

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 23.12.21.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 30.06.23 Bulletin 23/26.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥③ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN CENTRE DE
RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN Société
par actions simplifiée — FR.

⑦② Inventeur(s) : BRULIN Jérôme, IONICA BOUS-
QUET Costana, Mihaela, COEURET Xavier et
VINCENT Adrien.

⑦③ Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN CENTRE DE
RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN Société
par actions simplifiée.

⑦④ Mandataire(s) : SAINT-GOBAIN RECHERCHE.

⑤④ Conteneur revêtu par un revêtement spinelle MgAl₂O₄ et corindon.

⑤⑦ Conteneur dont la surface des parois intérieures sont
recouvertes au moins partiellement d'un revêtement pré-
sentant les phases cristallisées suivantes, en pourcentage
sur la base de la masse totale des phases cristallisées :

Spinelle MgAl₂O₄: 10% à 60%, et Phases cristallisées
autres que spinelle MgAl₂O₄ et corindon: < 10% Corindon:
complément à 100%.



Description

Titre de l'invention : Conteneur revêtu par un revêtement spinelle MgAl_2O_4 et corindon

Domaine technique

- [0001] La présente invention se rapporte à un conteneur dont la surface des parois intérieures est recouverte pour plus de 80% d'un revêtement et à l'utilisation dudit conteneur pour la fabrication d'une poudre d'oxydes comportant du lithium, en particulier un oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.

Technique antérieure

- [0002] Les besoins en batteries lithium-ion sont en constante augmentation. Un bon nombre d'entre elles comportent une partie, en général la cathode, en un oxyde comportant du lithium, notamment un oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés, en particulier LiFePO_4 (ou LPF), LiMn_2O_4 (ou LMO), ou un oxyde de lithium-nickel-cobalt-manganèse (ou NMC).
- [0003] La cathode est en général fabriquée par mise en forme d'une poudre dudit oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.
- [0004] Parmi les procédés classiques de fabrication desdites poudres, on trouve la réalisation d'un mélange d'oxydes et/ou de différents précurseurs d'oxydes, suivi d'un traitement thermique permettant de réaliser une synthèse en phase solide de l'oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés. Lors dudit traitement thermique, le mélange est disposé dans un conteneur, généralement appelé « sagger » en anglais. Les conditions de synthèse desdites poudres, ainsi que ledit mélange, en particulier les éléments contenant le lithium, sont particulièrement sollicitants pour le conteneur.
- [0005] Il existe un besoin pour augmenter la durée de vie desdits conteneurs.
- [0006] Un but de l'invention est de répondre, au moins partiellement, à ce besoin.

Exposé de l'invention

- [0007] Selon l'invention, on atteint ce but au moyen d'un conteneur, la surface des parois intérieures dudit conteneur étant recouverte partiellement, de préférence pour plus de 80%, et de préférence sur la totalité desdites parois intérieures, d'un revêtement présentant les phases cristallisées suivantes, en pourcentage en masse sur la base de la masse totale des phases cristallisées :
- [0008] – Spinelle MgAl_2O_4 : 10% à 60%, et
 – Phases cristallisées autres que spinelle MgAl_2O_4 et corindon : < 10%, et
 – Corindon : complément à 100%.
- [0009] Les inventeurs ont découvert que le conteneur revêtu selon invention présentait une dégradation plus faible lors de son utilisation, ce qui autorise une durée de vie plus im-

portante, et notamment un nombre plus important de cycles de fabrication de poudre d'oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.

[0010] Selon des modes de réalisation préférés mais non limitatifs de la présente invention, qui peuvent, le cas échéant, être combinés entre eux :

