(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2023-551108
(P2023-551108A)
(43)公表日　令和5年12月7日(2023.12.7)

(51)国際特許分類		FI			テーマコード（参考）
C01G 53/00 (2006.01)		C01G	53/00		4G048
C22B 3/04 (2006.01)		C22B	3/04		4K001
C22B 3/44 (2006.01)		C22B	3/44	101A	5H031
C22B 3/42 (2006.01)		C22B	3/44	101Z	
C22B 3/26 (2006.01)		C22B	3/42		

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全39頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2023-527332(P2023-527332)
(86)(22)出願日　令和3年11月3日(2021.11.3)
(85)翻訳文提出日　令和5年7月7日(2023.7.7)
(86)国際出願番号　PCT/CA2021/051557
(87)国際公開番号　WO2022/094706
(87)国際公開日　令和4年5月12日(2022.5.12)
(31)優先権主張番号　63/109,227
(32)優先日　令和2年11月3日(2020.11.3)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　516029001
ハッチ リミテッド
カナダ国、オンタリオ州 エル５ケー ２ アール７、ミシサガ スピークマン ドライブ ２８００
(74)代理人　100169904
弁理士　村井 康司
(74)代理人　100217412
弁理士　小林 亜子
(72)発明者　ロバート ジョン フレイザー
カナダ，オンタリオ州 エル６ジェイ ３ヴィ９，オークヴィル、ワトソン アヴェニュー ３９７
(72)発明者　ヘンリー クリスチャン インモ フォンシュレーター
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　金属硫酸塩を結晶化するための処理方法

(57)【要約】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、カルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む原料を前処理することであって、浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、原料から不純物のいずれかの第１の部分を選択的に抽出すること、及び非結晶化金属硫酸塩及びあらゆる残留する不純物を含む浸出溶液を形成することを伴う、前処理すること；並びに／又は浸出溶液を精製し、且つ残留する不純物のいずれかの第２の部分を除去すること；並びに浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することを伴う処理方法。このように処理された結晶化金属硫酸塩は、電池グレード又は電気めっきグレードであり得る。

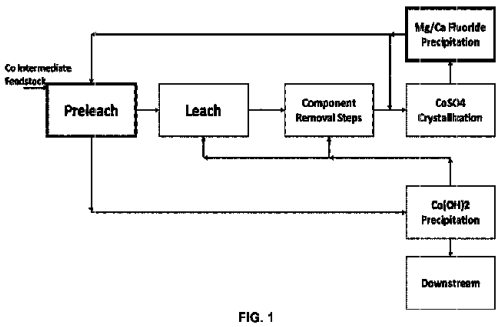


FIG. 1

【特許請求の範囲】
【請求項１】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することであって、
浸出剤の存在下で前記原料を前浸出すること、
前記原料から前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び
前浸出された原料を形成すること
を含む、前処理することと；
前記前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む処理方法。
【請求項２】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することであって、
浸出剤の存在下で前記原料を前浸出すること、
前記原料から前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び
前浸出された原料を形成すること
を含む、前処理することと；
前記前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法。
【請求項３】
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することは、
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む、請求項２に記載の方法。
【請求項４】
前記原料からの前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の前記第１の部分は、前記原料中の前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％を含む、請求項１～３のいずれか一項に記載の方法。
【請求項５】
前記浸出剤は、酸性水溶液、濃縮された硫酸コバルト溶液又はそれらの組合せである、請求項１～４のいずれか一項に記載の方法。
【請求項６】
前記酸性水溶液は、硫酸を含む、請求項５に記載の方法。

【請求項７】
非結晶化金属硫酸塩を含む前記浸出溶液は、前記原料からの前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び前記精製することは、
フッ化物源を前記浸出溶液に加えることと、
前記フッ化物源を前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の前記第２の部分と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成することと、
前記浸出溶液から前記カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させることと
を含む、請求項１～６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項８】
前記フッ化物源は、フッ化水素、フッ化ナトリウム、フッ化コバルト、フッ化アンモニウム又はそれらの組合せである、請求項７に記載の方法。
【請求項９】
前記浸出溶液から残留フッ化物源を除去することをさらに含み、前記除去することは、
前記残留フッ化物源をカルシウム源と選択的に反応させ、且つカルシウムフッ化物化合物を形成することと、
前記浸出溶液から前記カルシウムフッ化物化合物を沈殿させることと
を含む、請求項７又は８に記載の方法。
【請求項１０】
前記カルシウム源は、石灰石、石灰、石こう又はそれらの組合せである、請求項９に記載の方法。
【請求項１１】
イオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、残留カルシウム源を除去することをさらに含む、請求項９又は１０に記載の方法。
【請求項１２】
非結晶化金属硫酸塩を含む前記浸出溶液は、前記原料からの前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び前記精製することは、
前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の前記第２の部分を溶媒抽出試薬上又はその中に選択的に溶媒抽出することと、
前記溶媒抽出試薬から前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物をスクラビングすることと
を含む、請求項１～１１のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１３】
前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の前記第２の部分は、前記浸出溶液中の前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％を含む、請求項１～１２のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１４】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びに前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
フッ化物源を前記浸出溶液に加えること、
前記フッ化物源を前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成すること、及び
前記浸出溶液から前記カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させること
を含む、精製することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩

を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む処理方法。
【請求項１５】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びに前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
フッ化物源を前記浸出溶液に加えること、
前記フッ化物源を前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成すること、及び
前記浸出溶液から前記カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させること
を含む、精製することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法。
【請求項１６】
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することは、
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む、請求項１５に記載の方法。
【請求項１７】
前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の前記一部は、前記浸出溶液中の前記カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％を含む、請求項１４～１６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１８】
前記フッ化物源は、フッ化水素、フッ化ナトリウム、フッ化コバルト、フッ化アンモニウム又はそれらの組合せである、請求項１４～１７のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１９】
前記浸出溶液から残留フッ化物源を除去することをさらに含み、前記除去することは、
前記残留フッ化物源をカルシウム源と選択的に反応させ、且つカルシウムフッ化物化合物を形成することと、
前記浸出溶液から前記カルシウムフッ化物化合物を沈殿させることと
を含む、請求項１４～１８のいずれか一項に記載の方法。
【請求項２０】
前記カルシウム源は、石灰石、石灰、石こう又はそれらの組合せである、請求項１９に記載の方法。
【請求項２１】
イオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、残留カルシウム源を除去することをさらに含む、請求項１９又は２０に記載の方法。

【請求項２２】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を前処理することであって、
浸出剤の存在下で前記原料を前浸出すること、
前記原料から前記リチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び
前浸出された原料を形成すること
を含む、前処理することと；
前記前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む処理方法。
【請求項２３】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を前処理することであって、
浸出剤の存在下で前記原料を前浸出すること、
前記原料から前記リチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び
前浸出された原料を形成すること
を含む、前処理することと；
前記前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法。
【請求項２４】
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することは、
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む、請求項２３に記載の方法。
【請求項２５】
前記リチウム不純物の前記第１の部分は、前記原料中の前記リチウム不純物の約２０％～約７０％を含む、請求項２２～２４のいずれか一項に記載の方法。
【請求項２６】
前記浸出剤は、水溶液、酸化剤を含む水溶液、酸性水溶液又は酸化剤を含む酸性水溶液である、請求項２２～２５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項２７】
前記酸性水溶液は、硫酸を含む、請求項２６に記載の方法。
【請求項２８】
前記酸化剤は、過硫酸ナトリウム、オゾン又は次亜塩素酸ナトリウムを含む、請求項２６又は２７に記載の方法。
【請求項２９】

非結晶化金属硫酸塩を含む前記浸出溶液は、前記原料からの前記リチウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び前記精製することは、
直接リチウム抽出によって前記リチウム不純物の前記第２の部分を選択的に抽出すること
を含む、請求項２２～２８のいずれか一項に記載の方法。
【請求項３０】
前記リチウム不純物の前記第２の部分は、前記浸出溶液中の前記リチウム不純物の約５０％～約９９％を含む、請求項２９に記載の方法。
【請求項３１】
直接リチウム抽出は、イオン交換媒体、有機抽出剤又は膜を使用して前記リチウム不純物を選択的に抽出することを含む、請求項２９又は３０に記載の方法。
【請求項３２】
前記イオン交換媒体は、層状アルミン酸リチウム吸着剤を含む、請求項３１に記載の方法。
【請求項３３】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩及び前記リチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
直接リチウム抽出によって前記リチウム不純物の一部を選択的に抽出すること
を含む、精製することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む処理方法。
【請求項３４】
金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩及び前記リチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
直接リチウム抽出によって前記リチウム不純物の一部を選択的に抽出すること
を含む、精製することと；
前記浸出溶液から前記非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法。
【請求項３５】
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することは、
前記浸出溶液から前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
前記母液から前記結晶化金属硫酸塩を分離することと；
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
前記金属硫酸塩の結晶化の上流で前記塩基性金属塩を使用することと
を含む、請求項３４に記載の方法。
【請求項３６】
前記リチウム不純物の前記一部は、前記浸出溶液中の前記リチウム不純物の約５０％～

約９９％を含む、請求項３３～３５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項３７】
直接リチウム抽出は、イオン交換媒体、有機抽出剤又は膜を使用して前記リチウム不純物を選択的に抽出することを含む、請求項３３～３６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項３８】
前記イオン交換媒体は、層状アルミン酸リチウム吸着剤を含む、請求項３７に記載の方法。
【請求項３９】
上流で前記塩基性金属塩を使用することは、前記塩基性金属塩を転化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩に戻すことを含む、請求項１～３８のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４０】
前記塩基性金属塩を転化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩に戻すことは、前記金属硫酸塩の結晶化の上流で酸を中和するための中和剤として前記塩基性金属塩を使用することを含む、請求項３９に記載の方法。
【請求項４１】
前記母液の一部を塩基性化して、前記残留する非結晶化金属硫酸塩を前記塩基性金属塩に転化することは、
前記母液を放出し、且つ前記金属硫酸塩の結晶化の上流で中和される前記酸の量と少なくともおよそ均等である前記塩基性金属塩の量を生じるように放出速度を制御することをさらに含む、請求項１～４０のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４２】
前記残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化することをさらに含む、請求項１～４１のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４３】
前記金属硫酸塩を結晶化することは、前記母液を放出し、且つ前記金属硫酸塩を結晶化するとき、不純物の結晶化を選択的に阻害するように、晶析装置からの放出速度を制御することをさらに含む、請求項１～４２のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４４】
前記金属硫酸塩を結晶化することは、前記金属硫酸塩を結晶化するとき、不純物の結晶化を選択的に阻害するように、晶析装置からの水蒸発の速度を制御すること及び前記晶析装置への水の添加を制御することの１つ以上により、前記晶析装置中の自由水の量を制御することをさらに含む、請求項１～４３のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４５】
前記不純物は、ナトリウム又はカリウムを含む、請求項４３又は４４に記載の方法。
【請求項４６】
前記金属硫酸塩は、硫酸ニッケル、硫酸コバルト又は硫酸マンガンを含む、請求項１～４５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４７】
前記塩基性金属塩は、金属水酸化物を含む、請求項１～４６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項４８】
前記金属水酸化物は、水酸化ニッケル、水酸化コバルト又は水酸化マンガンを含む、請求項１～４７のいずれか一項に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本出願は、２０２０年１１月３日に出願された米国仮特許出願第６３／１０９，２２７号明細書に対する優先権を主張するものであり、この仮特許出願の内容は、その全体が参照により本明細書に援用される。
【０００２】

本開示は、概して、処理方法に関する。より具体的には、本開示は、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法に関する。

【背景技術】

【０００３】

輸送の電化などの継続的な技術の進歩は、リチウムイオン電池などの電池の需要を増加させた。電池へのこの需要の増加に伴い、結晶化金属硫酸塩などの電池を構成する材料の需要が増加した。

【０００４】

しかしながら、電池の材料を製造するのに使用される原料中のカルシウム、マグネシウム及び／又はリチウムの存在は、処理の困難さをもたらし得る。このような処理の困難さは、最終生成物の汚染、より高いエネルギー消費及び／又はより多いプロセス放出流を含み得る。硫酸塩媒体に基づくプロセスでは、カルシウムは、硫酸カルシウム塩の低い溶解度により、さらなる問題を引き起こし得る。前記低い溶解度は、硫酸カルシウムで過飽和状態のプロセス流をもたらし、処理装置内の望ましくない固体形成をもたらし得る。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

結晶化金属硫酸塩などの電池の材料の製造における不純物に対処するための改善された処理方法が所望されている。

【課題を解決するための手段】

【０００６】

ここで、本開示の実施形態は、添付の図を参照してあくまでも例として記載される。

【図面の簡単な説明】

【０００７】

【図１】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含むＣｏ中間原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法を示す。

【図２】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法の一部としての単段前浸出プロセスを示す。

【図３】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法の一部としての並流多段前浸出プロセスを示す。

【図４】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法の一部としての向流多段前浸出プロセスを示す。

【図５】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法の一部としての、精製、不純物除去工程を示す。

【図６】前浸出工程を強調するリチウム不純物を含む黒色塊原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法を示す。

