濃度を測定することにより無機酸としての酸由来成分の含有量の測定として行うことができる。

本明細書におけるヨウ化リチウム非水溶液中の酸由来成分の含有量とは、 ^1H NMRを用いて側鎖水素の定量を行うことにより有機酸として測定した酸由来成分の含有量（ppm）を意味する。

^1H NMRを用いての側鎖水素の定量において側鎖水素が検出されず（10 ppm以下）、かつ、陰イオンクロマトグラフィーを用いてのヨウ化物イオン以外のアニオンが検出されない（100 ppm以下）場合は、ヨウ化リチウム非水溶液中に酸由来成分が実質的に含まれないといえる。

[0042] ヨウ化リチウム非水溶液に含まれる非水溶媒としては、エーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することが好ましい。

また、非水溶媒が非プロトン性溶媒であることが好ましい。

非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することがより好ましい。

[0043] 非水溶媒の具体例としては、エーテル系溶媒として、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン、ジエチルエーテル、1, 2-ジメトキシエタン（以下、DMEとも記載する）、ジグリム、トリグリム、テトラグリム、プロピレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテル、3-メトキシプロピオニトリル、メトキシアセトニトリル、エチレングリコールビス(プロピオニトリル)エーテル等が挙げられる。

アセタール系溶媒としては、1, 3-ジオキサン、1, 3-ジオキソラン（以下、DOLとも記載する）、4-メチルジオキソラン、1, 3, 5-トリオキサン、ジメトキシメタン、1, 2-メチレンジオキシベンゼン等があげられる。

エステル系溶媒としては、 γ -ブチロラクトン、 ϵ -カプロラクトン、 γ -バレロラクトン、ギ酸メチル、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、プロピオン酸メチル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等が挙げられる。

カーボネート系溶媒としては、エチレンカーボネート、エチルメチルカーボネートが挙げられる。

ケトン系溶媒としては、アセトンが挙げられる。

アミド系溶媒としては、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン等が挙げられる。

なお、非水溶媒がアルコール系溶媒を含まないことが好ましい。

[0044] 次に、本開示のヨウ化リチウムの製造方法について説明する。

本開示のヨウ化リチウムの製造方法は、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、含水量が500ppm未満であり、酸由来成分の含有量が12000ppm以下であるヨウ化リチウムを得ることを特徴とする。

[0045] 本開示のヨウ化リチウムの製造方法では、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行う。

乾燥の方法としては、乾燥機による熱風乾燥、減圧乾燥、赤外線乾燥等の方法を使用することができる。

乾燥工程は、ヨウ化リチウム非水溶液を不活性ガス雰囲気下にて減圧する工程を含むことが好ましく、ヨウ化リチウム非水溶液を不活性ガス雰囲気下にて0.1kPa以上5.0kPa以下にて減圧し、その際の雰囲気温度を20℃以上100℃以下に保持する工程を含むことがより好ましい。

また、乾燥して得られたヨウ化リチウムが環境中の水蒸気により吸湿しない

ように、乾燥により得られたヨウ化リチウムを容器に保管する保管工程までを、不活性ガス雰囲気下またはドライルーム環境下で行うことが好ましい。ドライルーム環境の露点が例えば -30°C 以下である環境であることが好ましい。

[0046] 乾燥温度が 100°C を超えて高く、かつ、系内に水が含まれる場合に、ヨウ化リチウムと水の反応によりヨウ化水素と水酸化リチウムが生じ、酸としてのヨウ化水素がヨウ化リチウム内に含まれる場合がある。そのため、上記のようなヨウ化水素が生じ得る条件としないことが好ましい。

[0047] 得られるヨウ化リチウムは、含水量が 500 ppm 未満であり、酸由来成分の含有量が 12000 ppm 以下である。

上記ヨウ化リチウムの含水量は 400 ppm 未満であることが好ましく、 200 ppm 未満であることがより好ましく、 100 ppm 未満であることがさらに好ましい。また、ヨウ化リチウムが実質的に水を含まないことも好ましい。

また、得られるヨウ化リチウムに含まれる酸由来成分は少ないほど好ましく、実質的に含まないことが好ましい。また、ヨウ化リチウムに含まれる酸由来成分は、好ましくは、 2500 ppm 以下であってもよく、 400 ppm 以下であってもよく、 50 ppm 以下であってもよく、 20 ppm 以下であってもよく、 10 ppm 以下であってもよい。

[0048] なお、乾燥工程においては、酸触媒を使用した乾燥は行わない。そのため、乾燥工程により酸由来成分が増加することはないため、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液に含まれる酸由来成分の含有量が 4000 ppm 以下であれば、ヨウ化リチウムに含まれる酸由来成分の含有量を 12000 ppm 以下とすることができる。

[0049] 次に、本開示のヨウ化リチウムについて説明する。

本開示に係るヨウ化リチウムは、含水量が 500 ppm 未満であり、酸由来成分の含有量が 12000 ppm 以下であることを特徴とする。

本開示のヨウ化リチウムは、含水量が極めて少なく、酸由来成分の含有量も

極めて少ない、固体のヨウ化リチウムである。本開示のヨウ化リチウムは粉体であってもよい。

[0050] 本開示のヨウ化リチウムは含水量が極めて少なく、酸由来成分の含有量も極めて少ないので、電池の電解質として好ましく使用することができる。また、本開示のヨウ化リチウムを水及び酸由来成分を含まない非水溶媒に溶解させることによって、含水量及び酸由来成分の含有量が極めて少ない、電池の電解液として使用することができる。

[0051] ヨウ化リチウムの含水量が400ppm未満であることが好ましく、200ppm未満であることがより好ましく、100ppm未満であることがさらに好ましい。また、ヨウ化リチウムが実質的に水を含まないことが好ましい。