- [0011] – le revêtement présente en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées, une teneur en spinelle supérieure à 15%, de préférence supérieure à 20%, de préférence supérieure à 25%, de préférence supérieure à 35% et/ou inférieure à 55%, de préférence inférieure à 50% ;
- le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, en masse, d'oxyde(s), de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borure(s), et leurs mélanges ;
- le revêtement présente une épaisseur supérieure à 50 μm , de préférence supérieure à 100 μm , de préférence supérieure à 200 μm , de préférence supérieure à 300 μm et inférieure à 2000 μm , de préférence inférieure à 1500 μm , de préférence inférieure à 1000 μm , de préférence inférieure à 800 μm ;
- la surface des parois intérieures recouvertes comprend le fond dudit conteneur et la partie des côtés se trouvant au contact dudit fond ;
- la surface des parois intérieures est recouverte pour plus de 85%, de préférence pour plus de 90%, de préférence pour plus de 95% ;
- le revêtement s'étend sur sensiblement la totalité de la surface des parois intérieures dudit conteneur ;
- le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, d'oxyde(s),
- le conteneur comporte Al_2O_3 , MgO , ZrO_2 , SiO_2 , Y_2O_3 , et leurs mélanges ;
- le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en Al_2O_3 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en SiO_2 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de

- préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
- le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
 - le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
 - le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, en pourcentages en masse sur la base de la masse des phases cristallisées, de corindon, de spinelle MgAl_2O_4 , de cordiérite, de mullite, de zircone, optionnellement stabilisée, de périclase, et leurs mélanges ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, en pourcentages en masse, au total et sur la base de la masse des phases cristallisées, de corindon ou de mullite ou d'un mélange de corindon et de cordiérite ou d'un mélange de corindon et de mullite ou d'un mélange de corindon et de spinelle MgAl_2O_4 ou d'un mélange de corindon et de cordiérite et de spinelle, ou d'un mélange de corindon et de zircone ou d'un mélange de corindon et de mullite et de zircone ou d'un mélange de cordiérite et de mullite ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borures et leurs mélanges ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, de préférence de carbure(s), de nitrure(s), de SiAlON et leurs mélanges ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, en masse, de carbure de silicium, de nitrure de silicium, de SiAlON, et leurs mélanges. ;
 - le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, en masse, d'un mélange de carbure de silicium et de nitrure de silicium ;
 - le conteneur présente un périmètre choisi parmi un polygone, un cercle ou une ellipse ;
 - le conteneur comporte un fond et au moins un côté, de préférence présentant une épaisseur moyenne inférieure à 20 mm et supérieure à 2 mm ;
 - le conteneur présente un volume supérieur à 0,1 litre et inférieur à 25 litres.

[0012] L'invention concerne aussi l'utilisation d'un conteneur revêtu selon l'invention pour la fabrication d'une poudre d'oxydes comportant du lithium, en particulier un oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.

Définitions

- [0013] – Par « céramique », on entend un produit qui n'est ni métallique, ni organique. Dans le cadre de la présente invention, le carbone est considéré comme un produit céramique.
- Par « revêtement », on entend une couche de matériau(x) de nature différente du support qu'est le conteneur.
- Par « précurseur » d'un oxyde cristallisé, on entend un ou plusieurs matériaux, qui vont conduire, après traitement thermique à une température supérieure à 1100°C, de préférence sous air, audit oxyde cristallisé. Par exemple, un précurseur de corindon peut être une alumine de transition ou une boehmite ou un tri-hydroxyde d'aluminium.
- Dans un souci de clarté, on utilise les formules chimiques des oxydes simples pour désigner les teneurs de ces oxydes dans une composition. Par exemple, « MgO » ou « Al₂O₃ » désignent les teneurs en ces oxydes simples dans la composition considérée, alors que « magnésie », et « alumine » sont utilisés pour désigner la présence effective des phases de ces oxydes constituées de MgO et Al₂O₃, respectivement.
- Par « corindon », on entend classiquement une alumine sous la forme cristallographique rhomboédrique.
- [0014] – Un « sialon », SiAlON, est un composé d'oxynitride d'au moins les éléments Si, Al et N, en particulier d'un composé respectant l'une des formules suivantes :
- [0015] – Si_xAl_yO_uN_v, dans laquelle :
- x est supérieur ou égal à 0, supérieur à 0,05, supérieur à 0,1 ou supérieur à 0,2, et inférieur ou égal à 1, inférieur ou égal à 0,8 ou inférieur ou égal à 0,4,
 - y est supérieur ou égal à 0, ou supérieur à 0,1, supérieur à 0,3 ou supérieur à 0,5, et inférieur ou égal à 1,
 - u est supérieur à 0, supérieur à 0,1 ou supérieur à 0,2, et inférieur ou égal à 1 ou inférieur ou égal à 0,7,
 - v est supérieur à 0, supérieur à 0,1, supérieur à 0,2 ou supérieur à 0,5, ou supérieur à 0,7, et inférieur ou égal à 1,
 - x+y > 0,
- [0016] x, y, u et v étant des indices stœchiométriques et normalisés par rapport à celui qui est le plus élevé, rendu égal à 1 ;
- [0017] – Me_xSi_{12-(m+n)}Al_(m+n)O_nN_{16-n}, avec 0 ≤ x ≤ 2, Me un cation choisi parmi les cations de lanthanides, Fe, Y, Ca, Li et leurs mélanges, 0 ≤ m ≤ 12, 0 ≤ n ≤ 12 et 0 < n+m ≤ 12, généralement appelés « α'-SiAlON » ou « SiAlON-α' »
- Sauf mention contraire, toutes les teneurs en oxydes sont des pourcentages