【図７】直接リチウム抽出工程を強調するリチウム不純物を伴う、黒色塊原料を含む金属硫酸塩を結晶化するための処理方法を示す。

【図８】結晶化金属硫酸塩を生成するための一般的な方法のフローチャートを示す。

【図９】カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む混合水酸化物沈殿物中間原料を伴う、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法を示す。

【発明を実施するための形態】

【０００８】

特に定義されない限り、本明細書で使用される全ての専門用語及び科学用語は、本発明が属する技術分野の当業者によって一般的に理解されるのと同じ意味を有する。

【０００９】

本明細書及び特許請求の範囲において使用される際、単数形「１つの（ａ）」、「１つの（ａｎ）」及び「その」は、文脈上特に明記されない限り、複数の言及を含む。

【００１０】

本明細書で使用される際の「含む」という用語は、後に続くリストが包括的なものでは

なく、必要に応じて任意の他のさらなる好適な項目、例えば１つ以上のさらなる特徴、構成要素及び／又は成分を含んでも又は含まなくてもよいことを指す。

【００１１】

本明細書で使用される際、「ＮＭＣ」は、ニッケル、マンガン及び／又はコバルトを指す。本明細書で使用される際、「金属硫酸塩」は、硫酸ニッケル、硫酸コバルト及び／又は硫酸マンガンのいずれか１つ又は組合せを指す。さらに、「金属水酸化物」は、水酸化ニッケル、水酸化コバルト及び／又は水酸化マンガンのいずれか１つ又は組合せを指す。

【００１２】

本明細書で使用される際、「結晶化」、「結晶化すること」又は「結晶化された」は、浸出溶液（又はＰＬＳ）中で金属硫酸塩から選択的に且つゆっくりと形成される結晶ネットワークを形成し、純粋な結晶化合物（少なくともＸ線回折によって示される際）をもたらすプロセスを指す。対照的に、本明細書で使用される際、「沈殿」は、沈殿又は塩基性化試薬の添加及び溶液からの結晶性又は非晶質固体の形成によって特徴付けられるプロセスを指す。本明細書で使用される際、「共結晶化する」又は「共結晶化すること」は、一緒に（例えば、同時に）溶液から２つ以上の成分（例えば、金属硫酸塩、不純物など）を結晶化することを指す。本明細書で使用される、金属硫酸塩を「選択的に結晶化すること」又は「選択的に共結晶化すること」に言及するとき、「選択的な」は、全てではないとしてもほとんどの不純物又は他の成分から離れて金属硫酸塩を結晶化することを指し；換言すると、「選択的な」は、純粋な結晶化金属硫酸塩を形成することを指す。

【００１３】

本明細書で使用される際、「原料」又は「前浸出された原料」は、電池の材料の製造において望ましい金属など、さらなる処理及び／又は最終生成物における使用のための前記固体から抽出／単離することが望ましい少なくともいくつかの材料を含む固形物を指す。

【００１４】

本明細書で使用される際、「処理方法」は、前処理工程（例えば、前浸出）、不純物を除去するために浸出溶液を処理する精製工程（例えば、フッ化物沈殿、直接リチウム抽出）又は両方の組合せを含み得るプロセスを指す。

【００１５】

本明細書で使用される際、「不純物」は、本明細書に記載される金属硫酸塩でないか、又は本明細書に記載される金属硫酸塩若しくは結晶化金属硫酸塩の形成に寄与しない原料の成分を指す。本明細書で使用される際、「不純物」は、原料から単離されると、有用な、有益な又は望ましい材料であり得る。

【００１６】

不純物を含む原料のための処理方法

一般に、本開示は、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、カルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む原料を前処理することであって、浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、原料から不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び前浸出された原料を形成することを含む、前処理することと；前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することであって、精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液が不純物をさらに含む場合、浸出溶液から不純物の第２の部分を除去することを任意に含む、精製及び形成することと；浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することとを含む処理方法を提供する。

【００１７】

本開示は、一般に、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、カルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む原料を前処理することであって、浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、原料から不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び前浸出された原料を形成することを含む、前処理することと；前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することであって、精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液が不純物をさらに含む場合、浸出溶液から不純物の第

２の部分を除去することを任意に含む、精製及び形成することと；浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む処理方法も提供する。

【００１８】

さらに、本開示は、一般に、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、カルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；浸出溶液を精製することであって、不純物の一部を除去することを含む、精製することと；浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することとを含む処理方法を提供する。

【００１９】

本開示は、一般に、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、カルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム、マグネシウム及び／又はリチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；浸出溶液を精製することであって、不純物の一部を除去することを含む、精製することと；浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む処理方法をさらに提供する。

【００２０】

本開示の１つ以上の実施形態において、浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することは、浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む。

【００２１】

本開示の１つ以上の実施形態において、上流で塩基性金属塩を使用することは、塩基性金属塩を転化して、残留する非結晶化金属硫酸塩に戻すことを含む。１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩を転化して、残留する非結晶化金属硫酸塩に戻すことは、金属硫酸塩の結晶化の上流で酸を中和するための中和剤として塩基性金属塩を使用することを含む。１つ以上の実施形態において、母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することは、母液を放出し、且つ金属硫酸塩の結晶化の上流で中和される酸の量と少なくともおよそ均等である塩基性金属塩の量を生じるように放出速度を制御することをさらに含む。

【００２２】

１つ以上の実施形態において、本開示の処理方法の１つ以上は、残留する非結晶化金属硫酸塩を結晶化することをさらに含む。

【００２３】

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化することは、母液を放出し、且つ金属硫酸塩を結晶化するとき、不純物の結晶化を選択的に阻害するように、晶析装置からの放出速度を制御することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化することは、金属硫酸塩を結晶化するとき、不純物の結晶化を選択的に阻害するように、晶析装置からの水蒸発の速度を制御すること及び晶析装置への水の添加を制御することの１つ以上により、晶析装置中の自由水の量を制御することをさらに含む。

【００２４】

本開示の１つ以上の実施形態において、不純物は、ナトリウム又はカリウムなどを含む

。本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩は、硫酸ニッケル、硫酸コバルト又は硫酸マンガンを含む。本開示の１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩は、金属水酸化物を含む。１つ以上の実施形態において、金属水酸化物は、水酸化ニッケル、水酸化コバルト又は水酸化マンガンを含む。

【００２５】

本開示の処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、図８に示される処理方法が提供され、ここで、浸出及び精製工程は、本明細書に記載される原料を前処理して、前浸出された原料を形成することと、前浸出された原料を浸出及び精製工程に供して、非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液を形成することとを含み；結晶化工程は、精製された浸出溶液を晶析装置中に導入することと、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩（例えば、硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び／又は硫酸コバルト）を形成することと、母液から結晶化金属硫酸塩を分離することとを含み；塩基性化工程は、母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；例えば、金属硫酸塩の結晶化の上流で酸を中和するための中和剤として、金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む。

【００２６】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料のための処理方法

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することであって、浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、原料からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び前浸出された原料を形成することを含む、前処理することと；

前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；

母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；

母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；

金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することと

を含む処理方法が提供される。

【００２７】

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することであって、

浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、

原料からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び

前浸出された原料を形成すること

を含む、前処理することと；

前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと

を含む処理方法が提供される。

【００２８】

本開示の１つ以上の実施形態において、処理方法であって、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、原料からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び精製することは、フッ化物源を浸出溶液に加えることと、フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分と選択的に反応させ、且つカルシウム及

び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成することと、浸出溶液からカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む、処理方法が提供される。

【００２９】

本開示の１つ以上の実施形態において、処理方法であって、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、原料からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び精製することは、浸出溶液からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第２の部分を溶媒抽出試薬上又はその中に選択的に抽出する溶媒抽出工程を含む、処理方法が提供される。１つ以上の実施形態において、溶媒抽出工程は、溶媒抽出試薬からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物をスクラビングすることをさらに含む。

【００３０】

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液を精製することであって、

フッ化物源を浸出溶液に加えること、

フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成すること、及び

浸出溶液からカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させること

を含む、精製することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；

母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；

母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；

金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することと

を含む処理方法が提供される。

【００３１】

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液を精製することであって、

フッ化物源を浸出溶液に加えること、

フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成すること、及び

浸出溶液からカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させること

を含む、精製することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと

を含む処理方法が提供される。

【００３２】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、原料は、中間原料を含む。中間原料は、元の又は未加工の原料から前処理された原料である。１つ以上の実施形態において、中間原料は、前処理後に元の未加工の原料より低い濃度の不純物を含み得る。１つ以上の実施形態において、中間原料は、濃縮物から構成される。１つ以上の実施形態において、中間原料は、金属含有中間原料を含む。１つ以上の実施形態において、金属含有中間原料は、金属水酸化物及び／又は混合水酸化物沈殿物（ＭＨＰ）から構成される。１つ以上の実施形態において、金属含有中間原料は、カルシウム及び／又はマグネシウムなどの不純物に加えて、コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の材料の製造において望ましい金属を含む。１つ以上の実施

形態において、中間原料は、ニッケル、マンガン及び／又はコバルト中間原料を含む。１つ以上の実施形態において、コバルト中間原料は、Ｃｏ（ＯＨ）$_2$及び／又は混合水酸化物沈殿物（ＭＨＰ）から構成される。１つ以上の実施形態において、コバルト中間原料は、カルシウム及び／又はマグネシウムなどの不純物に加えて、コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の材料の製造において望ましい金属を含む。１つ以上の実施形態において、マンガン中間原料は、Ｍｎ（ＯＨ）$_2$及び／又は混合水酸化物沈殿物（ＭＨＰ）から構成される。１つ以上の実施形態において、マンガン中間原料は、カルシウム及び／又はマグネシウムなどの不純物に加えて、マンガン、コバルト及び／又はニッケルなどの電池の材料の製造において望ましい金属を含む。１つ以上の実施形態において、ニッケル中間原料は、Ｎｉ（ＯＨ）$_2$及び／又は混合水酸化物沈殿物を含む。１つ以上の実施形態において、ニッケル中間原料は、カルシウム及び／又はマグネシウムなどの不純物に加えて、ニッケル、マンガン及び／又はコバルトなどの電池の材料の製造において望ましい金属を含む。

【００３３】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、浸出剤の存在下で原料を前浸出することと、原料からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することと、前浸出された原料を形成することとを含む。１つ以上の実施形態において、浸出剤は、酸性水溶液を含む。１つ以上の実施形態において、浸出剤は、ｐＨが約５～約９、又は約５～約８、又は約５～約７、又は約６～約７の範囲内になるまで、水中で原料に酸を加えることによって形成される。１つ以上の実施形態において、酸は、硫酸である。方法の１つ以上の実施形態において、浸出剤は、濃縮された硫酸コバルト溶液である。方法の１つ以上の実施形態において、濃縮された硫酸コバルト溶液は、≧１０ｇ／Ｌ、≧２０ｇ／Ｌ、≧３０ｇ／Ｌ、≧４０ｇ／Ｌ、≧５０ｇ／Ｌ、≧６０ｇ／Ｌ、≧７０ｇ／Ｌ、≧８０ｇ／Ｌ、≧９０ｇ／Ｌ、≧１００ｇ／Ｌ、≧１２０ｇ／Ｌ、≧１４０ｇ／Ｌ、≧１６０ｇ／Ｌ、≧１８０ｇ／Ｌ若しくは≧２００ｇ／Ｌの濃度を有するか、又は約１０ｇ／Ｌ～２００ｇ／Ｌの任意の濃度を有するか、又は約１０ｇ／Ｌ～２００ｇ／Ｌの濃度の任意の範囲の濃度を有する。

【００３４】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、前浸出することは、約５～約９、若しくは約５～約８、若しくは約５～約７のｐＨで行われるか；又は約５～約９の任意のｐＨで行われるか；又は約５～約９のｐＨの任意の範囲で行われる。１つ以上の実施形態において、前浸出のｐＨは、プロセス中にさらなる酸を加えることによって維持され得る。１つ以上の実施形態において、前浸出することは、およそ周囲温度～約１００℃、若しくは約６０℃～約１００℃、若しくは約８０℃～約１００℃、若しくは約８０℃～約９５℃の温度；又はおよそ周囲温度～約１００℃の任意の温度；又はおよそ周囲温度～約１００℃の温度の任意の範囲で行われる。

【００３５】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、単段前浸出プロセスとして行われる。１つ以上の実施形態において、単段前浸出プロセスは、水中で原料に酸を加えて、酸性水性浸出剤を形成することと、好適な温度（例えば、およそ周囲温度～約１００℃）及び好適なｐＨ（例えば、約５～約９）で原料を前浸出することと、前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む溶液を形成することと、前浸出された原料を、不純物を含む溶液からろ過及び分離することと、前浸出された原料を洗浄することとを含む。