ヨウ化リチウムが水分を実質的に含まないとは、下記に説明する含水量測定方法において含水量が検出限界以下（0.1ppm以下）であることを意味する。

[0052] また、本開示に係るヨウ化リチウムにおいて、酸由来成分の含有量は2500ppm以下であってもよく、400ppm以下であってもよく、50ppm以下であってもよく、20ppm以下であってもよく、10ppm以下であってもよい。

また、ヨウ化リチウムが酸由来成分を実質的に含まないことが最も好ましい。

ヨウ化リチウムが酸由来成分を実質的に含まないとは、下記に説明する酸由来成分の含有量の測定方法において酸由来成分が検出されないことを意味する。

[0053] ヨウ化リチウム中の含水量の測定は、電量法カールフィッシャー水分計を用いて行うことができる。ヨウ化リチウム中の含水量の測定を行う場合、ヨウ化リチウムの試料約1gを精密に秤量し、水分量既知のメタノール約2gに溶解させ、測定試料として分析を行うことができる。

本明細書におけるヨウ化リチウム中の含水量とは、ヨウ化リチウムの試料約

1 g を水分量既知のメタノール約 2 g に溶解させ、電量法カールフィッシャー水分計を用いて測定した含水量 (ppm) を意味する。

- [0054] ヨウ化リチウムの酸由来成分の含有量の測定は、 ^1H NMR を用いて側鎖水素の定量を行うことにより有機酸として酸由来成分の含有量の測定として行うことができる。また、陰イオンクロマトグラフィーを用いてヨウ化物イオン以外のアニオン成分の濃度を測定することにより無機酸としての酸由来成分の含有量の測定として行うことができる。

本明細書におけるヨウ化リチウム中の酸由来成分の含有量とは、 ^1H NMR を用いて側鎖水素の定量を行うことにより有機酸として測定した酸由来成分の含有量 (ppm) を意味する。

^1H NMR を用いての側鎖水素の定量において側鎖水素が検出されず、かつ、陰イオンクロマトグラフィーを用いてのヨウ化物イオン以外のアニオンが検出されない場合は、ヨウ化リチウム中に酸由来成分が実質的に含まれないといえる。

- [0055] 本開示に係るヨウ化リチウムは、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を含むことが好ましい。

非水溶媒和物に含まれる非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することが好ましい。

また、非水溶媒和物に含まれる非水溶媒が非プロトン性溶媒であることが好ましい。

非水溶媒和物に含まれる非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することがより好ましい。

また、ヨウ化リチウムが結晶構造を有することが好ましい。

- [0056] ヨウ化リチウムが非水溶媒和物であること、ヨウ化リチウムが結晶構造を有することは、 ^1H NMR 分析及び XRD 分析により判断することができる。

[0057] 本開示に係るヨウ化リチウムを非水溶媒に溶解させることで、本開示のヨウ化リチウム非水溶液を得ることもできる。非水溶媒の種類は特に限定されるものではなく、本開示のヨウ化リチウム非水溶液に使用可能な非水溶媒を使用することができる。また、ヨウ化リチウムを溶解させる非水溶媒は、ヨウ化リチウムを製造した際に使用した非水溶媒と異なる非水溶媒であってもよい。

[0058] 次に、本開示のヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法及びヨウ化リチウムの非水溶媒和物について説明する。

本開示のヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法は、本開示の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなる、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることを特徴とする。

この方法によると、非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなる、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることができる。

このようなヨウ化リチウムの非水溶媒和物は、電池を構成する各部材との相性や非相溶性の観点から適切なものを選択して使用することができる。

[0059] 本開示のヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法において、非水溶媒としてアルコール以外の非水溶媒を用いた場合には、アルコール以外の非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなることを特徴とする、本開示のヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることができる。

[0060] アルコール以外の非水溶媒は、エーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有することが好ましい。

また、アルコール以外の非水溶媒が非プロトン性溶媒であることが好ましい。

また、アルコール以外の非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類

を含有することがより好ましい。

また、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物が結晶構造を有することが好ましい。

[0061] ヨウ化リチウムが非水溶媒和物であること、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物が結晶構造を有することは、 ^1H NMR分析及びXRD分析により判断することができる。

実施例

[0062] 以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はかかる実施例に限定されるものではない。

[0063] 〔ヨウ化リチウム収率、純度の測定方法〕

ヨウ化リチウム非水溶液、または、ヨウ化リチウム粉体試料約0.2 gを精密に秤量し、超純水で約10 ppmまで希釈した水溶液を用い、陰イオンクロマトグラフィーにてヨウ化物イオン濃度を測定した。測定結果から得られた値をヨウ化リチウム濃度に換算し、収率、純度とした。

[0064] 〔粉体及び溶液中の含水量の測定方法〕

電量法カールフィッシャー水分計を用いて測定した。

液体試料の場合、試料約1 gを精密に秤量し、直接分析を行った。

固体試料の場合、ヨウ化リチウム粉体試料約1 gを精密に秤量し、水分量既知のメタノール約2 gに溶解させ、測定試料とした。

[0065] 〔粉体中の非水溶媒量の測定方法〕

^1H NMR分析により定量を行った。ヨウ化リチウム非水溶媒和物約1 g、および、内標準物質として1,4-トリフルオロメチルベンゼン約0.1 gを精密に秤量し、重アセトニトリル約2 gに溶解させて測定用溶液とした。内標準物質由来のピークと非水溶媒由来のピークの積分値比率により粉体中の非水溶媒量を算出した。