massiques sur la base des oxydes. Une teneur massique d'un oxyde d'un élément métallique se rapporte à la teneur totale de cet élément exprimée sous la forme de l'oxyde le plus stable, selon la convention habituelle de l'industrie.

- La somme de teneurs d'oxydes n'implique pas la présence de tous ces oxydes.
- « comporter » ou « comprendre » doivent être interprétés de manière non limitative, dans le sens où d'autres éléments que ceux indiqués peuvent être présents.

Description détaillée

Conteneur

- [0018] Le conteneur est de préférence en céramique.
- [0019] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence plus de 99,5%, en masse, d'oxyde(s), de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borure(s), et leurs mélanges.
- [0020] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence plus de 99,5%, en masse :
- [0021] – d'oxyde(s), ou
- de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borures et leurs mélanges, de préférence de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s) et leurs mélanges, de préférence de carbure(s), de nitrure(s), de SiAlON et leurs mélanges, de préférence de carbure(s), de nitrure(s) et leurs mélanges, de préférence de carbure de silicium, de nitrure de silicium et leurs mélanges.
- [0022] Dans un premier mode de réalisation, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence plus de 99,5%, en masse d'oxyde(s).
- [0023] De préférence le ou lesdits oxydes sont choisis parmi ou comportent Al_2O_3 , MgO , ZrO_2 , SiO_2 , Y_2O_3 , et leurs mélanges.
- [0024] De préférence, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO}+\text{ZrO}_2+\text{SiO}_2+\text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0025] De préférence, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO}+\text{ZrO}_2+\text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0026] De préférence encore, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{MgO}+\text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0027] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en Al_2O_3 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence

supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.

- [0028] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en SiO_2 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0029] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0030] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0031] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0032] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0033] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0034] Dans un mode de réalisation dudit premier mode de réalisation, le conteneur présente une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, de préférence supérieure à 98%, de préférence supérieure à 99%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.
- [0035] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, au total, en pourcentages en masse sur la base de la masse des phases cristallisées, de corindon, de spinelle MgAl_2O_4 , de cordiérite, de mullite, de zircone, optionnellement stabilisée, de périclase, et leurs mélanges. De préférence encore, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence plus de 99,5%, au total, en pourcentages en masse sur la base de la masse des phases cristallisées, de corindon, de spinelle MgAl_2O_4 , de cordiérite, de mullite, de zircone, optionnellement stabilisée, et leurs mélanges.