【００３６】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、多段前浸出プ

ロセスとして行われる。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、一連の単段前浸出プロセスを含み、各単段プロセスは、浸出剤を形成する工程と、原料を前浸出する工程と、前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む溶液を形成する工程と、前浸出された原料をろ過及び洗浄する工程とを含み、１つの単段プロセスの前浸出された原料は、次の単段プロセスに供給される。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、２つ又は３つの単段プロセスを含む。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、並流的に行われ、これは、原料及び浸出物を同じ方向に接触させ、且つ流すことを伴う。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、向流的に行われ、これは、原料及び浸出物を反対方向に接触させ、且つ流すことを伴う。

【００３７】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物が前浸出中に原料から抽出され、浸出剤水溶液及び／又は酸性水溶液に溶解されるため、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む溶液が形成される。１つ以上の実施形態において、単段又は多段前浸出プロセスのｐＨ及び温度は、前浸出された原料中において、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい材料の少なくとも大部分を残しながら、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を選択的に抽出するように選択される。方法の１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、原料から不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造に後に使用され得るより清浄な／より純粋な前浸出された原料を形成する。１つ以上の実施形態において、方法は、不純物カルシウム及び／又はマグネシウムの純度要件を満たす結晶化金属硫酸塩を提供する。１つ以上の実施形態において、結晶化金属硫酸塩は、結晶化硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び／又は硫酸コバルトを含む。方法の１つ以上の実施形態において、原料からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、原料中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％、又は約６０％～約９９％、又は約７０％～約９９％、又は約８０％～約９９％を選択的に抽出することを含む。

【００３８】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい少量の材料は、前浸出中に原料から抽出され得、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む溶液に溶解し得る。これらの金属を回収するために、溶液は、金属水酸化物（例えば、ＫＯＨ又はＮａＯＨ）などの塩基で処理されて、Ｃｏ（ＯＨ）$_2$、Ｍｎ（ＯＨ）$_2$及び／又はＮｉ（ＯＨ）$_2$としてのコバルト、マンガン及び／又はニッケルが沈殿され得る。次に、Ｃｏ（ＯＨ）$_2$、Ｍｎ（ＯＨ）$_2$及び／又はＮｉ（ＯＨ）$_2$は、単離され、プロセスに再導入され得る一方、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む残留する溶液は、さらなる処理又は廃棄物処分に送られ得る。

【００３９】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することを含み、方法は、前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成する条件下において、前浸出された原料を浸出することを含む。１つ以上の実施形態において、浸出溶液を形成する条件下において、前浸出された原料を浸出することは、硫酸塩マトリックス含浸浸出溶液（ＰＬＳ）を形成する条件下で浸出することを含む。浸出溶液（又はＰＬＳ）を形成するのに好適であり得るいくつかの浸出条件がある。処理される原料のタイプ又は供給源に基づいて、当業者は、選択を確認し、具体的な条件を規

定するために、いずれの浸出条件を選択し、試験するかを認識するであろう。例えば、浸出は、周囲温度又は周囲温度及び／若しくは周囲圧力を超えて行われ得る。ＭＨＰ又は黒色塊を含む原料では、浸出は、例えば、酸及び還元剤の添加を伴い、約６５℃の温度及び大気圧で行われ得る。

【００４０】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を浸出した後、前浸出された原料を精製することを含み、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液（又はＰＬＳ）を一連の成分除去工程に供して、非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液を形成することをさらに含み得る。除去される成分のタイプ及び量は、浸出溶液が形成される原料のタイプに少なくとも部分的に依存する。結晶化金属硫酸塩を製造するなど、電池製造のための材料を製造するとき、許容されるこのような成分についての具体的な製品規格（例えば、制限）があり；前記製品規格を超える量でプロセスの原料、水又は試薬中に存在するあらゆるこのような成分は、それらの濃度を低下させる必要があるであろう。除去される成分の例としては、限定されないが、ナトリウム（Ｎａ）、アルミニウム（Ａｌ）、鉄（Ｆｅ）、銅（Ｃｕ）、亜鉛（Ｚｎ）、コバルト（Ｃｏ）、ニッケル（Ｎｉ）又はマンガン（Ｍｎ）が挙げられる。浸出溶液（又はＰＬＳ）から成分を除去するための多くの好適な方法がある。このような方法としては、限定されないが、沈殿、大気圧浸出又は加圧浸出、硫化、溶媒抽出、イオン交換及びセメンテーションが挙げられる。適切な方法（及びその操作条件）の選択は、除去される成分のタイプ及び量並びにプロセスによって生成される最終生成物（例えば、結晶化金属硫酸塩）の規格に少なくとも部分的に依存する。例えば、浸出溶液は、Ｃｕ（例えば、溶媒抽出、セメンテーション、イオン交換などにより）、Ｆｅ及びＡｌ（例えば、沈殿などにより）並びにＺｎ（例えば、溶媒抽出、イオン交換などにより）などの成分を除去するための一連の成分除去工程に供され得る。

【００４１】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前処理することを含み、原料を前処理することは、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の全てを除去しなくてもよく；したがって、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、原料からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分をさらに含み得る。したがって、方法の１つ以上の実施形態において、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分を含む精製された浸出溶液を精製、不純物除去工程に供して、残留するカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも一部を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、フッ化物源を浸出溶液に加えることと、フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の（例えば、残留する）部分と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成することと、浸出溶液からカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、浸出溶液からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第２の部分を溶媒抽出試薬上又はその中に選択的に抽出する溶媒抽出工程を含む。１つ以上の実施形態において、溶媒抽出工程は、溶媒抽出試薬からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物をスクラビングすることをさらに含む。

【００４２】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つの１つ以上の実施形態において、前浸出された原料を精製することは、フッ化物源を浸出溶液に加えることを含み、沈殿するカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物は、CaF_2及び／又はMgF_2を含み得る。１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物は、水溶液へのそれらの低い溶解度のために沈殿する。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源は、水溶液に可溶性である。１つ以上の実施形態に

おいて、加えられるフッ化物源は、フッ化水素、フッ化ナトリウム、フッ化コバルト、フッ化アンモニウム又はそれらの組合せである。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源の量は、浸出溶液中に残っているカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の量並びに／又はフッ化物化合物の腐食特性のプロセスの耐性（例えば、腐食に対する機器の耐性など）に依存し得る。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源の量は、例えば、電池の製造のための、非結晶化金属硫酸塩（例えば、非結晶化硫酸コバルト、硫酸マンガン及び／又は硫酸ニッケル）など、さらなる下流の処理及び／又は単離のために望ましい金属及び／又は材料の全てではないとしてもほとんどを残しながら、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を選択的に沈殿させるように選択され得る。

【００４３】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つの１つ以上の実施形態において、前浸出された原料を精製することは、溶媒抽出を含み、溶媒抽出は、有機抽出剤、溶媒抽出試薬又はそれらの組合せを使用することを含み得る。１つ以上の実施形態において、有機抽出剤、溶媒抽出試薬は、溶媒抽出の有機相を含む。１つ以上の実施形態において、有機抽出剤又は溶媒抽出試薬は、カルシウム及び／又はマグネシウム、卑金属（例えば、銅、アルミニウム、亜鉛）及び／又は遷移金属（例えば、ニッケル、コバルト、マンガンなど）のいずれか１つ又は組合せの抽出に対して選択的であり得る。１つ以上の実施形態において、溶媒抽出試薬は、Ｃｙａｎｅｘ　２７２（登録商標）又は均等物であり得る。１つ以上の実施形態において、溶媒抽出は、酸性ｐＨで行われ得る。１つ以上の実施形態において、ｐＨは、約４．５～約６又は約５～約５．５であり得る。１つ以上の実施形態において、溶媒抽出は、スクラビングをさらに含み、スクラビングは、スクラビング液を伴い得る。１つ以上の実施形態において、スクラビング液は、硫酸塩溶液を含み得る。１つ以上の実施形態において、硫酸塩溶液は、金属硫酸塩溶液を含み得、金属は、前浸出された原料を精製するとき、抽出の対象とされる同様の又は同じ金属であり得る。１つ以上の実施形態において、スクラビング条件は、非結晶化金属硫酸塩（例えば、非結晶化硫酸コバルト、硫酸マンガン及び／又は硫酸ニッケル）など、さらなる下流の処理及び／又は単離のために望ましい金属及び／又は材料の全てではないとしてもほとんどを残しながら、有機抽出剤又は溶媒抽出試薬からカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を選択的にスクラビングして取り除くように選択され得る。１つ以上の実施形態において、さらなる下流の処理及び／又は単離のために望ましい金属及び／又は材料は、希薄硫酸溶液などの希薄酸性溶液を用いて有機抽出剤又は溶媒抽出試薬からストリッピングされ得る。１つ以上の実施形態において、ストリッピングは、約２～約４又は約３～約３．５のｐＨで行われ得る。１つ以上の実施形態において、抽出、スクラビング及び次にストリッピング後、所望の金属及び／又は材料は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を実質的に含まないように単離され得る。

【００４４】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、精製、不純物除去工程は、約３～約９、若しくは約３～約７、若しくは約３～約５；若しくは約３～約４；若しくは約３～約３．５；若しくは約５～約６；若しくは約５～約５．５のｐＨ；又は約３～約９の任意のｐＨ；又は約３～約９のｐＨの任意の範囲で行われ得る。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程のｐＨは、プロセス中にさらなる酸を加えることによって維持され得る。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、およそ周囲温度～約１００℃、若しくは約２０℃～約８０℃、若しくは約２０℃～約６０℃、若しくは約２０℃～約４０℃の温度；又は約２０℃～約１００℃の任意の温度；又は約２０℃～約１００℃の温度の任意の範囲で行われ得る。

【００４５】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させるか、又はカルシウム及び／

又はマグネシウム不純物を選択的に溶媒抽出する精製、不純物除去工程は、前処理後に前浸出された原料中に残留し得、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中にその後抽出されたカルシウム及び／又はマグネシウム不純物（すなわちカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分）の少なくとも一部を除去する。方法の１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第２の部分を選択的に除去することは、元々原料に由来し、且つ前浸出された原料中に残っていた浸出溶液からの不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造において後に使用され得るより清浄な／より純粋な浸出溶液を形成する。１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分を選択的に除去することは、元々原料に由来し、且つ前浸出された原料中に残っていた浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％、又は約６０％～約９９％、又は約７０％～約９９％、又は約８０％～約９９％を選択的に除去することを含む。

【００４６】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物が浸出溶液から沈殿すると、それらは、その後、ろ過され、任意に洗浄され、下流でさらに処理されるか又は廃棄物処分に送られ得る。カルシウム／又はマグネシウムフッ化物化合物の除去後、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、さらなる処理を続け得る。

【００４７】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、方法は、浸出溶液から残留フッ化物源を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、残留フッ化物源を除去することは、残留フッ化物源をカルシウム源と選択的に反応させ、且つカルシウムフッ化物化合物を形成することと、浸出溶液からカルシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む。１つ以上の実施形態において、残留フッ化物源は、少なくとも部分的に除去されるか又は完全に除去される。１つ以上の実施形態において、カルシウムフッ化物化合物は、CaF_2を含む。１つ以上の実施形態において、カルシウム源は、石灰石、石灰、石こう又はそれらの組合せを含む。１つ以上の実施形態において、方法は、イオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、残留カルシウム源を除去することをさらに含む。

【００４８】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、加えられるフッ化物源の量は、下流のプロセスのために許容可能なレベルまでカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を除去するように選択され得る。１つ以上の実施形態において、浸出溶液中に残っているフッ化物源（例えば、残留フッ化物源）の量は、次に、マグネシウムを実質的に含まない石灰石、又は石灰、又は石こうなどのカルシウム化合物（例えば、カルシウム源）の添加によって除去される。１つ以上の実施形態において、（存在する場合に）残っているあらゆる過剰なカルシウム化合物は、次に、例えばイオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、浸出溶液中の非結晶化金属硫酸塩から分離され得る。

【００４９】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、方法は、残留フッ化物源を除去することをさらに含み、除去することは、前浸出工程からのカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を含む溶液を、残留フッ化物源を含む晶析装置放出流（以下により詳細に記載される）と組み合わせることと、残留フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成することと、放出流からカルシウム及び／又はマ

グネシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む。１つ以上の実施形態において、残留フッ化物源は、少なくとも部分的に除去されるか又は完全に除去される。１つ以上の実施形態において、カルシウムフッ化物化合物は、CaF_2を含む。

【００５０】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、原料を浸出することは、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を形成する条件下で浸出することを含む。１つ以上の実施形態において、浸出溶液を形成する条件下で原料を浸出することは、硫酸塩マトリックス含浸浸出溶液（ＰＬＳ）を形成する条件下で浸出することを含む。浸出溶液（又はＰＬＳ）を形成するのに好適であり得るいくつかの浸出条件がある。処理される原料のタイプ又は供給源に基づいて、当業者は、選択を確認し、具体的な条件を規定するために、いずれの浸出条件を選択し、試験するかを認識するであろう。