[0066] 〔試薬〕

合成に使用した各試薬は下記から購入したものをそれ以上の精製をすることなく使用した。

1,3-ジオキサラン（以下「DOL」と記載）：シグマアルドリッチジ

ジャパン合同会社製

1, 2-ジメトキシエタン（以下「DME」と記載）電気化学用：関東化学株式会社製

1, 3, 5-トリオキサン（以下「TOX」と記載）：シグマアルドリッチジャパン合同会社製

ジエチレングリコールジメチルエーテル（以下「DG」と記載）電気化学用：関東化学株式会社製

3-メトキシプロピオニトリル（以下「MPN」と記載）：東京化成株式会社製

酢酸エチル（以下「EtOAc」と記載）超脱水：富士フイルム和光純薬株式会社製

エチレンカーボネート（以下「EC」と記載）リチウムバッテリーグレード：キシダ化学株式会社製

エチルメチルカーボネート（以下「EMC」と記載）リチウムバッテリーグレード：キシダ化学株式会社製

アセトン（以下「AC」と記載）超脱水：富士フイルム和光純薬株式会社製

γ-ブチロラクトン（以下「GBL」と記載）電気化学用：関東化学株式会社製

N-メチル-2-ピロリドン（以下「NMP」と記載）：ナカライテスク株式会社製

リチウム箔 厚さ0.1mm、幅18mm：本城金属株式会社製

リチウムロッド 直径10mm、長さ10mm：本荘ケミカル株式会社製

ヨウ素：株式会社合同資源製

[0067] [実施例1]（ヨウ化リチウム非水溶液の作製1）

攪拌翼、熱電対保護管、および、ディップ管を備えた1L SUS316製オートクレーブをアルゴン雰囲気グローブボックス内に設置し、リチウムロッド9.63g（1.41mol）、DOL265gを投入した。反応容器を

封止した後、0.05 kPa以下まで減圧し、ヨウ素63.5 g (0.250 mol) をDME 217 gに溶解した溶液を、グローブボックス内の温度を45℃以下に維持しながら導入した。全量のヨウ素を導入後、10時間攪拌し熟成を続けた。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。反応容器を開放後、余剰のリチウムをろ別し、収率97.7%、513 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。得られた非水溶液中の含水量は29.9 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は12.7重量%であった。

[0068] [実施例2] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製2)

アルゴン雰囲気グローブボックス内で攪拌子、内部温度計を備えた50 mLの2つ首フラスコに、ヨウ素3.63 g (0.0143 mol)、DOL 5.05 g、DME 4.14 gを投入した。続いてグローブボックス内の温度を45℃以下に維持しながらリチウム箔210 mg (0.0300 mol) を少量ずつ導入した。全量のリチウムを導入後、10時間攪拌し熟成を続けた。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。

余剰のリチウム箔をろ別し、収率94.6%、12.4 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。得られた非水溶液中の含水量は83.8 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は29.2重量%であった。

[0069] [実施例5] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製3)

アルゴン雰囲気グローブボックス内で攪拌子、内部温度計を備えた50 mLの2つ首フラスコに、リチウム箔40 mg (0.0058 mol)、DOL 5.05 gを投入した。反応容器を封止した後、0.05 kPa以下まで減圧し、ヨウ素0.65 g (0.0026 mol) をDME 4.14 gに溶解した溶液を、グローブボックス内の温度を45℃以下に維持しながら導入した。全量のヨウ素を導入後、10時間攪拌し熟成を続けた。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。反応容器を解放後、余剰のリチウムをろ別し、収率97.7%、9.2 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。得られた非水溶液中の含水量は50.4 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は7.3重量%であった。

[0070] [実施例6] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製4)

リチウム箔320mg (0.0461モル)、DOL 2.86g、ヨウ素5.44g (0.0214モル)、DME 6.43gを使用すること以外は実施例5と同様の方法にて、収率96.6%、14.1gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は124.7ppm、ヨウ化リチウムの濃度は39.2重量%であった。

[0071] [実施例7] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製5)

リチウム箔990mg (0.1426モル)、DOL 6.43g、ヨウ素3.63g (0.0143モル)、DME 2.86gを使用すること以外は実施例5と同様の方法にて、収率95.3%、12.3gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は18.0ppm、ヨウ化リチウムの濃度は23.2重量%であった。

[0072] [実施例8] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製6)

リチウム箔210mg (0.0303モル)、DOL 5.05g、ヨウ素3.63g (0.0143モル)、DMEに替えてDG 2.86gを使用すること以外は実施例5と同様の方法にて、収率96.4%、12.2gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は43℃であった。得られた非水溶液中の含水量は81.7ppm、ヨウ化リチウムの濃度は30.2重量%であった。

[0073] [実施例9] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製7)

リチウム箔210mg (0.0303モル)、DOLに替えてTOX 5.05g、ヨウ素3.63g (0.0143モル)、DME 2.86gを使用すること以外は実施例5と同様の方法にて、収率96.9%、12.2gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は41℃であった。得られた非水溶液中の含水量は82.0ppm、ヨウ化リチウムの濃度は30.4重量%であった。

[0074] [実施例 10] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 8)

リチウム箔 210 mg (0.0303 モル)、DOL に替えて TOX 5.05 g、ヨウ素 3.63 g (0.0143 モル)、DME に替えて DG 2.86 g を使用すること以外は実施例 5 と同様の方法にて、収率 97.7%、12.3 g のヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は 39℃ であった。得られた非水溶液中の含水量は 80.5 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は 30.5 重量% であった。

[0075] [実施例 11] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 9)

アルゴン雰囲気グローブボックス内で攪拌子、内部温度計を備えた 50 mL の 2 つ首フラスコに、リチウム箔 210 mg (0.0303 モル)、DOL 5.05 g、DME 4.14 g を投入した。次いで、漏斗を用いてヨウ素 3.63 g (0.0143 モル) を、グローブボックス内の温度を 45℃ 以下に維持しながら導入した。全量のヨウ素を導入後、10 時間攪拌し熟成を続けた。反応中の溶液の最高温度は 45℃ であった。反応容器を解放後、余剰のリチウムをろ別し、収率 94.8%、12.1 g のヨウ化リチウム非水溶液を得た。得られた非水溶液中の含水量は 83.7 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は 29.9 重量% であった。

[0076] [実施例 12] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 10)

DME を使用せず、DOL 9.19 g を使用すること以外は実施例 11 と同様の方法にて、収率 95.3%、12.2 g のヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は 45℃ であった。得られた非水溶液中の含水量は 84.0 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は 29.8 重量% であった。