- [0036] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, en pourcentages en masse sur la base de la masse des phases cristallisées, de corindon ou de mullite ou d'un mélange de corindon et de cordiérite ou d'un mélange de corindon et de mullite ou d'un mélange de corindon et de spinelle $MgAl_2O_4$ ou d'un mélange de corindon et de cordiérite et de spinelle, ou d'un mélange de corindon et de zircon ou d'un mélange de corindon et de mullite et de zircon ou d'un mélange de cordiérite et de mullite.
- [0037] Dans un deuxième mode de réalisation, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de préférence plus de 99,5%, de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borures et leurs mélanges, de préférence de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s) et leurs mélanges, de préférence de carbure(s), de nitrure(s), de SiAlON et leurs mélanges.
- [0038] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 98%, de préférence plus de 99%, en masse, de carbure de silicium, de nitrure de silicium, de SiAlON, et leurs mélanges.
- [0039] Dans un mode de réalisation dudit deuxième mode de réalisation, le conteneur comporte plus de 90% de carbure de silicium et le complément comporte du silicium métallique.
- [0040] De préférence encore, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 98%, de préférence plus de 99%, en masse, de carbure de silicium, de nitrure de silicium, et leurs mélanges.
- [0041] Dans un mode de réalisation dudit deuxième mode de réalisation, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 98%, de préférence plus de 99%, en masse, de carbure de silicium.
- [0042] Dans un mode de réalisation dudit deuxième mode de réalisation, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 98%, de préférence plus de 99%, en masse, d'un mélange de carbure de silicium et de nitrure de silicium, de préférence, le rapport massique de la quantité de carbure de silicium sur la quantité de nitrure de silicium étant supérieure à 1, de préférence supérieure à 2 et inférieur à 10, de préférence inférieur à 8, de préférence inférieur à 6.
- [0043] De préférence, le conteneur comporte plus de 90%, de préférence plus de 95%, au total, en pourcentages en masse sur la base de la masse des phases cristallisées :
- [0044] – de corindon, de spinelle $MgAl_2O_4$, de cordiérite, de mullite, de zircon, optionnellement stabilisée, de périclase, et leurs mélanges, de préférence de corindon, de spinelle $MgAl_2O_4$, de cordiérite, de mullite, de zircon, optionnellement stabilisée, et leurs mélanges, de préférence de corindon, de spinelle, de cordiérite et leurs mélange, ou
- de carbure de silicium, de nitrure de silicium, et leurs mélanges.

- [0045] Le conteneur peut présenter une forme quelconque.
- [0046] Le périmètre dudit conteneur selon l'invention peut être choisi parmi un polygone, en particulier un rectangle et un carré, un cercle ou une ellipse.
- [0047] De préférence, le conteneur selon l'invention comporte un fond et au moins un côté, de préférence présentant une épaisseur moyenne, de préférence inférieure à 20 mm, de préférence inférieure à 15 mm, voire inférieure à 10 mm, ou/ou de préférence supérieure à 2 mm, de préférence supérieure à 4 mm, de préférence supérieure à 5 mm.
- [0048] Dans un mode de réalisation, le fond dudit conteneur présente une épaisseur plus importante que celle de son côté, de préférence 10% supérieure, de préférence 20% supérieure, de préférence 30% supérieure.
- [0049] Dans un mode de réalisation, le fond et le côté dudit conteneur présentent une différence d'épaisseur inférieure à 10%, de préférence inférieure à 5%. De préférence, dans ledit mode de réalisation, le fond dudit conteneur présente une épaisseur sensiblement identique à celle de son côté.
- [0050] Dans un mode de réalisation, l'épaisseur des parois n'est pas constante. De préférence, l'épaisseur des côtés est plus importante du côté du fond de conteneur. De préférence, la partie des côtés se trouvant au contact du fond du conteneur présente une épaisseur supérieure de 10% à l'épaisseur de la partie des côtés situés à l'opposé du fond du conteneur.
- [0051] Dans un mode de réalisation, le conteneur présente une longueur, c'est-à-dire une plus grande longueur inférieure à 500 mm, de préférence inférieure à 400 mm, ou/ou de préférence supérieure à 100 mm, de préférence supérieure à 200 mm, et une largeur, c'est-à-dire la plus petite dimension mesurée perpendiculairement à la longueur inférieure à 500 mm, de préférence inférieure à 400 mm, ou/ou de préférence supérieure à 100 mm, de préférence supérieure à 200 mm.
- [0052] Dans un mode de réalisation, l'angle entre le fond du conteneur et ledit au moins un côté est égal à 90°. Dans un mode de réalisation ledit angle est supérieur à 90° et inférieur à 100°.
- [0053] Dans un mode de réalisation, le conteneur présente un diamètre inférieur à 500 mm, de préférence inférieur à 400 mm, ou/ou de préférence supérieur à 100 mm, de préférence supérieur à 200 mm.
- [0054] De préférence, le conteneur présente un volume supérieur à 0,1 litre, de préférence supérieur à 1 litre, de préférence supérieur à 2 litres, de préférence supérieur à 3 litres et/ou de préférence inférieur à 25 litres, de préférence inférieur à 20 litres, de préférence inférieur à 15 litres.
- [0055] Dans un mode de réalisation préféré, le fond et les côtés du conteneur forment un ensemble monolithique. Autrement dit, lesdits fond et côtés sont une seule et même pièce, le raccordement entre le fond et les côtés comportant un rayon, de préférence