【００５１】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を浸出することを含み、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することをさらに含む。方法の１つ以上の実施形態において、浸出溶液を精製することは、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液（又はＰＬＳ）を一連の成分除去工程に供して、精製された浸出溶液を形成することを含み得る。除去される成分のタイプ及び量は、浸出溶液が形成される原料のタイプに少なくとも部分的に依存する。結晶化金属硫酸塩を製造するなど、電池製造のための材料を製造するとき、許容されるこのような成分についての具体的な製品規格（例えば、制限）があり；前記製品規格を超える量でプロセスの原料、水又は試薬中に存在するあらゆるこのような成分は、それらの濃度を低下させる必要があるであろう。除去される成分の例としては、限定されないが、ナトリウム（Ｎａ）、アルミニウム（Ａｌ）、鉄（Ｆｅ）、銅（Ｃｕ）、亜鉛（Ｚｎ）、コバルト（Ｃｏ）、ニッケル（Ｎｉ）又はマンガン（Ｍｎ）が挙げられる。浸出溶液（又はＰＬＳ）から成分を除去するための多くの好適な方法がある。このような方法としては、限定されないが、沈殿、大気圧浸出又は加圧浸出、硫化、溶媒抽出、イオン交換及びセメンテーションが挙げられる。適切な方法（及びその操作条件）の選択は、除去される成分のタイプ及び量並びにプロセスによって生成される最終生成物（例えば、結晶化金属硫酸塩）の規格に少なくとも部分的に依存する。例えば、浸出溶液は、Ｃｕ（例えば、溶媒抽出、セメンテーション、イオン交換などにより）、Ｆｅ及びＡｌ（例えば、沈殿などにより）並びにＺｎ（例えば、溶媒抽出、イオン交換などにより）などの成分を除去するための一連の成分除去工程に供され得る。

【００５２】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、浸出溶液を精製することは、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む精製された浸出溶液を精製、不純物除去工程に供して、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも一部を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、フッ化物源を浸出溶液に加えることと、フッ化物源をカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部と選択的に反応させ、且つカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を形成することと、浸出溶液からカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む。

【００５３】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、沈殿するカルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物は、CaF_2及び／又はMgF_2を含む。１

つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物は、水溶液へのそれらの低い溶解度のために沈殿する。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源は、水溶液に可溶性である。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源は、フッ化水素、フッ化ナトリウム、フッ化コバルト、フッ化アンモニウム又はそれらの組合せである。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源の量は、浸出溶液中のカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の量並びに／又はフッ化物化合物の腐食特性のプロセスの耐性（例えば、腐食に対する機器の耐性など）に依存し得る。１つ以上の実施形態において、加えられるフッ化物源の量は、非結晶化金属硫酸塩（例えば、非結晶化硫酸コバルト、硫酸マンガン及び／又は硫酸ニッケル）などの電池の製造のために望ましい材料の少なくとも大部分を残しながら、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を選択的に沈殿させるように選択され得る。

【００５４】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、精製、不純物除去工程は、約３～約９、若しくは約３～約７、若しくは約３～約５のｐＨで行われるか；又は約３～約９の任意のｐＨで行われるか；又は約３～約９のｐＨの任意の範囲で行われる。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程のｐＨは、プロセス中にさらなる酸を加えることによって維持され得る。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、およそ周囲温度～約１００℃、若しくは約２０℃～約８０℃、若しくは約２０℃～約６０℃、若しくは約２０℃～約４０℃の温度；又は約２０℃～約１００℃の任意の温度；又は約２０℃～約１００℃の温度の任意の範囲で行われる。

【００５５】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させる精製、不純物除去工程は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも一部を除去する。方法の１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも一部を選択的に除去することは、元々原料に由来していた浸出溶液からの不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造において後に使用され得るより清浄な／より純粋な浸出溶液を形成する。１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の一部を選択的に除去することは、元々原料中にあった浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の約５０％～約９９％、又は約６０％～約９９％、又は約７０％～約９９％、又は約８０％～約９９％を選択的に除去することを含む。

【００５６】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物が浸出溶液から沈殿すると、それらは、その後、ろ過され、任意に洗浄され、下流でさらに処理されるか又は廃棄物処分に送られ得る。カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物の除去後、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、さらなる処理を続け得る。

【００５７】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、方法は、浸出溶液から残留フッ化物源を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、残留フッ化物源を除去することは、残留フッ化物源をカルシウム源と選択的に反応させ、且つカルシウムフッ化物化合物を形成することと、浸出溶液からカルシウムフッ化物化合物を沈殿させることとを含む。１つ以上の実施形態において、残留フッ化物源は、少なくとも部分的に除去されるか又は

完全に除去される。１つ以上の実施形態において、カルシウムフッ化物化合物は、CaF_2を含む。１つ以上の実施形態において、カルシウム源は、石灰石、石灰、石こう又はそれらの組合せを含む。１つ以上の実施形態において、方法は、イオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、残留カルシウム源を除去することをさらに含む。

【００５８】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、加えられるフッ化物源の量は、下流のプロセスのために許容可能なレベルまでカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を除去するように選択され得る。１つ以上の実施形態において、浸出溶液中に残っているフッ化物源（例えば、残留フッ化物源）の量は、次に、マグネシウムを実質的に含まない石灰石、又は石灰、又は石こうなどのカルシウム化合物（例えば、カルシウム源）の添加によって除去される。１つ以上の実施形態において、（存在する場合に）残っているあらゆる過剰なカルシウム化合物は、次に、例えばイオン交換、溶媒抽出又はそれらの組合せにより、浸出溶液中の非結晶化金属硫酸塩から分離され得る。

【００５９】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液を、非結晶化金属硫酸塩を選択的に結晶化するのに十分な条件下で晶析装置中に導入することを含む。１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を選択的に結晶化することは、$NiSO_4$、$CoSO_4$及び／又は$MnSO_4$のいずれか１つ又は組合せを溶液から（例えば、供給材料に応じて、マンガンなどに対して、減圧下などで強制循環晶析装置により）選択的に結晶化して、母液中で結晶化金属硫酸塩を製造することを含み得る。次に、これらの結晶化金属硫酸塩は、晶析装置から排出され、それによりそれらを母液から単離し得る。１つの結晶化サイクル（例えば、１つの晶析装置を用いる）が結晶化金属硫酸塩を製造するのに不十分である（例えば、より汚れた供給材料で生じ得る）場合、晶析装置から排出された結晶は、純水に溶解されてから、再結晶化されるために第２の結晶化サイクル（例えば、第２の晶析装置を用いる）に導入され得る。

【００６０】

様々なタイプの晶析装置は、浸出溶液からの非結晶化金属硫酸塩の選択的な結晶化に影響を与えるのに好適であり得る。このような晶析装置としては、限定されないが、蒸発晶析装置、強制循環（ＦＣ）晶析装置、間接的な強制循環（ＩＦＣ）晶析装置及びドラフトチューブバッフル（ＤＴＢ）晶析装置が挙げられる。このような晶析装置についての条件及び操作パラメータは、結晶化される金属硫酸塩のタイプ及び純度並びに／又は浸出溶液中の不純物のタイプ及び濃度に応じて選択され得る。例えば、結晶化中の晶析装置からの母液の放出及び放出が行われる速度は、例えば、不純物の結晶化を選択的に阻害することにより、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与え得る。特定の不純物の結晶化を選択的に阻害するために放出速度を選択することは、異なる不純物の結晶化を阻害し得るよりも、特定の不純物の結晶化を阻害する可能な放出速度の範囲内に晶析装置放出速度を設定することを指す。放出速度は、それが特定の不純物の結晶化の阻害を最大にするように選択され得る。不純物は、ナトリウム、カリウムなどであり得る。母液のより高い放出速度を使用することは、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与え得る母液中の不純物及び他の成分のより低い濃度を維持するのに役立つ。さらに、不純物の溶解度は、温度依存的であり得；したがって、晶析装置温度及び晶析装置放出速度を選択することは、結晶化される金属硫酸塩の純度を制御するのに有効であり得る。不純物の溶解度は、浸出溶液及び／又は母液中に存在する自由水の量にも依存し得；したがって、晶析装置中の水のレベルを制御することは、結晶化される金属硫酸塩の純度を制御する有効な手段であり得る。例えば、ある場合には、金属硫酸塩は、金属硫酸塩水和物として溶液から結晶化し（すなわち結晶化金属

硫酸塩及び水分子が結晶の不可欠な部分として明確な比率で組み合わされる）、それが母液中の水の濃度を減少させる。自由水の濃度を減少させることにより、母液中の不純物（例えばナトリウム、カリウムなど）の濃度はまた、それらが溶液から結晶化し、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与える点まで増加し得る。しかしながら、十分な量の水が浸出溶液及び／若しくは晶析装置中である場合に母液に加えられる場合又は過剰な水の該当する量が上流の処理後に浸出溶液中に残っている場合（例えば、少なくとも水和物形成により失われることが予想されるのと同程度の水）、該当する自由水の存在は、溶液からの不純物の結晶化を阻害し得る。

【００６１】

結晶化後、母液は、望ましくない塩／金属（例えば、Li_2SO_4、Ｍｇ、Ｎａなど）及び残留する非結晶化金属硫酸塩を依然として含有し得る。溶液中の残留する望ましくない材料から、残留する非結晶化金属硫酸塩を選択的に回収するために、母液は、晶析装置から「放出」され、塩基性化されて、非結晶化金属硫酸塩が不溶性の塩基性金属塩（例えば、$Ni(OH)_2$、$Co(OH)_2$、$Mn(OH)_2$などの金属水酸化物）に転化される。得られる塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）が母液から沈殿し、ろ過によって母液から単離され得る。例えば、塩基性金属塩は、ろ過、濃縮及びろ過又は遠心分離によって回収され得る。得られる沈殿された金属水酸化物は、洗浄又は再パルプ化されて、スラリーも形成し得るが、次にプロセスの浸出及び／又は成分除去段階で導入される酸を中和するために上流で使用され、それにより金属水酸化物を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻し、次にそれが下流の結晶化によって単離され得る。中和剤として塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）を使用することは、外部の中和剤を導入する必要性を低下させ且つ／又はなくし；これは、試薬の使用（及び関連するコスト）を減少させ、本来であれば不純物の共沈及び結晶化金属硫酸塩の汚染を回避するために晶析装置放出速度をより高くすることを必要とし得る、生成物の純度に影響を与え得る不純物のさらなる供給源（例えば、外部の中和剤からのカチオンNa^+、K^+、Li^+、Ca^{2+}、Mg^{2+}）を減少させ且つ／又はなくす。ある場合には、十分な量の塩基性金属塩、例えば中和剤として使用するために利用可能な金属水酸化物があることを確実にするために、母液が晶析装置から放出され、塩基性化されて、金属水酸化物を形成する速度は、形成される金属水酸化物の量が、浸出及び／又は精製段階で導入される酸の量と少なくともおよそ均等であるか又はおよそ均等であるように制御され得る。さらに、中和剤として塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）を使用することは、浸出溶液内で塩基性金属塩を転化して金属硫酸塩に戻す。次に、転化された金属硫酸塩を含む浸出溶液は、晶析装置に進み、転化された金属硫酸塩は、母液から結晶化され、単離され得る。母液を単離及び塩基性化して、溶液中の非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化し、且つ中和剤としてそれらの塩基性金属塩を使用して、塩基性金属塩を転化して、後に結晶化によって単離され得る金属硫酸塩に戻すこのループは、特定の原料から得られる単離された結晶化金属硫酸塩の収率を改善し得る。

【００６２】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、浸出溶液から金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中の結晶化金属硫酸塩を形成することと；母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む。１つ以上の実施形態において、上流で塩基性金属塩を使用することは、塩基性金属塩を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻すことを含む。１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻すことは、塩基性金属塩を使用して、金属硫酸塩の結晶化の上流で酸を中和することを含む。１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩は、金属水酸化物を含む。１つ以上の実施形態において、金属水酸化物は、水酸化ニッケル、水酸化コバルト又は水酸化マンガンのいずれか１つ又は組合せを含む。

【００６３】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、原料を前処理し、且つ前浸出された原料を精製することを含み、前浸出された原料を精製することによって形成された、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、晶析装置中に導入される精製された浸出溶液を含み得るか；又はそれは、晶析装置から放出された母液であり得る。したがって、方法の１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させる精製、不純物除去工程は、浸出溶液が晶析装置中に導入される前に浸出溶液において行われ得るか；又はそれは、母液において行われ得る。

【００６４】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、浸出溶液は、晶析装置中に導入される精製された浸出溶液を含み得るか；又はそれは、晶析装置から放出された母液であり得る。したがって、方法の１つ以上の実施形態において、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させる精製、不純物除去工程は、浸出溶液が晶析装置中に導入される前に浸出溶液において行われ得るか；又はそれは、母液において行われ得る。

