

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 138 009

21 N° d'enregistrement national : 23 06508

51 Int Cl⁸ : H 01 M 4/13 (2023.01), H 01 M 4/36

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 22.06.23.

30 Priorité : 14.07.22 CN 202210829321.7.

71 Demandeur(s) : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. Société de droit Chinois — CN et HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. Société de droit Chinois — CN.

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 19.01.24 Bulletin 24/03.

72 Inventeur(s) : FANG Zhenqi, LI Changdong, LIU Genghao, RUAN Dingshan et SHI Qianqian.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

73 Titulaire(s) : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. Société de droit Chinois, HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. Société de droit Chinois.

○ Demande(s) d'extension :

74 Mandataire(s) : ETNA.

54 PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UN MATÉRIAU PRÉCURSEUR DE CATHODE TERNAIRE À FAIBLE TENEUR EN SOUFRE ET À SURFACE SPÉCIFIQUE ÉLEVÉE.

57 La présente divulgation concerne un procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée, et appartient au domaine des matériaux pour batteries aux ions lithium. Dans la présente divulgation, l'utilisation d'un filtre continu avec un dispositif de pulvérisation pour concentrer un matériau de réaction permet d'éliminer uniformément les impuretés de soufre dans une étape de réaction, sans que l'environnement de réaction et l'efficacité de production ne soient affectés, ni que de nouvelles impuretés ne soient introduites. En outre, en éliminant la liqueur mère au moyen d'une filtration par aspiration à pression négative, le matériau peut être oxydé uniformément de manière contrôlée, et la surface spécifique du matériau précurseur de cathode ternaire est uniformément augmentée, de sorte que pendant le frittage, les ions lithium pénètrent plus facilement à l'intérieur des particules du matériau précurseur de cathode ternaire, conduisant ainsi à une capacité plus élevée. La liqueur alcaline utilisée dans la présente divulgation pendant la pulvérisation peut être recyclée, ce qui réduit la consommation d'eau de lavage et d'alcalin ainsi que le rejet d'eaux usées.

(à publier avec la figure 2)

FR 3 138 009 - A1



Description

Titre de l'invention : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UN MATÉRIAU PRÉCURSEUR DE CATHODE TERNAIRE À FAIBLE TENEUR EN SOUFRE ET À SURFACE SPÉCIFIQUE ÉLEVÉE

Domaine technique

[0001] La présente divulgation concerne le domaine des matériaux pour batteries aux ions lithium, en particulier un procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée.

CONTEXTE

[0002] Ces dernières années, la société se préoccupant de plus en plus des questions énergétiques, divers produits électroniques de haute technologie ont été développés rapidement, et le développement des matériaux de stockage de l'énergie est également entré dans une période de développement rapide. À l'heure actuelle, les batteries aux ions lithium sont les plus utilisées dans le domaine de l'alimentation électrique et du stockage de l'énergie, et les matériaux ternaires nickel-cobalt-manganèse détiennent la plus grande part de marché parmi les matériaux de cathode des batteries à ions lithium.

[0003] À l'heure actuelle, les matériaux ternaires nickel-cobalt-manganèse disponibles sur le marché sont principalement produits au moyen d'un procédé de coprécipitation, c'est-à-dire qu'un sulfate métallique, un précipitant et un agent complexant sont ajoutés en parallèle à une cuve de réaction, cristallisés et précipités dans des conditions technologiques contrôlées, puis lavés et séchés afin d'obtenir une poudre solide d'hydroxyde. Dans ce procédé de préparation, l'utilisation d'un sulfate comme matière première entraîne une concentration trop élevée de radicaux sulfates dans le système de réaction et, pendant la précipitation, les radicaux sulfates sont adsorbés à la surface des particules de précipité et enrichis à l'intérieur et à la surface d'un matériau précurseur de cathode ternaire au fur et à mesure que les particules grossissent, ce qui affecte les propriétés électriques du matériau ternaire.