supérieur à 5 mm, de préférence supérieur à 10 mm, de préférence supérieur à 20 mm.

- [0056] Dans un mode de réalisation, le conteneur est un assemblage de différentes parties, par exemple des plaques, la liaison entre lesdites différentes parties pouvant notamment être réalisées à l'aide d'assemblage de type tenon-mortaise, et/ou d'assemblage en suspensoir, et/ou d'encastrement (utilisant notamment des encoches ou des rainures), et/ou de chevilles céramiques, et/ou de vis céramiques et/ou de rivets céramiques, et/ou de clavettes céramiques.

Revêtement

- [0057] Le revêtement présente les phases cristallisées suivantes, en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées :
- [0058] – Spinelles MgAl_2O_4 : 10% à 60%, et
 – Phases cristallisées autres que spinelle MgAl_2O_4 et corindon : < 10%
 – Corindon : complément à 100%.
- [0059] Les phases cristallisées présentes dans le revêtement peuvent classiquement être mises en évidence par diffraction des rayons X sur ledit revêtement.
- [0060] L'acquisition du diagramme de diffraction est réalisée avec un appareil du type D8 Endeavor de la société Bruker, sur un domaine angulaire 2θ compris entre 5° et 80° , avec un pas de $0,01^\circ$, et un temps de comptage de 0,34 s/pas. L'optique avant comporte une fente primaire de $0,3^\circ$ et une fente de Soller de $2,5^\circ$. L'échantillon est en rotation sur lui-même à une vitesse égale à 5 tr/min, avec utilisation du couteau automatique. L'optique arrière comporte une fente de Soller de $2,5^\circ$, un filtre nickel de 0,0125 mm et un détecteur 1D avec une ouverture égale à 4° .
- [0061] Les diagrammes de diffraction sont ensuite analysés qualitativement à l'aide du logiciel EVA et de la base de données ICDD2016.
- [0062] Une fois les phases présentes mises en évidence, les diagrammes de diffraction sont analysés quantitativement avec le logiciel High Score Plus par affinement Rietveld selon la stratégie suivante :
- [0063] - Un affinement du signal de fond est réalisé à l'aide de la fonction « treatment », « determine background » avec les choix suivants : « bending factor » égal à 1 et « granularity » égal à 40 ;
- [0064] - Classiquement, les fiches ICDD des phases présentes mises en évidence et quantifiables sont sélectionnées, et donc prises en compte dans l'affinement ;
- [0065] - Un affinement automatique est ensuite réalisé en sélectionnant le signal de fond déterminé précédemment « use available background » et en sélectionnant le mode « automatic : option phase fit-default Rietveld » ;
- [0066] - Un affinement manuel du paramètre « B overall » de toutes les phases sélectionnées est ensuite effectué de manière simultanée.
- [0067] Les inventeurs ont mis en évidence qu'un tel revêtement permettait d'augmenter la

durée de vie du conteneur lors de la fabrication d'une poudre d'oxydes comportant du lithium, en particulier un oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.