【００６５】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図１に示される処理方法が提供され、ここで、原料は、Ｃｏを含む中間原料であり；原料は、前浸出されて、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を除去し、前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む溶液を形成し；不純物を含む溶液は、塩基性化されて、プロセスの上流で使用するために$Ca(OH)_2$を沈殿させ；次に、前浸出された原料は、浸出され、成分除去工程に供され；非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液は、晶析装置中に導入され、$CoSO_4$が結晶化され；カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させる精製、不純物除去工程は、晶析装置から放出された母液において行われて、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分を除去する。

【００６６】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図２に示される単段前浸出プロセスが提供され、ここで、$Co(OH)_2$を含む中間原料が前浸出反応器中で浸出剤と混合されて、前浸出された$Co(OH)_2$ケーキを含む前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第１の部分を含む前浸出された溶液を形成する。

【００６７】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図３に示される並流、多段前浸出プロセスが提供され、ここで、$Co(OH)_2$を含む中間原料が一連の単段前浸出反応器にわたって浸出剤と混合されて、前浸出された$Co(OH)_2$ケーキを含む前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第１の部分を含む前浸出された溶液を形成する。

【００６８】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図４に示される向流、多段前浸出プロセスが提供され、ここで、$Co(OH)_2$を含む中間原料が一連の単段前浸出反応器にわたってＣｏ溶液浸出剤と向流的に混合されて、前浸出された$Co(OH)_2$ケーキを含む前浸出された原料並びにカルシウム及び／又はマグネシウム不純物の少なくとも第１の部分を含む前浸出された溶液を形成する。

【００６９】
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、図５に示される、カルシウム及び／又はマグネシウムフッ化物化合物を選択的に形成及び沈殿させる精製、不純物除去工程が提供され、ここで、原料溶液は、沈殿反応器中で酸性及び／又は塩基性条件下においてフッ化物溶液と混合されて、精製された浸出溶液（例えば、精製された溶液）並びに沈殿されたCaF_2及び／又はMgF_2ケーキを形成する。

【００７０】
処理方法の１つの１つ以上の実施形態において、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図９に示される処理方法が提供され、ここで、原料は、混合水酸化物沈殿物を含む中間原料であり；原料は、前浸出されて、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第１の部分を除去し、前浸出された原料を形成し；次に、前浸出された原料は、浸出され、成分除去工程に供され、成分除去工程は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の第２の部分を除去するための不純物除去工程及び溶媒抽出工程、例えばＣｏ溶媒抽出工程を含み；非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液は、晶析装置中に導入され、硫酸ニッケルなどの金属硫酸塩は、結晶化され；晶析装置からの母液が放出され、塩基性化されて、Ｎｉ、Ｍｎ及び／又はＣｏ水酸化物を形成し、それが中和剤として晶析装置の上流で又はさらなる処理のために下流で使用され；カルシウム及び／又はマグネシウム不純物を選択的に抽出する精製、不純物除去工程は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の抽出された第２の部分を除去するためのスクラビング工程及び後にさらに結晶化され得る、硫酸コバルトなどの所望の材料を単離するためのストリッピング工程をさらに伴う。

【００７１】
例えば、Ｃｏ溶媒抽出（ＳＸ）工程は、Ｃｙａｎｅｘ　２７２（登録商標）又は均等物など、コバルトを抽出する溶媒抽出（ＳＸ）試薬を使用することと；カルシウム及び／又はマグネシウム不純物並びにコバルトを、ｐＨが約５～５．５に上昇されるようにＳＸ中にＳＸ試薬に充填することとを伴い得る。ある場合には、より少ない割合の例えばニッケル（例えば、約１０％）も試薬に充填され得る。ＳＸの一環として、カルシウム及び／又はマグネシウム並びにおそらくニッケルは、例えば、わずかに酸性化されても又はされなくてもよいスクラビング液として硫酸コバルト溶液を使用するスクラビング段階（例えば、ｐＨが抽出段階より低くなり得る）においてＳＸ試薬からスクラビングされ得る。スクラビング段階は、スクラビング段階を出る水性液体が、スクラビングされたカルシウム及び／又はマグネシウム並びにおそらくニッケルと、スクラビング液からの残留するコバルトとを含有するように、カルシウム及び／又はマグネシウム並びにおそらくニッケルの全てではないとしてもほとんどを除去し得る。この液体は、ニッケル／コバルト回収工程に送られ得、ニッケル及びコバルトは、カルシウム及び／又はマグネシウムから沈殿及び分離され、プロセス回路に戻され得る。次に、この液体中のカルシウム及び／又はマグネシウムは、別個の回収工程に送られ得る。ＳＸ試薬中に抽出されるコバルトは、約３～３．５のｐＨで希酸、例えば硫酸を用いて試薬からストリッピングされ得る。このようにストリッピングされたコバルトは、カルシウム及び／又はマグネシウムを実質的に含まず、硫酸コバルトとして結晶化される前にさらに精製されるのに好適であり得る。

【００７２】
カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩は、硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び／又は硫酸コバルトの任意の組合せを含む。方法の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、浸出溶液から硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び硫酸コバルトのいずれか１つ又は２つを選択的に結晶化することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、浸出溶液から硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び硫酸コバルトの任意の組合せを選択的に結晶化することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、結晶化金属硫酸塩は、電池グレード結晶化金属硫酸塩又は電気めっきグレード結晶

化金属硫酸塩である。

【００７３】

カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス、カルシウム及び／若しくはマグネシウムフッ化物化合物の沈殿並びに／又はカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の選択的な溶媒抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、浸出溶液が晶析装置中に導入される場合、前浸出プロセス、カルシウム及び／若しくはマグネシウムフッ化物化合物の沈殿並びに／又はカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の選択的な溶媒抽出が行われない場合と比べて、単段生成物収率の増加がある。カルシウム及び／又はマグネシウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス、カルシウム及び／若しくはマグネシウムフッ化物化合物の沈殿並びに／又はカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の選択的な溶媒抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、浸出溶液が晶析装置中に導入される場合、前浸出プロセス、カルシウム及び／若しくはマグネシウムフッ化物化合物の沈殿並びに／又はカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の選択的な溶媒抽出が行われない場合と比べて、晶析装置放出速度が低下され得る。１つ以上の実施形態において、単段生成物収率の増加又は晶析装置放出速度の低下があり、ＣＡＰＥＸ及びＯＰＥＸコストの減少がある。方法の１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス、カルシウム及び／若しくはマグネシウムフッ化物化合物の沈殿並びに／又はカルシウム及び／若しくはマグネシウム不純物の選択的な溶媒抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のカルシウム及び／又はマグネシウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、方法は、カルシウム及び／又はマグネシウム不純物の純度要件を満たす結晶化金属硫酸塩を提供する。

【００７４】

リチウム不純物を含む原料のための処理方法

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

リチウム不純物を含む原料を前処理することであって、

浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、

原料からリチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び

前浸出された原料を形成すること

を含む、前処理することと；

前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；

母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；

母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；

金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することと

を含む処理方法が提供される。

【００７５】

本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、

リチウム不純物を含む原料を前処理することであって、浸出剤の存在下で原料を前浸出すること、原料からリチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出すること、及び前浸出された原料を形成することを含む、前処理することと；

前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することと；

浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法が提供される。
【００７６】
本開示の１つ以上の実施形態において、処理方法が提供され、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、原料からのリチウム不純物の第２の部分をさらに含み、及び精製することは、直接リチウム抽出によってリチウム不純物の少なくとも第２の部分を選択的に抽出することを含む。
【００７７】
本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
直接リチウム抽出によってリチウム不純物の一部を選択的に抽出すること
を含む、精製することと；
浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中で結晶化金属硫酸塩を形成することと；
母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；
母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；
金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することと
を含む処理方法が提供される。
【００７８】
本開示の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩を結晶化するための処理方法であって、
リチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を形成することと；
前記浸出溶液を精製することであって、
直接リチウム抽出によってリチウム不純物の一部を選択的に抽出すること
を含む、精製することと；
浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することと
を含む処理方法が提供される。
【００７９】
リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、原料は、電池原料を含む。１つ以上の実施形態において、原料は、リサイクル電池原料を含む。１つ以上の実施形態において、原料は、電池からの黒色塊原料を含む。１つ以上の実施形態において、電池原料のいずれか１つは、リチウムなどの不純物に加えて、コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の材料の製造において望ましい金属を含む。
【００８０】
処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、浸出剤の存在下で原料を前浸出することと、原料からリチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することと、前浸出された原料を形成することとを含む。１つ以上の実施形態において、浸出剤は、水溶液、酸化剤を含む水溶液、酸性水溶液又は酸化剤を含む酸性水溶液を含む。１つ以上の実施形態において、浸出剤は、ｐＨが約５～約９、又は約５～約８、又は約５～約７、又は約６～約７の範囲内になるまで、酸を酸化剤と共に又は酸化剤なしで水中の原料に加えることによって形成される。１つ以上の実施形態において、酸は、硫酸である。１つ以上の実施形態において、酸化剤は、過硫酸ナトリウム、オゾン又は次亜塩素酸ナトリウムである。１つ以上の実施形態において、酸化剤は、コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の材料の製造において望ましい金属の１ｍｏｌ当たり＜１ｍｏｌの酸化剤の量で加えられる。１

つ以上の実施形態において、酸化剤は、コバルト、マンガン及び／又はニッケルの１ｍｏｌ当たり約０．５ｍｏｌの量で加えられるか；又はコバルト、マンガン及び／又はニッケルの１ｍｏｌ当たり約０．３ｍｏｌの量で加えられる。

【００８１】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、前浸出することは、約５～約９、若しくは約５～約８、若しくは約５～約７のｐＨで行われるか；又は約５～約９の任意のｐＨで行われるか；又は約５～約９のｐＨの任意の範囲で行われる。１つ以上の実施形態において、前浸出のｐＨは、プロセス中にさらなる酸を加えることによって維持され得る。１つ以上の実施形態において、前浸出することは、およそ周囲温度～約１００℃、若しくは約６０℃～約１００℃、若しくは約８０℃～約１００℃、若しくは約８０℃～約９５℃の温度；又はおよそ周囲温度～約１００℃の任意の温度；又はおよそ周囲温度～約１００℃の温度の任意の範囲で行われる。

【００８２】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、単段前浸出プロセスとして行われる。１つ以上の実施形態において、単段前浸出プロセスは、酸を酸化剤と共に又は酸化剤なしで水中の原料に加えて、酸性水性浸出剤を形成することと、原料を好適な温度（例えば、およそ周囲温度～約１００℃）及び好適なｐＨ（約５～約９）で前浸出することと、前浸出された原料及びリチウム不純物の第１の部分を含む溶液を形成することと、前浸出された原料を、不純物を含む溶液からろ過及び分離することと、前浸出された原料を洗浄することとを含む。

【００８３】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前処理することを含み、前処理することは、多段前浸出プロセスとして行われる。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、一連の単段前浸出プロセスを含み、各単段プロセスは、浸出剤を形成する工程と、原料を前浸出する工程と、前浸出された原料及びリチウム不純物の第１の部分を含む溶液を形成する工程と、前浸出された原料をろ過及び洗浄する工程とを含み、１つの単段プロセスの前浸出された原料は、次の単段プロセスに供給される。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、２つ又は３つの単段プロセスを含む。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、並流的に行われ、これは、原料及び浸出物を同じ方向に接触させ、且つ流すことを伴う。１つ以上の実施形態において、多段前浸出プロセスは、向流的に行われ、これは、原料及び浸出物を反対方向に接触させ、且つ流すことを伴う。

【００８４】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、リチウム不純物の第１の部分を含む溶液は、リチウム不純物が原料から抽出され、酸化剤と共に若しくは酸化剤なしで浸出剤水溶液に、又は前浸出中に酸化剤と共に若しくは酸化剤なしで酸性水溶液に溶解されるために形成される。１つ以上の実施形態において、単段又は多段前浸出プロセスのｐＨ及び温度は、前浸出された原料中において、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい材料の少なくとも大部分を残しながら、リチウム不純物を選択的に抽出するように選択される。方法の１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、原料から不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造に後に使用され得るより清浄な／より純粋な前浸出された原料を形成する。方法の１つ以上の実施形態において、原料からリチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、原料中のリチウム不純物の約２０％～約７０％、又は約３０％～約７０％、又は約４０％～約７０％、又は約５０％～約７０％、又は約６０％～約７０％を選択的に抽出することを含む。１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、浸出剤が酸性水溶液である場

合、原料中のリチウム不純物の約２０％～約３０％を選択的に抽出することを含む。１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の第１の部分を選択的に抽出することは、浸出剤が、酸化剤を含む酸性水溶液である場合、原料中のリチウム不純物の約６０％～約７０％を選択的に抽出することを含む。