[0004] Pour résoudre ce problème, un procédé de traitement conventionnel actuel implique un lavage alcalin ou une lixiviation alcaline dans une section du procédé de lavage, mais cela ne peut que réduire le soufre à la surface du produit. Le brevet chinois CN 112582605 A indique que pendant la précipitation, lorsque les particules atteignent une certaine taille, l'alimentation est arrêtée, le précipité est lavé, puis les particules sont retournées dans une cuve de réaction pour continuer à croître. Bien que ce procédé permette d'éliminer les impuretés de soufre de diverses coquilles par étapes, l'arrêt de l'alimentation réduit l'efficacité de la production, et seules les impuretés contenues

dans les coquilles sphériques d'un rayon spécifique peuvent être éliminées, ce qui entraîne un enrichissement inégal des impuretés de soufre dans les sphères. Les brevets chinois CN 110817975 A et CN 103342395 A indiquent que la concentration de radicaux sulfates dans l'environnement de réaction est réduite en remplaçant la liqueur mère dans le processus de réaction, de manière à atteindre l'objectif de réduction des impuretés de soufre. Toutefois, ce procédé nécessite de maintenir la stabilité de l'environnement de réaction et de compléter avec précision la matière première de sulfate, un précipitant et un agent complexant ; en outre, un contrôle précis des paramètres tels que la température d'une solution supplémentaire est également nécessaire, le contrôle est compliqué, et les exigences de raffinement sont élevées, et la difficulté d'opération est grande ; en outre, le processus de complément de liquide augmente la consommation d'eau par unité de produit et augmente le coût de production. Le brevet chinois CN 109279661 A divulgue un procédé d'ajout d'un additif et d'un surfactant pendant la précipitation pour réduire l'énergie de surface du précipité, de manière à réduire l'adsorption des impuretés de soufre par les particules du produit ; toutefois, l'additif et le surfactant peuvent également rester à l'intérieur et à la surface du produit, ce qui entraîne l'introduction de nouvelles impuretés.

[0005] Par conséquent, la mise au point d'un procédé de préparation d'un matériau ternaire nickel-cobalt-manganèse permettant de réduire l'introduction d'impuretés de soufre à partir de la source, sans introduire d'autres nouvelles impuretés et sans réduire l'efficacité de la production, est à l'heure actuelle un sujet de recherche brûlant.

RÉSUMÉ

[0006] Un objet de la présente divulgation comprend de fournir un procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire avec une introduction réduite d'impuretés de soufre afin de surmonter les inconvénients susmentionnés de l'art antérieur. Le matériau précurseur de cathode ternaire préparé par ce procédé présente non seulement une teneur en soufre relativement faible, mais également une surface spécifique élevée.

[0007] Pour atteindre l'objet ci-dessus, la solution technique utilisée par la présente divulgation est un procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée, comprenant les étapes suivantes :

[0008] S1. mélanger une solution saline soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés, une liqueur alcaline et un agent complexant dans un rapport souhaité, et agiter le mélange dans une cuve de réaction ;

[0009] S2. concentrer le matériau dans la cuve de réaction à l'aide d'un filtre continu doté d'un dispositif de pulvérisation, où une liqueur mère contenue dans le matériau est soumise à une filtration par aspiration à pression négative pour former un gâteau de filtrage, une liqueur alcaline chaude est ensuite pulvérisée sur le gâteau de filtrage au moyen du dispositif de pulvérisation, le gâteau de filtrage entre en contact avec de

l'oxygène et, enfin, le gâteau de filtrage est raclé, et le matériau est renvoyé dans la cuve de réaction pour y subir une nouvelle croissance ; et

[0010] S3. une fois que le matériau a atteint la taille de particule souhaitée, arrêter l'alimentation et soumettre le matériau au vieillissement, au lavage à l'eau, au séchage, au criblage et à la démagnétisation afin d'obtenir le matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée.