- [0068] Les inventeurs ont également mis en évidence qu'un revêtement présentant une teneur en spinelle MgAl_2O_4 supérieure à 60% présentait une fissuration et/ou un décollement de la surface du conteneur lors de la montée à la température d'utilisation qui ne permettait pas au conteneur présentant un tel revêtement de présenter une durée de vie améliorée.
- [0069] Un conteneur revêtu comportant un revêtement présentant une teneur en spinelle MgAl_2O_4 inférieure à 10% ne présente pas une durée de vie améliorée.
- [0070] De préférence, le revêtement présente une teneur en spinelle MgAl_2O_4 supérieure à 15%, de préférence supérieure à 20%, de préférence supérieure à 25%, de préférence supérieure à 30%, de préférence supérieure à 35%, et de préférence inférieure à 55%, de préférence inférieure à 50%, en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées.
- [0071] De préférence, le revêtement présente une teneur en phases cristallisées autres que spinelle MgAl_2O_4 et corindon inférieure à 8%, de préférence inférieure à 5%, en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées. De préférence, le revêtement présente une teneur en phases cristallisées autres que spinelle MgAl_2O_4 et corindon sensiblement nulle.
- [0072] De préférence, le revêtement présente une quantité de phases amorphes inférieure à 10%, de préférence inférieure à 5%, de préférence sensiblement nulle.
- [0073] De préférence, le revêtement présente la composition chimique suivante, en pourcentage en masse sur la base des oxydes :
- [0074] – MgO : > 2,8%, de préférence > 4%, de préférence > 5,5%, de préférence > 7%, de préférence > 8,5%, et de préférence < 16,9%, de préférence < 15,5%, de préférence < 14%, et/ou
- Al_2O_3 : > 73,1%, de préférence > 75%, de préférence > 78%, de préférence > 80%, de préférence > 83%, et de préférence < 97%, de préférence < 95%, de préférence < 92%, de préférence < 90%, et/ou
- Oxydes autres que MgO et Al_2O_3 : < 10%, de préférence < 8%, de préférence < 6%, de préférence < 5%, de préférence < 3%, de préférence < 1%, de préférence < 0,5%.
- [0075] De préférence, le revêtement est constitué pour plus de 90%, de préférence pour plus de 95%, de préférence pour plus de 98%, de préférence pour plus de 99%, de préférence pour plus de 99,5% en masse d'oxydes. De préférence le revêtement est essentiellement constitué d'oxydes.
- [0076] L'épaisseur dudit revêtement est de préférence supérieure à 50 μm , de préférence supérieure à 100 μm , de préférence supérieure à 200 μm , de préférence supérieure à 300

µm, voire supérieure à 400 µm, voire supérieure à 500 µm, voire supérieure à 600 µm et/ou de préférence inférieure à 2000 µm, de préférence inférieure à 1500 µm, de préférence inférieure à 1000 µm, de préférence inférieure à 800 µm.

- [0077] De préférence, la surface des parois intérieures recouvertes comprend le fond du conteneur et la partie des côtés se trouvant au contact dudit fond. Autrement dit, le revêtement s'étend sur la partie inférieure intérieure des côtés du conteneur, le conteneur étant considéré dans sa position de fonctionnement, ladite partie étant celle en contact avec les poudres lors de l'utilisation dudit conteneur.
- [0078] De préférence, la surface des parois intérieures du conteneur est recouverte pour plus de 85%, de préférence pour plus de 90%, de préférence pour plus de 95%, de préférence pour plus de 96%, de préférence pour plus de 98%, de préférence pour plus de 99% dudit revêtement. De préférence le revêtement s'étend sur sensiblement la totalité de la surface des parois intérieures du conteneur.
- [0079] De préférence, au moins une partie, de préférence la totalité de la surface de la paroi extérieure du fond est recouverte du revêtement.
- [0080] Dans un mode de réalisation, plus de 90%, de préférence plus de 95%, de préférence plus de 99%, de la surface totale des parois du conteneur est recouverte du revêtement.
- [0081] Le revêtement peut être appliqué sur au moins une partie de la surface des parois intérieures du conteneur selon toute technique connue de l'homme du métier, en particulier par application au pinceau, par pulvérisation, en particulier une pulvérisation humide, par imprégnation sous vide, par immersion. De préférence le revêtement est par pulvérisation humide d'une suspension comportant une ou plusieurs poudres de spinelle MgAl_2O_4 et une ou plusieurs poudres de corindon ou de précurseur de corindon. De préférence, la suspension ne comporte pas de poudres de précurseur de corindon.
- [0082] De préférence le revêtement a subi un traitement thermique avant son utilisation, la température maximale atteinte lors dudit traitement thermique étant de préférence supérieure à 1100°C, de préférence supérieure à 1200°C, et de préférence inférieure à 1500°C, de préférence inférieure à 1400°C.
- [0083] De préférence le temps de maintien à ladite température maximale est supérieur à 0,5 heures, et inférieur à 5 heures, de préférence inférieur à 2 heures.