【００８５】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい少量の材料は、前浸出中に原料から抽出され得、リチウム不純物の第１の部分を含む溶液に溶解し得る。これらの金属を回収するために、溶液は、金属水酸化物（例えば、ＫＯＨ又はＮａＯＨ）などの塩基で処理されて、Ｃｏ（ＯＨ）$_2$、Ｍｎ（ＯＨ）$_2$及び／又はＮｉ（ＯＨ）$_2$としてのコバルト、マンガン及び／又はニッケルが沈殿され得る。次に、Ｃｏ（ＯＨ）$_2$、Ｍｎ（ＯＨ）$_2$及び／又はＮｉ（ＯＨ）$_2$は、単離され、プロセスに再導入され得る一方、リチウム不純物の第１の部分を含む残留する溶液は、さらなる処理又は廃棄物処分に送られ得る。

【００８６】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前処理することを含み、方法は、前浸出された原料を精製し、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を形成する条件下において、前浸出された原料を浸出することを含む。１つ以上の実施形態において、浸出溶液を形成する条件下において、前浸出された原料を浸出することは、硫酸塩マトリックス含浸浸出溶液（ＰＬＳ）を形成する条件下で浸出することを含む。浸出溶液（又はＰＬＳ）を形成するのに好適であり得るいくつかの浸出条件がある。処理される原料のタイプ又は供給源に基づいて、当業者は、選択を確認し、具体的な条件を規定するために、いずれの浸出条件を選択し、試験するかを認識するであろう。

【００８７】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、前浸出された原料を浸出した後、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液（又はＰＬＳ）を一連の成分除去工程に供して、非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液を形成することをさらに含み得る。除去される成分のタイプ及び量は、浸出溶液が形成される原料のタイプに少なくとも部分的に依存する。結晶化金属硫酸塩を製造するなど、電池製造のための材料を製造するとき、許容されるこのような成分についての具体的な製品規格（例えば、制限）があり；前記製品規格を超える量でプロセスの原料、水又は試薬中に存在するあらゆるこのような成分は、それらの濃度を低下させる必要があるであろう。除去される成分の例としては、限定されないが、ナトリウム（Ｎａ）、アルミニウム（Ａｌ）、鉄（Ｆｅ）、銅（Ｃｕ）、亜鉛（Ｚｎ）、コバルト（Ｃｏ）、ニッケル（Ｎｉ）又はマンガン（Ｍｎ）が挙げられる。浸出溶液（又はＰＬＳ）から成分を除去するための多くの好適な方法がある。このような方法としては、限定されないが、沈殿、大気圧浸出又は加圧浸出、硫化、溶媒抽出、イオン交換及びセメンテーションが挙げられる。適切な方法（及びその操作条件）の選択は、除去される成分のタイプ及び量並びにプロセスによって生成される最終生成物（例えば、結晶化金属硫酸塩）の規格に少なくとも部分的に依存する。例えば、浸出溶液は、Ｃｕ（例えば、溶媒抽出、セメンテーション、イオン交換などにより）、Ｆｅ及びＡｌ（例えば、沈殿などにより）並びにＺｎ（例えば、溶媒抽出、イオン交換などにより）などの成分を除去するための一連の成分除去工程に供され得る。

【００８８】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前処理することを含み、原料を前処理することは、リチウム不純物のほとんど又は全てを除去しなくてもよく；したがって、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、原料からのリチウム不純物の第２の部分をさらに含み得る。したがって、方法の１つ以上の実施形

態において、前浸出された原料を精製することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を精製、不純物除去工程に供して、残留するリチウム不純物の少なくとも一部を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、直接リチウム抽出によってリチウム不純物の第２の部分を選択的に抽出することを含む。

【００８９】

一般に、直接リチウム抽出（ＤＬＥ）は、リチウムが塩水又は水溶液から除去されて、例えば電池品質リチウム化学製品に精製するためのより高い純度のリチウム濃縮物を生成するある種の回収技術であると見なされる。ＤＬＥは、一般に、出発溶液中の他の塩を残しながら、塩水からリチウムを除去するための材料の化学的又は物理的な選択的な特徴に依存する。リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、直接リチウム抽出（ＤＬＥ）は、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい材料の少なくとも大部分を残しながら、リチウム不純物が浸出溶液から除去される選択的な抽出技術を含む。１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、イオン交換媒体、有機抽出剤、膜又はそれらの組合せを使用してリチウム不純物を選択的に抽出することを含む。１つ以上の実施形態において、イオン交換媒体は、層状アルミン酸リチウム吸着剤を含む。１つ以上の実施形態において、層状アルミン酸リチウム吸着剤は、ｐＨ中性条件又は弱酸性条件下でリチウム不純物を選択的に抽出する。１つ以上の実施形態において、有機抽出剤は、より高い温度で浸出溶液からリチウム不純物を選択的に抽出し、より低い温度でリチウム不純物を沈殿させる。

【００９０】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、直接リチウム抽出の精製、不純物除去工程は、前処理後に前浸出された原料中に残留し得、且つ非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中にその後抽出されたリチウム不純物（すなわちリチウム不純物の第２の部分）のほとんどではないとしても少なくとも一部を原料から除去する。方法の１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の少なくとも第２の部分を選択的に除去することは、元々原料に由来していた浸出溶液からの不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造において後に使用され得るより清浄な／より純粋な浸出溶液を形成する。１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の第２の部分を選択的に除去することは、元々原料に由来し、且つ前浸出された原料中に残っていた浸出溶液中のリチウム不純物の約５０％～約９９％、又は約６０％～約９９％、又は約７０％～約９９％、又は約８０％～約９９％を選択的に除去することを含む。

【００９１】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、前浸出された原料を精製することを含み、リチウム不純物が浸出溶液から直接リチウム抽出によって選択的に抽出されると、次に、それらは、さらなる処理又は廃棄物処分のために下流に送られ得る。リチウム不純物の除去後、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、さらなる処理を続け得る。方法の１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、精製、成分除去工程前に行われる。方法の１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、精製、成分除去工程後に行われる。

【００９２】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を浸出し、且つ非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を形成することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、原料を浸出することは、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を形成する条件下で浸出することを含む。１つ以上の実施形態において、浸出溶液を形成する条件下で原料を浸出することは、硫酸塩マトリックス含浸浸出溶液（ＰＬＳ）を形成する条件下で浸出することを含む。浸出溶液（又はＰＬＳ）を形成するのに好適であり得るいくつかの浸出条件がある。処理される原料のタイプ又は供給源に基づいて、当業者は、選択を確認し、具体的な条件を規定するために、いずれの浸

出条件を選択し、試験するかを認識するであろう。

【００９３】

処理方法の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を浸出することを含み、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することをさらに含む。方法の１つ以上の実施形態において、浸出溶液を精製することは、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液（又はＰＬＳ）を一連の成分除去工程に供して、精製された浸出溶液を形成することを含み得る。除去される成分のタイプ及び量は、浸出溶液が形成される原料のタイプに少なくとも部分的に依存する。結晶化金属硫酸塩を製造するなど、電池製造のための材料を製造するとき、許容されるこのような成分についての具体的な製品規格（例えば、制限）があり；前記製品規格を超える量でプロセスの原料、水又は試薬中に存在するあらゆるこのような成分は、それらの濃度を低下させる必要があるであろう。除去される成分の例としては、限定されないが、ナトリウム（Ｎａ）、アルミニウム（Ａｌ）、鉄（Ｆｅ）、銅（Ｃｕ）、亜鉛（Ｚｎ）、コバルト（Ｃｏ）、ニッケル（Ｎｉ）又はマンガン（Ｍｎ）が挙げられる。浸出溶液（又はＰＬＳ）から成分を除去するための多くの好適な方法がある。このような方法としては、限定されないが、沈殿、大気圧浸出又は加圧浸出、硫化、溶媒抽出、イオン交換及びセメンテーションが挙げられる。適切な方法（及びその操作条件）の選択は、除去される成分のタイプ及び量並びにプロセスによって生成される最終生成物（例えば、結晶化金属硫酸塩）の規格に少なくとも部分的に依存する。例えば、浸出溶液は、Ｃｕ（例えば、溶媒抽出、セメンテーション、イオン交換などにより）、Ｆｅ及びＡｌ（例えば、沈殿などにより）並びにＺｎ（例えば、溶媒抽出、イオン交換などにより）などの成分を除去するための一連の成分除去工程に供され得る。

【００９４】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、浸出溶液を精製することは、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製、不純物除去工程に供して、リチウム不純物の少なくとも一部を除去することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、精製、不純物除去工程は、直接リチウム抽出によってリチウム不純物の一部を選択的に抽出することを含む。

【００９５】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、直接リチウム抽出（ＤＬＥ）は、金属コバルト、マンガン及び／又はニッケルなどの電池の製造のために望ましい材料の少なくとも大部分を残しながら、リチウム不純物が浸出溶液から除去される選択的な抽出技術を含む。１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、イオン交換媒体、有機抽出剤、膜又はそれらの組合せを使用してリチウム不純物を選択的に抽出することを含む。１つ以上の実施形態において、イオン交換媒体は、層状アルミン酸リチウム吸着剤を含む。１つ以上の実施形態において、層状アルミン酸リチウム吸着剤は、ｐＨ中性条件又は弱酸性条件下でリチウム不純物を選択的に抽出する。１つ以上の実施形態において、有機抽出剤は、より高い温度で浸出溶液からリチウム不純物を選択的に抽出し、より低い温度でリチウム不純物を放出する。

【００９６】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、直接リチウム抽出の精製、不純物除去工程は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液中のリチウム不純物のほとんどではないとしても少なくとも一部を除去する。方法の１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の少なくとも一部を選択的に除去することは、元々原料に由来していた浸出溶液からの不純物の該当する部分を除去し、それにより、純度要件を満たす、結晶化金属硫酸塩など、電池の材料の製造において後に使用され得るより清浄な／より純粋な浸出溶液を形成する。１つ以上の実施形態において、リチウム不純物の一部を選択的に

除去することは、元々原料中にあった浸出溶液中のリチウム不純物の約５０％～約９９％、又は約６０％～約９９％、又は約７０％～約９９％、又は約８０％～約９９％を選択的に除去することを含む。

【００９７】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、リチウム不純物が浸出溶液から直接リチウム抽出によって選択的に抽出されると、次に、それらは、さらなる処理又は廃棄物処分のために下流に送られ得る。リチウム不純物の除去後、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液は、さらなる処理を続け得る。方法の１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、精製、成分除去工程前に行われる。方法の１つ以上の実施形態において、直接リチウム抽出は、精製、成分除去工程後に行われる。

【００９８】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、浸出溶液から非結晶化金属硫酸塩を結晶化して、結晶化金属硫酸塩を形成することをさらに含む。１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液を、非結晶化金属硫酸塩を選択的に結晶化するのに十分な条件下で晶析装置中に導入することを含む。１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を選択的に結晶化することは、$NiSO_4$、$CoSO_4$及び／又は$MnSO_4$のいずれか１つ又は組合せを溶液から（例えば、供給材料に応じて、マンガンなどに対して、減圧下などで強制循環晶析装置により）選択的に結晶化して、母液中で結晶化金属硫酸塩を製造することを含み得る。次に、これらの結晶化金属硫酸塩は、晶析装置から排出され、それによりそれらを母液から単離し得る。１つの結晶化サイクル（例えば、１つの晶析装置を用いる）が結晶化金属硫酸塩を製造するのに不十分である（例えば、より汚れた供給材料で生じ得る）場合、晶析装置から排出された結晶は、純水に溶解されてから、再結晶化されるために第２の結晶化サイクル（例えば、第２の晶析装置を用いる）に導入され得る。

【００９９】

様々なタイプの晶析装置は、浸出溶液からの非結晶化金属硫酸塩の選択的な結晶化に影響を与えるのに好適であり得る。このような晶析装置としては、限定されないが、蒸発晶析装置、強制循環（ＦＣ）晶析装置、間接的な強制循環（ＩＦＣ）晶析装置及びドラフトチューブバッフル（ＤＴＢ）晶析装置が挙げられる。このような晶析装置についての条件及び操作パラメータは、結晶化される金属硫酸塩のタイプ及び純度並びに／又は浸出溶液中の不純物のタイプ及び濃度に応じて選択され得る。例えば、結晶化中の晶析装置からの母液の放出及び放出が行われる速度は、例えば、不純物の結晶化を選択的に阻害することにより、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与え得る。特定の不純物の結晶化を選択的に阻害するために放出速度を選択することは、異なる不純物の結晶化を阻害し得るよりも、特定の不純物の結晶化を阻害する可能な放出速度の範囲内に晶析装置放出速度を設定することを指す。放出速度は、それが特定の不純物の結晶化の阻害を最大にするように選択され得る。不純物は、ナトリウム、カリウムなどであり得る。母液のより高い放出速度を使用することは、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与え得る母液中の不純物及び他の成分のより低い濃度を維持するのに役立つ。さらに、不純物の溶解度は、温度依存的であり得；したがって、晶析装置温度及び晶析装置放出速度を選択することは、結晶化される金属硫酸塩の純度を制御するのに有効であり得る。不純物の溶解度は、浸出溶液及び／又は母液中に存在する自由水の量にも依存し得；晶析装置中の水のレベルを制御することは、結晶化される金属硫酸塩の純度を制御する有効な手段であり得る。例えば、ある場合には、金属硫酸塩は、金属硫酸塩水和物として溶液から結晶化し（すなわち結晶化金属硫酸塩及び水分子が結晶の不可欠な部分として明確な比率で組み合わされる）、それが母液中の水の濃度を減少させる。自由水の濃度を減少させることにより、母液中の不純物（例えばナトリウム、カリウムなど）の濃度はまた、それらが溶液から結晶化し、結晶化金属硫酸塩の純度に影響を与える点まで増加し得る。しかしながら、十分な量の水が浸出溶液及び／若し