[0011] Dans la présente divulgation, le dispositif de pulvérisation est installé sur le filtre continu, et le filtre continu avec le dispositif de pulvérisation sont utilisés pour concentrer le matériau dans la cuve de réaction. Une liqueur mère est éliminée au moyen d'une filtration par aspiration à pression négative dans une section avant du filtre continu, le matériau peut être oxydé uniformément de manière contrôlée, la surface de contact entre l'oxygène et le matériau est augmentée, ce qui améliore l'efficacité de l'oxydation et évite l'introduction d'un oxydant dans la cuve de réaction pouvant introduire des impuretés et provoquer une oxydation incontrôlable. La surface spécifique du matériau précurseur de cathode ternaire est uniformément augmentée et, pendant le frittage du matériau ternaire, les ions lithium pénètrent plus facilement à l'intérieur des particules, ce qui permet d'obtenir une capacité plus élevée. Dans une phase ultérieure, un alcalin chaud est pulvérisé uniformément sur le gâteau de filtrage au moyen du dispositif de pulvérisation qui a la même largeur qu'une bande filtrante, le SO_4^{2-} à la surface des particules de matériau et à une certaine profondeur peut être éliminé. Grâce à la filtration par pression négative, le filtrat peut être collecté pour être recyclé. En outre, l'atmosphère au-dessus du gâteau de filtrage est contrôlée de manière à ce qu'une certaine quantité d'oxygène entre en contact avec la couche de gâteau de filtrage de manière uniforme. En outre, en contrôlant la quantité d'oxydation, la surface spécifique du précipité est augmentée.

[0012] Dans la présente divulgation, la pulvérisation est effectuée pendant la croissance du matériau, de sorte que le matériau est lavé à l'alcalin pendant la croissance, ce qui permet de surmonter le défaut rencontré avec un lavage alcalin chaud traditionnel qui ne peut éliminer les impuretés de soufre que de la surface et de la couche la plus externe dans les limites de 1 à 2 μm , réduisant ainsi l'introduction d'impuretés de soufre à partir de la source.

[0013] De préférence, à l'étape S1, la solution de sel soluble est une solution de sulfate.

[0014] Plus préférablement, à l'étape S1, la concentration ionique des métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés dans la solution saline soluble est de 1 à 3 mol/L.

[0015] De préférence, à l'étape S1, la liqueur alcaline est une solution d'hydroxyde de sodium ou une solution d'hydroxyde de potassium.

[0016] Plus préférablement, à l'étape S1, la liqueur alcaline a une concentration de 30 à 35%. Si la concentration de la liqueur alcaline est trop faible, l'eau dans la solution

sera augmentée, ce qui réduira l'efficacité de la pulvérisation.

- [0017] De préférence, à l'étape S1, l'agent complexant est de l'ammoniac aqueux, de l'hydrate d'hydrazine ou de l'acide éthylènediamine tétraacétique (EDTA).
- [0018] De préférence, à l'étape S1, le rapport volumétrique entre la solution de sel soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et la liqueur alcaline est de (66-200) : (34-40).
- [0019] Il convient de noter que, dans la présente divulgation, le rapport volumétrique de la solution saline soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés à la liqueur alcaline est déterminé par la concentration ionique des métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et la concentration de la liqueur alcaline, et le rapport molaire des ions métalliques mélangés de nickel, de cobalt et de manganèse aux ions hydroxydes dans la liqueur alcaline est de 2 : 1.
- [0020] De préférence, à l'étape S1, le rapport volumique entre la solution de sel soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et l'agent complexant est de 100 : 5-10.
- [0021] Il convient de noter que, dans la présente divulgation, le rapport molaire entre les ions métalliques mélangés de nickel, de cobalt et de manganèse et les ions complexants dans l'agent complexant est de 0,01 : 0,5.
- [0022] De préférence, à l'étape S1, la température de la cuve de réaction est comprise entre 50 et 70 °C.
- [0023] De préférence, à l'étape S1, la vitesse d'agitation est de 200 à 500 tours/minute.
- [0024] De préférence, à l'étape S2, l'épaisseur du gâteau de filtrage est <10 cm. Si l'épaisseur du gâteau de filtrage est trop importante, l'efficacité de la pulvérisation d'alcalin chaud sera affectée.
- [0025] De préférence, à l'étape S2, la vitesse d'alimentation du matériau pendant la concentration est de 8 à 12 m/h.
- [0026] De préférence, à l'étape S2, la concentration en oxygène est de 15 à 25%.
- [0027] De préférence, à l'étape S3, la taille des particules du matériau est de 10 à 15 µm.
- [0028] Il convient de noter que la taille des particules du matériau est déterminée en fonction des exigences expérimentales et, dans la présente divulgation, la taille des particules du matériau est de 10 à 15 µm.
- [0029] De préférence, à l'étape S3, la liqueur alcaline chaude a une température de 65-85 °C, une concentration de 1-5% et une vitesse de pulvérisation de 0,5-3 m²/h.
- [0030] Les effets bénéfiques de la présente divulgation résident dans le fait que la présente divulgation fournit un procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée, dans lequel, en utilisant le filtre continu avec le dispositif de pulvérisation pour concentrer le matériau de réaction, les impuretés de soufre peuvent être uniformément éliminées dans l'étape de