Revendications

[Revendication 1]

Conteneur dont la surface des parois intérieures sont recouvertes au moins partiellement, de préférence pour plus de 80%, d'un revêtement présentant les phases cristallisées suivantes, en pourcentage et sur la base de la masse totale des phases cristallisées :

- Spinelle MgAl_2O_4 : 10% à 60%, et
- Phases cristallisées autres que spinelle MgAl_2O_4 et corindon : < 10%
- Corindon : complément à 100%.

[Revendication 2]

Conteneur selon la revendication précédente :

- dans lequel le revêtement présente en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées, une teneur en spinelle supérieure à 15% et/ou inférieure à 55%, et/ou
- comportant plus de 90%, en masse, d'oxyde(s), de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borure(s), et leurs mélanges, et/ou
- dans lequel l'épaisseur dudit revêtement est supérieure à 50 μm et inférieure à 2000 μm , et/ou
- dont la surface des parois intérieures recouvertes par ledit revêtement comprend le fond dudit conteneur et la partie des côtés se trouvant au contact dudit fond, et/ou
- dont la surface des parois intérieures est recouverte pour plus de 85% par ledit revêtement.

[Revendication 3]

Conteneur selon la revendication 1 ou 2 :

- dans lequel le revêtement présente en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées, une teneur en spinelle supérieure à 20% et/ou inférieure à 50%, et/ou
- comportant plus de 95%, en masse, d'oxyde(s), de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borure(s), et leurs mélanges, et/ou
- dans lequel l'épaisseur dudit revêtement est supérieure à 100 μm et inférieure à 1500 μm , et/ou
- dont la surface des parois intérieures est recouverte pour plus de 90% par ledit revêtement.

[Revendication 4]

Conteneur selon l'une des revendications 1 à 3 :

- dans lequel le revêtement présente en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées, une teneur en spinelle supérieure à 25%, et/ou

- comportant plus de 99%, en masse, d'oxyde(s), de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borure(s), et leurs mélanges, et/ou
- dans lequel l'épaisseur dudit revêtement est supérieure à 200 μm et inférieure à 1000 μm , et/ou
- dont la surface des parois intérieures est recouverte pour plus de 95% par ledit revêtement.

[Revendication 5]

Conteneur selon l'une des revendications précédentes

- dans lequel le revêtement présente en pourcentage en masse sur la base des phases cristallisées, une teneur en spinelle supérieure à 35%, et/ou
- dans lequel l'épaisseur dudit revêtement est supérieure à 300 μm et inférieure à 800 μm , et/ou
- dont le revêtement s'étend sur sensiblement la totalité de la surface des parois intérieures dudit conteneur.

[Revendication 6]

Conteneur selon l'une des revendications précédentes, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, d'oxyde(s).

[Revendication 7]

Conteneur selon la revendication précédente comportant Al_2O_3 , MgO , ZrO_2 , SiO_2 , Y_2O_3 , et leurs mélanges.

[Revendication 8]

Conteneur selon l'une des revendications précédentes présentant une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.

[Revendication 9]

Conteneur selon l'une des revendications précédentes présentant

- une teneur en Al_2O_3 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en SiO_2 supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Y}_2\text{O}_3$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes, ou
- une teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ supérieure à 90%, de préférence supérieure à 95%, en pourcentage en masse sur la base des oxydes.