くは晶析装置中である場合には母液に加えられる場合又は過剰な水の該当する量が上流の処理後に浸出溶液中に残っている場合（例えば、少なくとも水和物形成により失われることが予想されるのと同程度の水）、該当する自由水の存在は、溶液からの不純物の結晶化を阻害し得る。

【０１００】

結晶化後、母液は、望ましくない塩／金属（例えば、Li_2SO_4、Ｍｇ、Ｎａなど）及び残留する非結晶化金属硫酸塩を依然として含有し得る。溶液中の残留する望ましくない材料から、残留する非結晶化金属硫酸塩を選択的に回収するために、母液は、晶析装置から「放出」され、塩基性化されて、非結晶化金属硫酸塩が不溶性の塩基性金属塩（例えば、$Ni(OH)_2$、$Co(OH)_2$、$Mn(OH)_2$などの金属水酸化物）に転化される。得られる塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）が母液から沈殿し、ろ過によって母液から単離され得る。例えば、塩基性金属塩は、ろ過、濃縮及びろ過又は遠心分離によって回収され得る。得られる沈殿された金属水酸化物は、洗浄又は再パルプ化されて、スラリーも形成し得るが、次にプロセスの浸出及び／又は成分除去段階で導入される酸を中和するために上流で使用され、それにより金属水酸化物を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻し、次にそれが下流の結晶化によって単離され得る。中和剤として塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）を使用することは、外部の中和剤を導入する必要性を低下させ且つ／又はなくし；これは、試薬の使用（及び関連するコスト）を減少させ、本来であれば不純物の共沈及び結晶化金属硫酸塩の汚染を回避するために晶析装置放出速度をより高くすることを必要とし得る、生成物の純度に影響を与え得る不純物のさらなる供給源（例えば、外部の中和剤からのカチオンNa^+、K^+、Li^+、Ca^{2+}、Mg^{2+}）を減少させ且つ／又はなくす。ある場合には、十分な量の塩基性金属塩、例えば中和剤として使用するために利用可能な金属水酸化物があることを確実にするために、母液が晶析装置から放出され、塩基性化されて、金属水酸化物を形成する速度は、形成される金属水酸化物の量が、浸出及び／又は精製段階で導入される酸の量と少なくともおよそ均等であるか又はおよそ均等であるように制御され得る。さらに、中和剤として塩基性金属塩（例えば、金属水酸化物）を使用することは、浸出溶液内で塩基性金属塩を転化して金属硫酸塩に戻す。次に、転化された金属硫酸塩を含む浸出溶液は、晶析装置に進み、転化された金属硫酸塩は、母液から結晶化され、単離され得る。母液を単離及び塩基性化して、溶液中の非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化し、且つ中和剤としてそれらの塩基性金属塩を使用して、塩基性金属塩を転化して、後に結晶化によって単離され得る金属硫酸塩に戻すこのループは、特定の原料から得られる単離された結晶化金属硫酸塩の収率を改善し得る。

【０１０１】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、浸出溶液から金属硫酸塩を結晶化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を含む母液中の結晶化金属硫酸塩を形成することと；母液から結晶化金属硫酸塩を分離することと；母液の一部を塩基性化して、残留する非結晶化金属硫酸塩を塩基性金属塩に転化することと；金属硫酸塩の結晶化の上流で塩基性金属塩を使用することとを含む。１つ以上の実施形態において、上流で塩基性金属塩を使用することは、塩基性金属塩を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻すことを含む。１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩を転化して非結晶化金属硫酸塩に戻すことは、塩基性金属塩を使用して、金属硫酸塩の結晶化の上流で酸を中和することを含む。１つ以上の実施形態において、塩基性金属塩は、金属水酸化物を含む。１つ以上の実施形態において、金属水酸化物は、水酸化ニッケル、水酸化コバルト又は水酸化マンガンのいずれか１つ又は組合せを含む。

【０１０２】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、リチウム不純物を含む原料を前浸出することを含み、図６に示される処理方法が提供され、ここで、原料は、黒色塊原料であり；原料は、前浸出されて、リチウム不純物の第１の部分を除去し、前浸出された原料及びリチウム不純物を含む溶液を形成し；不純物を含む溶液は、塩基性化されて、プロセスの上流で使用するためにニッケル、マンガン及び／又はコバルト水酸化物（す

なわちＮＭＣ（ＯＨ）$_2$）を沈殿させ；次に、前浸出された原料は、浸出され、成分除去工程に供されて、非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液を形成し；精製された浸出溶液は、晶析装置中に導入され、ニッケル、マンガン及び／又はコバルト（ＮＭＣ）硫酸塩は、結晶化される。

【０１０３】

処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、方法は、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を精製することを含み、図７に示される処理方法が提供され、ここで、原料は、黒色塊原料であり；原料は、浸出されて、非結晶化金属硫酸塩及びリチウム不純物を含む浸出溶液を形成し；次に、浸出溶液は、直接リチウム抽出（ＤＬＥ）を伴う精製、不純物除去工程に供されて、リチウム不純物の一部を選択的に抽出し、その後、浸出溶液は、成分除去工程に供され、抽出されたリチウム不純物は、下流に送られ；非結晶化金属硫酸塩を含む精製された浸出溶液は、晶析装置中に導入され、ニッケル、マンガン及び／又はコバルト（ＮＭＣ）硫酸塩は、結晶化される。

【０１０４】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、金属硫酸塩は、硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び／又は硫酸コバルトの任意の組合せを含む。方法の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、浸出溶液から硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び硫酸コバルトのいずれか１つ又は２つを選択的に結晶化することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、非結晶化金属硫酸塩を結晶化することは、水溶液から硫酸ニッケル、硫酸マンガン及び硫酸コバルトの任意の組合せを選択的に結晶化することを含む。方法の１つ以上の実施形態において、結晶化金属硫酸塩は、電池グレード結晶化金属硫酸塩又は電気めっきグレード結晶化金属硫酸塩である。

【０１０５】

リチウム不純物のための処理方法の１つ以上の１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス及び／又は直接リチウム抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のリチウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、浸出溶液が晶析装置中に導入される場合、前浸出プロセス及び／又は直接リチウム抽出が行われない場合と比べて、単段生成物収率の増加がある。リチウム不純物のための処理方法のいずれか１つの１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス及び／又は直接リチウム抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のリチウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、浸出溶液が晶析装置中に導入される場合、前浸出プロセス及び／又は直接リチウム抽出が行われない場合と比べて、晶析装置放出速度が低下され得る。１つ以上の実施形態において、単段生成物収率の増加又は晶析装置放出速度の低下があり、ＣＡＰＥＸ及びＯＰＥＸコストの減少がある。方法の１つ以上の実施形態において、前浸出プロセス及び／又は直接リチウム抽出は、非結晶化金属硫酸塩を含む浸出溶液中のリチウム不純物レベルを低下させるか又はなくし、それにより、方法は、リチウム不純物の純度要件を満たす結晶化金属硫酸塩を提供する。

【０１０６】

本明細書に記載される実施形態は、あくまでも例であることが意図される。特定の実施形態に対する改変形態、変更形態及び変形形態が当業者によって行われ得る。特許請求の範囲は、本明細書に記載される特定の実施形態によって限定されるべきではなく、全体として本明細書と一致するように解釈されるべきである。

【０１０７】

本明細書で言及される全ての刊行物、特許及び特許出願は、本発明が関連する技術分野の当業者の技能のレベルを示し、それぞれの個々の公開特許又は特許出願が、参照により援用されることが具体的に且つ個々に示されるのと同程度に参照により本明細書に援用される。

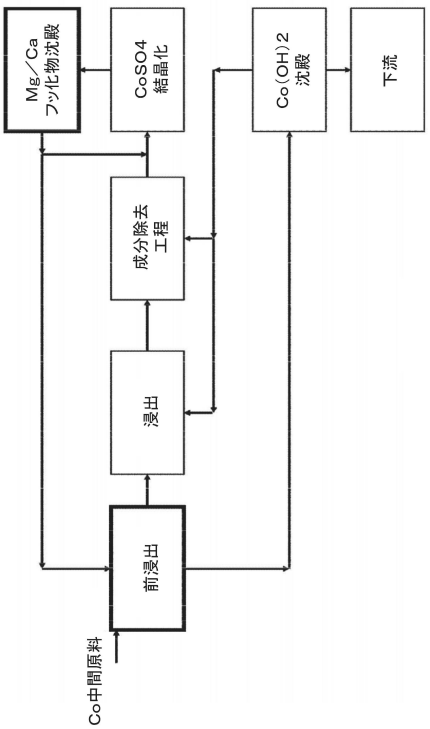
【０１０８】

本発明はこのように記載されているが、それは、多くの点で変化され得ることが明らかであろう。このような変化形態は、本発明の趣旨及び範囲からの逸脱と見なされるべきで

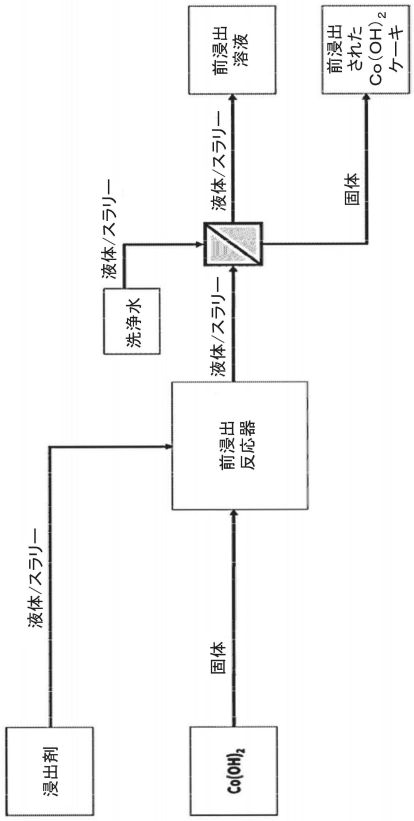
はなく、当業者に明らかであろう全てのこのような変更形態は、以下の特許請求の範囲内に含まれることが意図される。