[0077] [実施例 13] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 11)

DOL を使用せず、MPN 9.19 g を使用すること以外は実施例 12 と同様の方法にて、収率 94.9%、12.1 g のヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は 45℃ であった。得られた非水溶液中の含水量は 82.4 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は 30.0 重量% であった。

[0078] [実施例 14] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 12)

DOLを使用せず、EtOAc 9.19 gを使用すること以外は実施例12と同様の方法にて、収率94.3%、12.1 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は80.2 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は29.8重量%であった。

[0079] [実施例15] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製13)

DOLを使用せず、EC 5.05 g、EMC 4.14 gを使用し、リチウム箔40 mg (0.0058 mol)、ヨウ素0.65 g (0.0026 mol)を使用すること以外は実施例12と同様の方法にて、収率94.8%、9.2 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は46.1 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は7.1重量%であった。

[0080] [実施例16] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製14)

DOLの代わりにAC 9.19 gを使用すること以外は実施例12と同様の方法にて、収率93.8%、12.1 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は80.5 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は29.7重量%であった。

[0081] [実施例17] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製15)

DOLの代わりにGBL 9.19 gを使用すること以外は実施例12と同様の方法にて、収率95.1%、12.2 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は83.5 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は29.9重量%であった。

[0082] [実施例18] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製16)

DOLの代わりにNMP 9.19 gを使用し、リチウム箔1.04 g (0.150 mol)、ヨウ素18.0 g (0.0709 mol)を使用すること以外は実施例12と同様の方法にて、収率98.5%、27.1 gのヨウ化リチウム非水溶液を得た。反応中の溶液の最高温度は45℃であった。得られた非水溶液中の含水量は191.3 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は69.1

重量％であった。

[0083] [実施例 19] (ヨウ化リチウム非水溶液の作製 17)

アルゴン雰囲気グローブボックス内で攪拌子、内部温度計を備えた 50 mL の 2 首フラスコに、リチウム箔 280 mg (0.0403 mol)、DOL 2.86 g を投入した。反応容器を封止した後、0.05 kPa 以下まで減圧し、ヨウ素 5.44 g (0.0214 mol) を DME 6.43 g に溶解した溶液を、グローブボックス内の温度を 45℃以下に維持しながら導入した。反応中の溶液の最高温度は 45℃であった。全量のヨウ素を導入後、10 時間攪拌し熟成を続け、収率 90.6%、13.8 g のヨウ化リチウム非水溶液を得た。得られた非水溶液中の含水量は 211.1 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は 37.7 重量％であった。

[0084] なお、本実施例 1、2、5～19 では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤(酸)由来の成分は系中に存在しない。結果を表 1 に示した。

[0085] [実施例 3] (固体のヨウ化リチウムの作製 1)

実施例 1 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 79.9 g を、攪拌子を備えた 500 mL の 3 首フラスコに入れ、0.1 kPa まで徐々に減圧して溶媒除去を行った。アルゴン雰囲気グローブボックス中で得られた固形物 28.3 g に 200 mL の DME を加え、懸濁液を一時間攪拌後、粉体のろ別を行い、次いで粉体を 0.05 kPa で 2 時間乾燥することにより 25.7 g の粉体を得た。

当該粉体は、¹H NMR、および、XRD 分析結果により、ヨウ化リチウム-DME 錯体(ヨウ化リチウムの DME 和物)を含むヨウ化リチウムであることが確認された。粉体中の非水溶媒の含量は 61.6 重量%、含水量は 94.9 ppm であった。

[0086] [実施例 4] (固体のヨウ化リチウムの作製 2)

実施例 2 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 10.0 g を、攪拌子を備えた 500 mL の 3 首フラスコに入れ、0.1 kPa まで徐々に減圧して溶媒除去を行った。アルゴン雰囲気グローブボックス中で得られた固形物 7.9

g に 200 mL の DME を加え、懸濁液を一時間攪拌後、粉体のろ別を行い、次いで粉体を 0.05 kPa で二時間乾燥することにより 7.4 g の粉体を得た。当該粉体は、 ^1H NMR、および、XRD 分析結果により、ヨウ化リチウム-DME 錯体（ヨウ化リチウムの DME 和物）を含むヨウ化リチウムであることが確認された。粉体中の非水溶媒の含量は 59.0 重量%、含水量は 116.0 ppm であった。

[0087] [実施例 20] (固体のヨウ化リチウムの作製 3)

実施例 5 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 10.0 g を、攪拌子を備えた 500 mL の 3 首フラスコに入れ、0.1 kPa まで徐々に減圧して溶媒除去を行った。アルゴン雰囲気グローブボックス中で得られた固形物 8.0 g に 200 mL の DME を加え、懸濁液を一時間攪拌後、粉体のろ別を行い、次いで粉体を 0.05 kPa で二時間乾燥することにより 7.5 g の粉体を得た。

当該粉体は、 ^1H NMR、および、XRD 分析結果により、ヨウ化リチウム-DME 錯体（ヨウ化リチウムの DME 和物）を含むヨウ化リチウムであることが確認された。粉体中の非水溶媒の含量は 59.9 重量%、含水量は 97.2 ppm であった。

[0088] [実施例 21] (固体のヨウ化リチウムの作製 4)

実施例 6 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 10.0 g を使用すること以外は実施例 20 と同様の方法にて、8.3 g の粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は 53.3 重量%、含水量は 92.8 ppm であった。

[0089] [実施例 22] (固体のヨウ化リチウムの作製 5)

実施例 7 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 10.0 g を使用すること以外は実施例 20 と同様の方法にて、5.8 g の粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は 61.1 重量%、含水量は 96.5 ppm であった。

[0090] [実施例 23] (固体のヨウ化リチウムの作製 6)