- [Revendication 10] Conteneur selon l'une des revendications précédentes, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95%, au total et en pourcentages sur la base de la masse totale des phases cristallisées, de corindon, de spinelle MgAl_2O_4 , de cordiérite, de mullite, de zircon, optionnellement stabilisée, de périclase, et leurs mélanges.
- [Revendication 11] Conteneur selon la revendication précédente, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95%, au total et en pourcentages sur la base de la masse totale des phases cristallisées, de corindon ou de mullite ou d'un mélange de corindon et de cordiérite ou d'un mélange de corindon et de mullite ou d'un mélange de corindon et de spinelle MgAl_2O_4 ou d'un mélange de corindon et de cordiérite et de spinelle, ou d'un mélange de corindon et de zircon ou d'un mélange de corindon et de mullite et de zircon ou d'un mélange de cordiérite et de mullite.
- [Revendication 12] Conteneur selon l'une des revendications 1 à 5, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, de carbure(s), de nitrure(s), d'oxynitrure(s), de borures et leurs mélanges.
- [Revendication 13] Conteneur selon la revendication précédente, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95% en masse, au total, de carbure(s), de nitrure(s), de SiAlON et leurs mélanges.
- [Revendication 14] Conteneur selon la revendication précédente, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95%, en masse et au total, de carbure de silicium, de nitrure de silicium, de SiAlON, et leurs mélanges.
- [Revendication 15] Conteneur selon la revendication précédente, comportant plus de 90%, de préférence plus de 95%, en masse, d'un mélange de carbure de silicium et de nitrure de silicium.
- [Revendication 16] Conteneur selon l'une des revendications précédentes,
 - présentant un périmètre choisi parmi un polygone, un cercle ou une ellipse, et/ou
 - comportant un fond et au moins un côté, de préférence présentant une épaisseur moyenne inférieure à 20 mm et supérieure à 2 mm, et/ou
 - présente un volume supérieur à 0,1 litre et inférieur à 25 litres.
- [Revendication 17] Utilisation d'un conteneur selon l'une des revendications précédentes, pour la fabrication d'une poudre d'oxyde comportant du lithium, en particulier un oxyde d'un métal ou de plusieurs métaux de transition lithiés.

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 902755
FR 2114402

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	CN 103 884 190 A (KYODO FINE CERAMICS CO LTD) 25 juin 2014 (2014-06-25)	1-11, 16, 17	B01L3/04 B65D25/14 C23C4/11 C04B35/44 C04B35/10 H01M10/04
Y	* alinéas [0001], [0007], [0031], [0032]; revendications 1-10; figures 1,2; exemple 9; tableau 1 * -----	12-15	
X	CN 108 083 823 A (UNIV ZHEJIANG) 29 mai 2018 (2018-05-29)	1-11, 16, 17	
Y	* revendications 6-10; exemples 13-15, 28-30, 35 * -----	12-15	
X	EP 0 005 482 A1 (VEITSCHER MAGNESITWERKE AG [AT]) 28 novembre 1979 (1979-11-28)	1-5, 16	
Y	* page 2, ligne 5 - ligne 8; exemples 1-10, A, B * -----	6-15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C04B B01L H01M F27D F27B
Y	FR 2 997 419 A1 (SAINT GOBAIN CT RECHERCHES [FR]) 2 mai 2014 (2014-05-02) * page 5, ligne 29 - page 6, ligne 14 * -----	6-15	
A	CN 112 979 294 A (UNIV CENTRAL SOUTH) 18 juin 2021 (2021-06-18) * revendications 1-10; exemples 1-5 * -----	1-17	
A	CN 111 574 227 A (HUNAN HUAXIN NEW MAT CO LTD) 25 août 2020 (2020-08-25) * revendications 1-10; exemples 1, 2 * -----	1-17	
A	CN 113 773 067 A (CHANGSHA ZHONGCI NEW MATERIAL TECH CO LTD) 10 décembre 2021 (2021-12-10) * revendications 1-7; exemples 1-6 * -----	1-17	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
19 juillet 2022		Bonneau, Sébastien	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2114402 FA 902755**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **19-07-2022**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
CN 103884190 A	25-06-2014	CN 103884190 A JP 2014118339 A TW 201425262 A	25-06-2014 30-06-2014 01-07-2014
CN 108083823 A	29-05-2018	AUCUN	
EP 0005482 A1	28-11-1979	AT 358455 B EP 0005482 A1 ES 480473 A1	10-09-1980 28-11-1979 16-02-1980
FR 2997419 A1	02-05-2014	FR 2997419 A1 WO 2014068230 A1	02-05-2014 08-05-2014
CN 112979294 A	18-06-2021	AUCUN	
CN 111574227 A	25-08-2020	AUCUN	
CN 113773067 A	10-12-2021	AUCUN	