【図面】

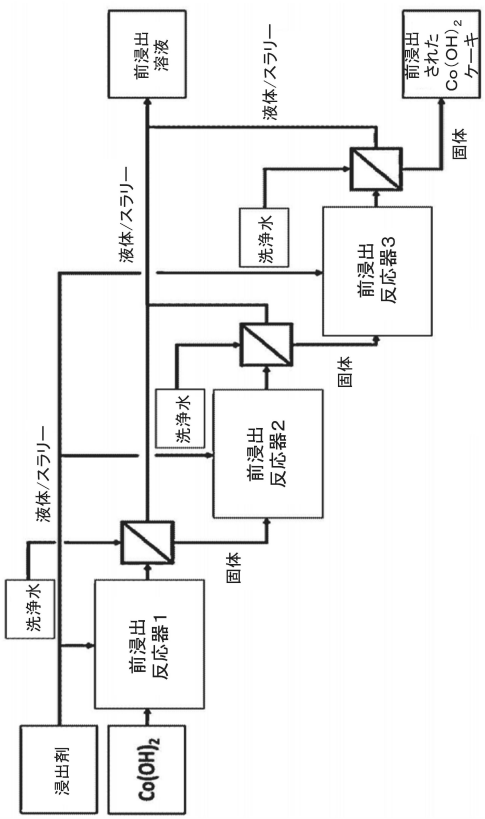
【図１】



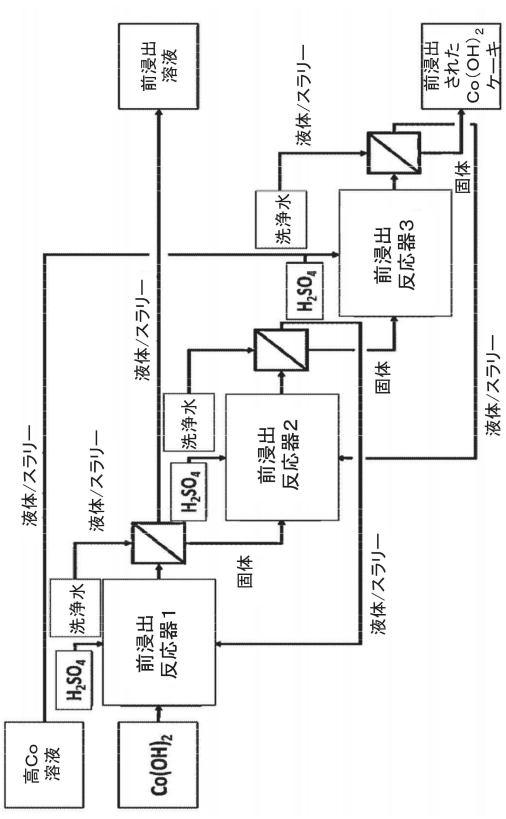
【図２】



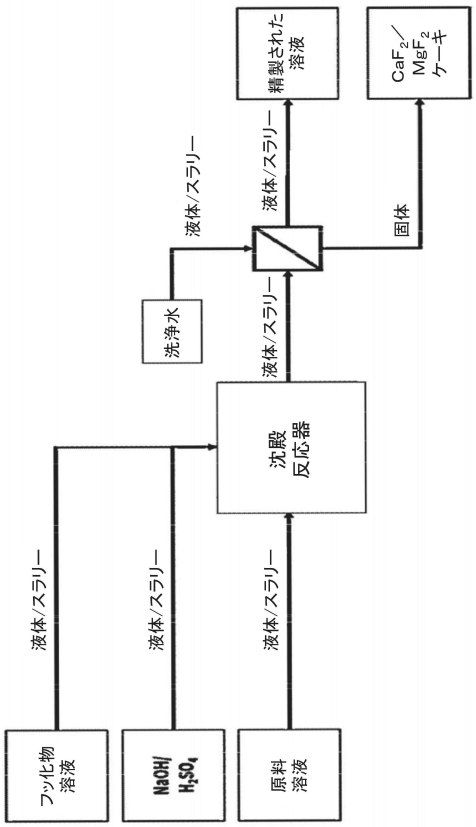
【図３】


浸出剤
$Co(OH)_2$
洗浄水
前浸出反応器1
前浸出反応器2
前浸出反応器3
洗浄水
液体/スラリー
固体
前浸出溶液
前浸出されたCo(OH)2ケーキ

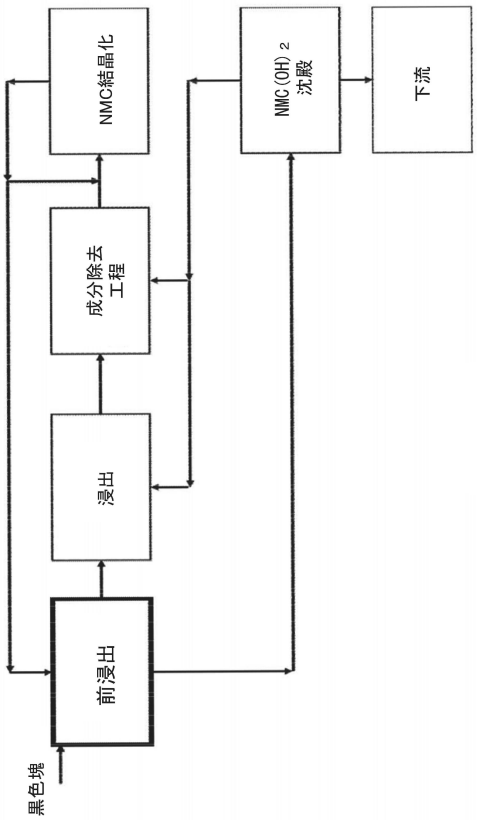
【図４】


高Co溶液
$Co(OH)_2$
H_2SO_4
洗浄水
前浸出反応器1
前浸出反応器2
前浸出反応器3
液体/スラリー
固体
前浸出溶液
前浸出されたCo(OH)2ケーキ

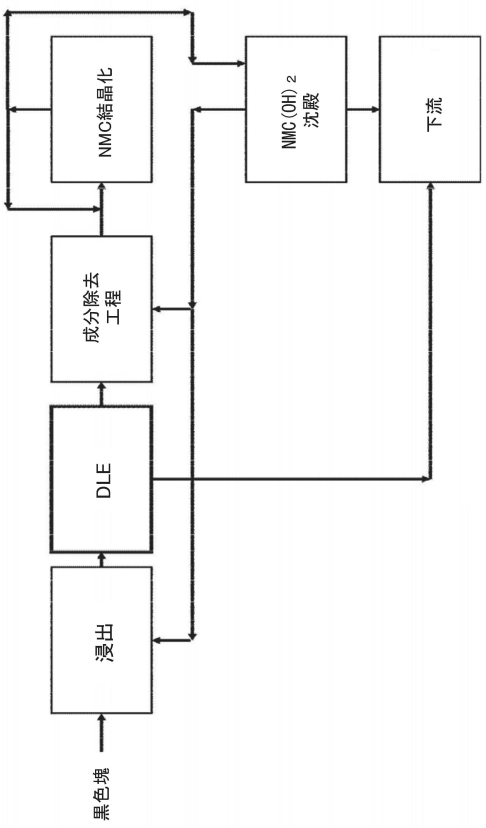
【図５】


フッ化物溶液
$NaOH/H_2SO_4$
原料溶液
沈殿反応器
洗浄水
液体/スラリー
固体
精製された溶液
CaF_2/MgF_2ケーキ

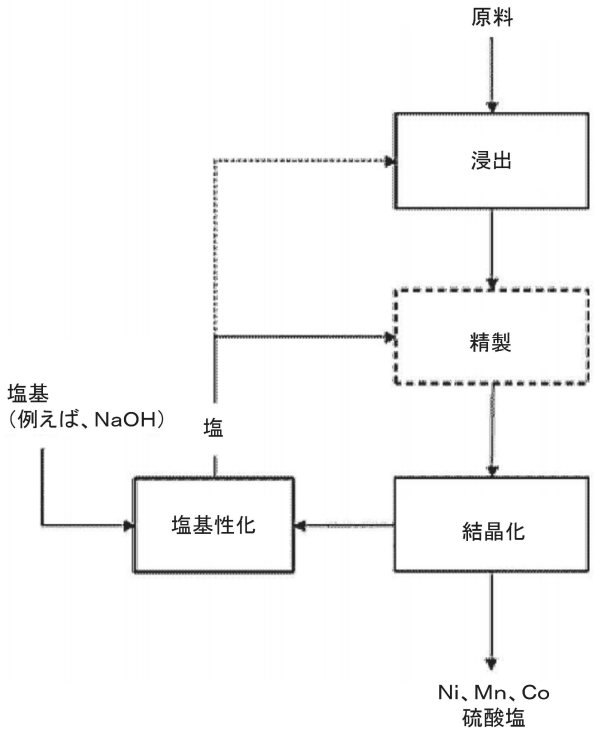
【図６】


黒色塊
前浸出
浸出
成分除去工程
NMC結晶化
$NMC(OH)_2$沈殿
下流

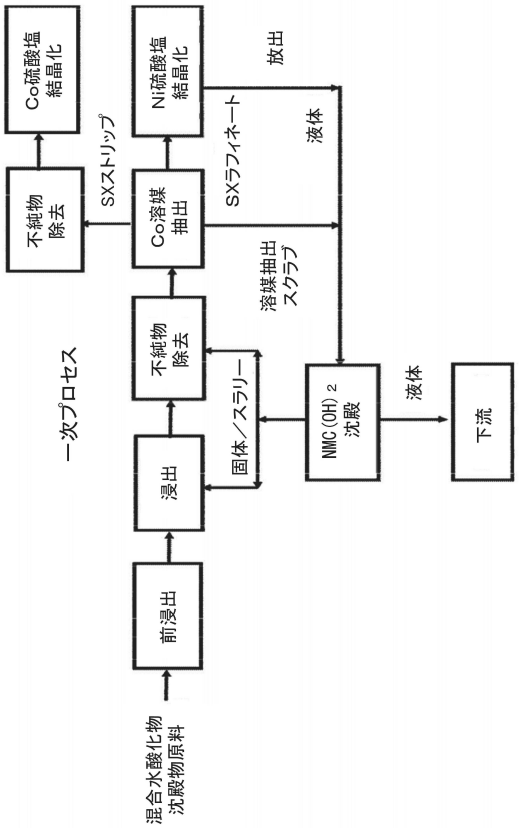
【図７】


NMC結晶化
NMC(OH)2 沈殿
下流
成分除去 工程
DLE
浸出
黒色塊

【図８】


原料
浸出
精製
塩基 （例えば、NaOH）
塩
塩基性化
結晶化
Ni、Mn、Co 硫酸塩

【図９】


Co硫酸塩 結晶化
Ni硫酸塩 結晶化
放出
SXストリップ
SXラフィネート
液体
不純物 除去
Co溶媒 抽出
溶媒抽出 スクラブ
一次プロセス
不純物 除去
固体／スラリー
NMC(OH)2 沈殿
液体
下流
浸出
前浸出
混合水酸化物 沈殿物原料

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2021/051557

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC: ***C22B 3/04*** (2006.01), ***C01B 17/96*** (2006.01), ***C01G 45/10*** (2006.01), ***C01G 51/10*** (2006.01), ***C01G 53/10*** (2006.01), ***C22B 3/22*** (2006.01) (more IPCs on the last page)

CPC: **C22B 3/04** (2020.01), C01B 17/96 (2020.01), C01G 45/10 (2020.01), C01G 51/10 (2020.01), C01G 53/10 (2020.01), C22B 3/22 (2021.05) (more CPCs on the last page)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC: C22B-023/00 , C22B-047/00 , C22B-003/08 , C22B-007/00 , C22B-026/12 , C01G-051/10 , C01G-045/10 , C01G-053/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used)
FAMPAT (Questel), Scopus, Google Patents

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN103011296A (NANFANG MANGANESE IND) 03 April 2013 (03-04-2013)	2, 4-8
X	CN102534223A (HUNAN BRUNP RECYC. TECH.) 04 July 2012 (04-07-2012)	15, 18, 34, 37, 46
X	CN109055757A (JISHOU UNIVERSITY) 21 December 2018 (21-12-2018)	15, 17
X	WO2017139852A1 (LI TECHNOLOGY) 24 August 2017 (24-08-2017)	34, 36
P, Y	US10995014B1 (HATCH) 04 May 2021 (04-05-2021)	
P, X	CN113106257A (GUANGDONG JIANA ENER. TECH.) 13 July 2021 (13-07-2021)	

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

*	Special categories of cited documents:	"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"D"	document cited by the applicant in the international application	"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	"&"	document member of the same patent family
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		

Date of the actual completion of the international search 31 January 2022 (31-01-2022)	Date of mailing of the international search report 10 February 2022 (10-02-2022)
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 819-953-2476	Authorized officer Jay Fothergill (819) 639-8455

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2021/051557

IPC:
C22B 3/44 (2006.01), *C22B 23/00* (2006.01), *C22B 26/12* (2006.01), *C22B 26/20* (2006.01), *C22B 26/22* (2006.01), *C22B 47/00* (2006.01)

CPC:
C22B 3/44 (2021.05), C22B 23/00 (2020.01), C22B 26/12 (2020.01), C22B 26/20 (2020.01), C22B 26/22 (2020.01), C22B 47/00 (2020.01)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CA2021/051557

Patent Document Cited in Search Report	Publication Date	Patent Family Member(s)	Publication Date
CN103011296A	03 April 2013 (03-04-2013)	CN103011296B	10 December 2014 (10-12-2014)
CN102534223A	04 July 2012 (04-07-2012)	CN102534223B	17 September 2014 (17-09-2014)
CN109055757A	21 December 2018 (21-12-2018)	CN109055757B	03 April 2020 (03-04-2020)
WO2017139852A1	24 August 2017 (24-08-2017)	AU2017220394A1	23 August 2018 (23-08-2018)
		AU2017220394B2	23 December 2021 (23-12-2021)
		CA3014623A1	24 August 2017 (24-08-2017)
		EP3417082A1	26 December 2018 (26-12-2018)
		EP3417082A4	28 August 2019 (28-08-2019)
		JP2019508587A	28 March 2019 (28-03-2019)
		JP6964084B2	10 November 2021 (10-11-2021)
		US2019185963A1	20 June 2019 (20-06-2019)
		US10894997B2	19 January 2021 (19-01-2021)
US10995014B1	04 May 2021 (04-05-2021)	US2022009793A1	13 January 2022 (13-01-2022)
		WO2022009004A1	13 January 2022 (13-01-2022)
CN113106257A	13 July 2021 (13-07-2021)	None	

フロントページの続き

(51)国際特許分類	FI	テーマコード（参考）
H01M 10/54 (2006.01)	C22B 3/26	
	H01M 10/54	

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,IT,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

カナダ，オンタリオ州 エム４ティー １ケイ７，トロント、グレンローズ アヴェニュー １２１

(72)発明者 マーク ジョセフ マチャド

カナダ，オンタリオ州 エル８ビー １ダブリュ８，ウォーターダウン、ミル ストーン テラス ２０

Ｆターム（参考） 4G048 AA03 AB02 AC06 AE05
4K001 DB01 DB23
5H031 EE01 EE03 EE04 HH03 HH06 RR02