実施例 8 で得られたヨウ化リチウム非水溶液 10.0 g を使用すること以外は実施例 20 と同様の方法にて、7.6 g の粉体を得た。粉体中の非水溶媒

の含量は59.7重量%、含水量は83.3ppmであった。

[0091] [実施例24] (固体のヨウ化リチウムの作製7)

実施例9で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、7.6gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は60.1重量%、含水量は84.0ppmであった。

[0092] [実施例25] (固体のヨウ化リチウムの作製8)

実施例10で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、7.7gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は61.6重量%、含水量は89.6ppmであった。

[0093] [実施例26] (固体のヨウ化リチウムの作製9)

実施例11で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、7.4gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は58.7重量%、含水量は73.7ppmであった。

[0094] [実施例27] (固体のヨウ化リチウムの作製10)

実施例12で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、7.3gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は58.4重量%、含水量は77.9ppmであった。

[0095] [実施例28] (固体のヨウ化リチウムの作製11)

実施例13で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、5.0gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は54.1重量%、含水量は60.3ppmであった。

[0096] [実施例29] (固体のヨウ化リチウムの作製12)

実施例14で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、6.2gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は53.0重量%、含水量は65.1ppmであった。

[0097] [実施例30] (固体のヨウ化リチウムの作製13)

実施例15で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、1.2gの粉体を得た。粉体中の非水溶

媒の含量は53.9重量%、含水量は53.8ppmであった。

[0098] [実施例31] (固体のヨウ化リチウムの作製14)

実施例16で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、7.4gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は59.6重量%、含水量は82.2ppmであった。

[0099] [実施例32] (固体のヨウ化リチウムの作製15)

実施例17で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、5.8gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は51.2重量%、含水量は82.4ppmであった。

[0100] [実施例33] (固体のヨウ化リチウムの作製16)

実施例18で得られたヨウ化リチウム非水溶液10.0gを使用すること以外は実施例20と同様の方法にて、6.0gの粉体を得た。粉体中の非水溶媒の含量は50.4重量%、含水量は89.2ppmであった。

[0101] なお、本実施例3、4、20～33では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤(酸)由来の成分は系中に存在しない。結果を表2に示した。

[0102] [比較例1 (比較例1-1、比較例1-2)] (比較用の固体のヨウ化リチウム及びヨウ化リチウム非水溶液の作製1)

非特許文献1に記載の方法に従い合成したヨウ化リチウム(含水量7290ppm)300gを1Lのナス型フラスコに入れ、エバポレーターを用いて攪拌を行いながら1kPaまで減圧後、80℃で1時間、100℃で1時間、120℃で2時間乾燥を行った。

フラスコを窒素で復圧後、グローブボックス内でフラスコ壁面に付着した結晶を削り落した後、120℃、1kPaでさらに6時間加熱乾燥を行った。

フラスコ内の窒素での復圧から結晶の削り落とし、120℃、1kPaでの2時間の乾燥までの繰り返しをさらに2回、合計3回行って、減圧乾燥したヨウ化リチウムを298g得た。得られた粉体の含水量を測定したところ、含水量は524.0ppmだった。当該粉体は、¹H NMR、および、XRD分析結果により、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を含まないことが確認さ

れた。なお、本比較例では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤（酸）由来の成分は系中に存在しない。結果を表2に示した。

[0103] また、上記で得られた粉体を、DOL : DME = 1 : 1（容量比）の混合溶媒に、非水溶液中のヨウ化リチウムの濃度が表1に示す濃度となるように溶解させて、得られた非水溶液の含水量を測定した。

ヨウ化リチウムの濃度を実施例1のヨウ化リチウムの濃度に合わせた例を比較例1-1、ヨウ化リチウムの濃度を実施例2のヨウ化リチウムの濃度に合わせた例を比較例1-2とした。

なお、本比較例では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤（酸）由来の成分は系中に存在しない。結果を表1に示した。

[0104] [比較例2]（比較用の固体のヨウ化リチウム及びヨウ化リチウム非水溶液の作製2）

特許文献1の方法にしたがい、ヨウ化リチウムの合成を行った。攪拌装置、コック付き分留頭を備えた還流冷却器、温度計、滴下ロートおよび固体投入口を備えた容量200mlの反応容器内を窒素で十分に置換した。該滴下ロートよりエタノール70.0gを反応容器内に投入した。攪拌下、該固体投入口より水酸化リチウム一水和物4.25g（0.101mol）を投入した。該滴下ロートよりヨウ化メチル21.5g（0.151mol）を反応容器内に投入した。反応容器内の温度を30℃に保ちながら21時間攪拌し熟成を続けた。

反応容器内を室温まで冷却し、真空ポンプにて1kPaに減圧することで、過剰のヨウ化メチルおよび生成したエチルメチルエーテルを留去した。反応容器内の減圧状態を窒素により解除した後、滴下ロートよりエタノール19.8gを投入した。反応液中の水分は43300ppmであった。

該反応容器において、還流冷却器、分留頭、滴下ロートおよび固体投入口を外し、合成ゼオライト（商品名：モレキュラーシーブ3A-1/8）を43.1g充填したソックスレー抽出器を装着した。その後、エタノールの還流が始まるまで反応容器を加熱し、9時間還流しながら脱水を続けた。冷却後

、反応液中の含水量は2900 ppm、ヨウ化リチウムの濃度は12.8重量%であった。なお、本比較例では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤（酸）由来の成分は系中に存在しない。結果を表1に示した。

[0105] 反応液を容量200 mlのナス型フラスコに入れ、エバポレーターを用いて、75℃/3 kPaの条件で1時間かけてエタノールを留去した。その後、130℃/1 kPaの条件で3時間かけてさらに反応液を濃縮乾固し、白色粉末状のヨウ化リチウムの結晶13.2 gを得た（収率97.4%）。ヨウ化リチウムの純度は99.1%であり、結晶中の含水量は3200 ppmであった。当該粉体は、¹H NMR、および、XRD分析結果により、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を含まないことが確認された。なお、本実施例では酸などの乾燥剤を用いないため、当該乾燥剤（酸）由来の成分は系中に存在しない。結果を表2に示した。

[0106] [比較例3]（比較用の固体のヨウ化リチウム及びヨウ化リチウム非水溶液の作製3）

特許文献1の方法を参考にヨウ化リチウムの合成を行った。

攪拌装置、コック付き分留頭を備えた還流冷却器、温度計、滴下ロートおよび固体投入口を備えた容量200 mlの反応容器内を窒素で十分に置換した。該滴下ロートよりエタノール70.0 gを反応容器内に投入した。攪拌下、該固体投入口より水酸化リチウム一水和物4.25 g（0.101モル）を投入した。該滴下ロートよりヨウ化メチル21.5 g（0.151モル）を反応容器内に投入した。反応容器内の温度を30℃に保ちながら21時間攪拌し熟成を続けた。

反応容器内を室温まで冷却し、真空ポンプにて1 kPaに減圧することで、過剰のヨウ化メチルおよび生成したエチルメチルエーテルを留去した。反応容器内の減圧状態を窒素により解除した後、滴下ロートよりエタノール19.8 gを投入した。反応液中の水分は43300 ppmであった。

反応混合物から減圧下エタノールを留去したのち、2-プロパノール15 gを該滴下ロートより反応容器内に投入した。

攪拌下、該滴下ロートよりオルソギ酸メチル 7.43 g (0.070 モル) およびギ酸 0.12 g (0.003 モル) を投入した。反応容器内の温度を 50℃ に保ちながら 3 時間攪拌し熟成を続けた。室温まで冷却後、反応液中の含水量を測定したところ 20.7 ppm であり、酸由来成分の残存量は 4170 ppm であった。なお、本比較例では、反応系中に含まれるギ酸由来成分の除去は行っていないため、反応系中に含まれるギ酸由来成分が 100 % 残存していた。結果を表 1 に示した。

得られた反応混合物を、攪拌子を備えた 100 mL の 2 頸フラスコに入れ、80℃ で 0.1 kPa まで徐々に減圧して溶媒除去を行った。得られた粉体を 0.05 kPa で二時間乾燥し、粉体を得た。当該粉体は、¹H NMR により、ヨウ化リチウム-2-プロパノール錯体（ヨウ化リチウムの 2-プロパノール和物）を含むヨウ化リチウムであることが確認された。粉体中の非水溶媒の含量は 11.0 重量%、含水量は 167.0 ppm であった。

得られた粉体 0.5 g を重メタノール 2 g に溶解させ、1,4-トリフルオロメチルベンゼンを内標準物質として加え、¹H NMR を用いてギ酸由来成分の定量を行ったところ、酸由来成分の残存量 14400 ppm、添加量の 69.2 % に相当するギ酸リチウムの残存を確認した。結果を表 2 に示した。

。

[0107]

[表1]

ヨウ化リチウム非 水溶液	溶液中ヨウ化リチウム濃度 X(重量%)	含水量 Y(ppm)	ヨウ化リチウム単位当たりの 含水量(Y/X)	酸由来成分 残存量(ppm)
実施例1	12.7	29.9	2.35	-
実施例2	29.2	83.8	2.87	-
実施例5	7.3	50.4	6.90	-
実施例6	39.2	124.7	3.18	-
実施例7	23.2	18.0	0.77	-
実施例8	30.2	81.7	2.70	-
実施例9	30.4	82.0	2.70	-
実施例10	30.5	80.5	2.64	-
実施例11	29.9	83.7	2.80	-
実施例12	29.8	84.0	2.82	-
実施例13	30.0	82.4	2.74	-
実施例14	29.8	80.2	2.69	-
実施例15	7.1	46.1	6.52	-
実施例16	29.7	80.5	2.71	-
実施例17	29.9	83.5	2.79	-
実施例18	69.1	191.3	2.77	-
実施例19	37.7	211.1	5.60	-
比較例1-1	11.4	91.7	8.04	-
比較例1-2	28.5	229.0	8.04	-
比較例2	12.8	2900.0	226.56	-
比較例3	19.0	20.7	1.09	4170

[0108]

[表2]

	ヨウ化リチウム非水溶液	含水量 (ppm)	酸由来成分 残存量(ppm)	粉体中の非水溶媒の 含量(重量%)
実施例3	実施例1	94.9	—	61.6
実施例4	実施例2	116.0	—	59.0
実施例20	実施例5	97.2	—	59.9
実施例21	実施例6	92.8	—	53.3
実施例22	実施例7	96.5	—	61.1
実施例23	実施例8	83.3	—	59.7
実施例24	実施例9	84.0	—	60.1
実施例25	実施例10	89.6	—	61.6
実施例26	実施例11	73.7	—	58.7
実施例27	実施例12	77.9	—	58.4
実施例28	実施例13	60.3	—	54.1
実施例29	実施例14	65.1	—	53.0
実施例30	実施例15	53.8	—	53.9
実施例31	実施例16	82.2	—	59.6
実施例32	実施例17	82.4	—	51.2
実施例33	実施例18	89.2	—	50.4
比較例1	—	524.0	—	—
比較例2	—	3200	—	—
比較例3	—	167.0	14400	11.0

[0109] 表1及び表2より、実施例1～33では、含水量が少なく、酸由来成分が含まれないヨウ化リチウム非水溶液、及び、固体（粉体）のヨウ化リチウムが得られていることが分かる。

実施例1に比べて実施例2は含水量Yが大きい、実施例2はヨウ化リチウム濃度Xも大きい。ヨウ化リチウム単位当たりの含水量（ Y/X ）で見ると実施例1と実施例2は同程度に含水量が少ないヨウ化リチウム非水溶液であるといえる。

[0110] 実施例1に比べて実施例5はヨウ素の使用量が少なく、かつ、金属リチウムの使用量がヨウ素1モルに対して少なくなるように調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例1と比べて、溶液中ヨウ化リチウム濃度Xが低く、含水量Yが大きくなっている。

[0111] 実施例5に比べて実施例6は、金属リチウムとヨウ素の使用量が多く、溶液中のDOL比率を増やして調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例5と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xが高く、含水量Yが大きくなっている。

[0112] 実施例6に比べて実施例7は金属リチウムの使用量が多く、溶液中のDME

比率を増やして調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例6と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xが低く、含水量Yが小さくなっている。

- [0113] 実施例5に比べて実施例8は、DMEの代わりにDGを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例5と比べて金属リチウムとヨウ素の使用量が多く、溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは高くなっている。
- [0114] 実施例5に比べて実施例9は、DOLの代わりにTOXを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例5と比べて金属リチウムとヨウ素の使用量が多く、溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは高くなっている。
- [0115] 実施例9に比べて実施例10は、DMEの代わりにDGを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例9と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは同水準となっている。
- [0116] 実施例5に比べて実施例11は、プリル状のヨウ素粒子を溶液中に導入して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例5と比べて金属リチウムとヨウ素の使用量が多く、溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは高くなっている。
- [0117] 実施例11に比べて実施例12はDMEを使用せず、DOLのみを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例11と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは同水準となっている。
- [0118] 実施例11に比べて実施例13はDOL、DMEを使用せず、代わりにMPNを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例11と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは同水準となっている。
- [0119] 実施例11に比べて実施例14はDOL、DMEを使用せず、代わりにEtOAcを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例11と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xと含水量Yは同水準となっている。
- [0120] 実施例11に比べて実施例15は金属リチウムとヨウ素の使用量が少なく、DOL、DMEを使用せず、代わりにEC、EMCを使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例11と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度Xが低く、含水量Yが小さくなっている。

- [0121] 実施例 1 1 に比べて実施例 1 6 は D O L、D M E を使用せず、代わりに A C を使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例 1 1 と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度 X と含水量 Y は同水準となっている。
- [0122] 実施例 1 1 に比べて実施例 1 7 は D O L、D M E を使用せず、代わりに G B L を使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例 1 1 と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度 X と含水量 Y は同水準となっている。
- [0123] 実施例 1 1 に比べて実施例 1 8 は金属リチウムとヨウ素の使用量が多く、D O L、D M E を使用せず、代わりに N M P を使用して調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例 1 1 と比べて溶液中ヨウ化リチウム濃度 X が高く、含水量 Y が大きくなっている。
- [0124] 実施例 1 9 は実施例 6 における金属リチウムの使用量が、ヨウ素 1 モルに対して 2. 1 モル未満となるように調整したヨウ化リチウム非水溶液であり、実施例 6 と比べて、溶液中ヨウ化リチウム濃度 X が低く、含水量 Y が大きくなっている。
- また、金属リチウムの使用量がヨウ素 1 モルに対して 2. 1 ~ 2 0. 0 モルである、金属リチウムとヨウ素の使用量が所定の関係を満たす実施例 1 ~ 1 8 は、上記所定の関係を満たさない実施例 1 9 と比べて収率がより高くなっていた。
- [0125] 比較例 1 - 1 は実施例 1 とヨウ化リチウム濃度が同程度となるように調整したヨウ化リチウム非水溶液であるが、実施例 1 と比べて含水量 Y が大きくなっている。比較例 1 - 2 は実施例 2 とヨウ化リチウム濃度が同程度となるように調整したヨウ化リチウム非水溶液であるが、実施例 2 と比べて含水量 Y が大きくなっている。比較例 1 - 1 及び比較例 1 - 2 のいずれも、ヨウ化リチウム単位当たりの含水量 (Y/X) で見ると実施例 1 及び 2 よりも大きくなっていることがわかる。
- 比較例 2 はヨウ化リチウム単位当たりの含水量 (Y/X) が大きくなっている。
- 比較例 3 はヨウ化リチウム単位当たりの含水量 (Y/X) は小さいが酸由来

成分が残存しているので好ましくない。

[0126] 実施例 3 及び 4 並びに実施例 20～33 のヨウ化リチウムは、含水量が少なく、比較例 1 及び 2 のヨウ化リチウムは含水量が多くなっている。

比較例 3 のヨウ化リチウムは含水量は少ないが、酸由来成分が残存しているので好ましくない。

[0127] 以下に、実施例におけるヨウ化リチウム非水溶液及びヨウ化リチウムの分析データについて説明する。

図 1 は、実施例 3 に係るヨウ化リチウムの XRD チャートである。

図 2 は、比較例 1 に係るヨウ化リチウムの XRD チャートである。

図 3 は、市販品のヨウ化リチウムの XRD チャートである。

[0128] 図 2 と図 3 を比較すると、XRD におけるピーク位置はほぼ同様である。すなわち、市販品のヨウ化リチウムと比較例 1 に係るヨウ化リチウムの構造は同様であり、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を含まないものである。

一方、図 1 には図 2 及び図 3 には表れないピークが多数みられる。このピークは、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物が存在していることを示唆している。

[0129] 図 4 は、実施例 3 に係るヨウ化リチウムの ^1H NMR チャートである。

このチャートには、非水溶媒である DME に起因するピーク（3.4 ppm : $-\text{OCH}_2-$ 、3.3 ppm : $\text{CH}_3\text{O}-$ ）が示されている。一方、ギ酸に起因するピーク（7.9～8.2 ppm）は示されていない（7.9 ppm に見られるピークは内標準物質の 1,4-トリフルオロメチルベンゼンである）。

このことから、実施例 3 に係るヨウ化リチウムが DME との非水溶媒和物を含み、ギ酸等の酸を含まないことがわかる。

[0130] 図 5 は、実施例 1 に係るヨウ化リチウム非水溶液の陰イオンクロマトグラフィーのチャートである。

図 6 は、図 5 と同条件で水のみを導入して測定したブランクの陰イオンクロマトグラフィーのチャートである。

図 5 には、21 min 付近にヨウ化物イオンのピークが観察される。16～

17 min 付近に見られるピークはブランクで見られるピークと同じであるのでノイズに相当する。すなわち、図5で観察されたピークのうち、有効なピークは21 min 付近に見られるヨウ化物イオンのピークのみである。

ヨウ化リチウム非水溶液中に酸由来成分が存在している場合は、ヨウ化物イオン以外のアニオン（例えばギ酸イオン）が観察されるはずであるが、ヨウ化物イオン以外のアニオンは観察されない。このことから、ヨウ化リチウム非水溶液中には酸由来成分が存在していないことが分かる。

[0131] 図7は、実施例1に係るヨウ化リチウム非水溶液の陽イオンクロマトグラフィーのチャートである。

図7には、5 min 付近にリチウムイオンのピークが観察され、その他のピークは観察されない。

図5に示す結果と合わせると、実施例1に係るヨウ化リチウム非水溶液中には、イオン化する成分としてヨウ化リチウムのみが存在していることが分かる。

産業上の利用可能性

[0132] 電池用途に使用可能な、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウム非水溶液、及び、含水量が少なくさらに酸の含有量も少ないヨウ化リチウムを提供することができる。

[0133] 本願は、2020年7月16日に出願された日本国特許出願2020-122068号を基礎として、パリ条約ないし移行する国における法規に基づく優先権を主張するものである。該出願の内容は、その全体が本願中に参照として組み込まれている。

請求の範囲

- [請求項1] 非水溶媒及びヨウ化リチウムを含有するヨウ化リチウム非水溶液であって、前記ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X （重量％）に対する前記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y （ppm）で定められる、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下であることを特徴とするヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項2] 前記ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X が5～70重量％である請求項1に記載のヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項3] 前記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y が200ppm未満である請求項1又は2に記載のヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項4] 前記非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項1～3のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項5] 前記非水溶媒が非プロトン性溶媒である請求項1～4のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項6] 前記非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項1～5のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液。
- [請求項7] 含水量が500ppm未満であり、酸由来成分の含有量が12000ppm以下であることを特徴とする、ヨウ化リチウム。
- [請求項8] 前記含水量が100ppm未満である、請求項7に記載のヨウ化リチウム。
- [請求項9] ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を含む、請求項7又は8に記載のヨウ化リチウム。
- [請求項10] 前記非水溶媒和物に含まれる非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケ

- トン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項 9 に記載のヨウ化リチウム。
- [請求項11] 前記非水溶媒和物に含まれる非水溶媒が非プロトン性溶媒である請求項 9 又は 10 に記載のヨウ化リチウム。
- [請求項12] 前記非水溶媒和物に含まれる非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項 9 ～ 11 のいずれかに記載のヨウ化リチウム。
- [請求項13] 結晶構造を有する、請求項 7 ～ 12 のいずれかに記載のヨウ化リチウム。
- [請求項14] アルコール以外の非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなることを特徴とする、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物。
- [請求項15] 前記アルコール以外の非水溶媒が、エーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項 14 に記載のヨウ化リチウムの非水溶媒和物。
- [請求項16] 前記アルコール以外の非水溶媒が非プロトン性溶媒である請求項 14 又は 15 に記載のヨウ化リチウムの非水溶媒和物。
- [請求項17] 前記アルコール以外の非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項 14 ～ 16 のいずれかに記載のヨウ化リチウムの非水溶媒和物。
- [請求項18] 結晶構造を有する、請求項 14 ～ 17 のいずれかに記載のヨウ化リチウムの非水溶媒和物。
- [請求項19] 非水溶媒中で金属リチウムとヨウ素を反応させることで、前記非水溶媒中でヨウ化リチウムを生成させ、ヨウ化リチウム非水溶液を得ることを特徴とする、ヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。

- [請求項20] ヨウ化リチウム非水溶液中のヨウ化リチウム濃度 X （重量％）に対する前記ヨウ化リチウム非水溶液中の含水量 Y （ppm）で定められる、ヨウ化リチウム単位あたりの含水量（ Y/X ）が7以下であり、酸由来成分の含有量が4000ppm以下であるヨウ化リチウム非水溶液を得る請求項19に記載のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。
- [請求項21] 前記金属リチウムの使用量が、前記ヨウ素1モルに対して2.1～20.0モルである、請求項19又は20に記載のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。
- [請求項22] 前記非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、ニトリル系溶媒、カーボネート系溶媒、ケトン系溶媒、アミド系溶媒、及び含硫黄系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項19～21のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。
- [請求項23] 前記非水溶媒が非プロトン性溶媒である請求項19～22のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。
- [請求項24] 前記非水溶媒がエーテル系溶媒、アセタール系溶媒、エステル系溶媒、及びアミド系溶媒からなる群から選ばれる少なくとも一種類を含有する、請求項19～23のいずれかに記載のヨウ化リチウム非水溶液の製造方法。
- [請求項25] 請求項19～24のいずれかに記載の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、含水量が500ppm未満であり、酸由来成分の含有量が12000ppm以下であるヨウ化リチウムを得ることを特徴とする、ヨウ化リチウムの製造方法。
- [請求項26] 前記乾燥工程が、前記ヨウ化リチウム非水溶液を不活性ガス雰囲気下にて減圧する工程を含む、請求項25に記載のヨウ化リチウムの製造方法。
- [請求項27] 前記乾燥工程が、前記ヨウ化リチウム非水溶液を不活性ガス雰囲気下にて0.1kPa以上5.0kPa以下にて減圧し、その際の雰囲気

温度を20℃以上100℃以下に保持する工程を含む、請求項26に記載のヨウ化リチウムの製造方法。

[請求項28] 請求項19～24のいずれかに記載の方法で得られたヨウ化リチウム非水溶液を乾燥させる乾燥工程を行い、非水溶媒と、ヨウ化リチウムとからなる、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物を得ることを特徴とする、ヨウ化リチウムの非水溶媒和物の製造方法。