réaction, l'environnement du système de réaction et l'efficacité de production sont à peine affectés, et également, aucune nouvelle impureté n'est introduite. En éliminant la liqueur mère au moyen d'une filtration par aspiration à pression négative, le matériau peut être oxydé uniformément de manière contrôlée, et la surface spécifique du matériau précurseur de cathode ternaire est uniformément augmentée, de sorte que pendant le frittage du matériau ternaire, les ions lithium pénètrent plus facilement à l'intérieur des particules, conduisant ainsi à une capacité plus élevée. La liqueur alcaline utilisée dans la présente divulgation pendant la pulvérisation peut être recyclée et, en outre, aucun lavage alcalin supplémentaire n'est nécessaire pour le lavage ultérieur du matériau précurseur de cathode ternaire, ce qui réduit la consommation d'eau de lavage et d'alcalin ainsi que le rejet d'eaux usées.

Brève description des dessins

[0031] La [Fig.1][Fig.1] est un diagramme schématique fonctionnel de chaque partie du filtre continu avec le dispositif de pulvérisation selon la présente divulgation, où les numéros de référence suivants désignent les éléments suivants. 1. arbre de transmission du tissu de filtrage, 2. plateau de filtre de liqueur mère, 3. supplément d'atmosphère, 4. pulvérisation d'alcalin chaud, 5. mesureur de pression partielle d'oxygène, 6. plateau de filtre de liqueur alcaline, 7. couvercle extérieur, 8. récupération de liqueur alcaline, et 9. récupération de liqueur mère.

[0032] La figure [Fig.2] est une image SEM du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée de l'exemple 1.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE

[0033] Afin de mieux illustrer l'objet, la solution technique et les avantages de la présente divulgation, la présente divulgation sera illustrée plus en détail ci-dessous en conjonction avec des exemples spécifiques.

[0034] Exemple 1

[0035] Cet exemple est un exemple du procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la présente divulgation. Le procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée de cet exemple comprend les étapes suivantes :

[0036] S1. ajouter une solution de sulfate à 2 mol/L d'un mélange de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse, 32% d'hydroxyde de sodium et 20% d'ammoniaque aqueuse dans une cuve de réaction, en parallèle, dans un rapport de volume de 100 : 37 : 8, et en agitant le mélange à une vitesse de 300 tours/minute à une température de 60°C ;

[0037] S2. transporter le matériau débordant de la cuve de réaction vers le filtre illustré à la [Fig.1] au moyen d'une pompe, où la liqueur mère contenue dans le matériau est

soumise à une filtration par aspiration à pression négative, un déflecteur est ajusté pour contrôler l'épaisseur du gâteau de filtrage à 7 cm, la vitesse d'alimentation est de 10 m/h, la concentration d'oxygène au-dessus du gâteau de filtrage est de 18%, la température de l'alcalin chaud est de 80°C, la concentration de l'alcalin chaud est de 2% et la vitesse de pulvérisation de l'alcalin chaud est de 1 m³/h ; le matériau est transporté jusqu'à une extrémité du filtre, raclé par un racleur, écrasé par une paire de rouleaux, puis ramené sous le niveau du liquide dans la cuve de réaction ; et

[0038] S3. après que le matériau dans la cuve de réaction a atteint 15 µm, arrêter l'alimentation et soumettre le matériau à un lavage à l'eau dans une centrifugeuse et à un séchage dans un séchoir à disque pour obtenir le matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée.

[0039] Exemple 2

[0040] Les différences entre cet exemple et l'exemple 1 résident uniquement dans le fait que : à l'étape S1, le rapport volumétrique entre la solution de sulfate de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés, l'hydroxyde de sodium et l'ammoniac aqueux était de 100 : 37 : 6 ; à l'étape S2, la concentration d'oxygène au-dessus du gâteau de filtrage était de 20 % ; et à l'étape S3, après que le matériau dans la cuve de réaction a atteint 10 µm, l'alimentation a été interrompue.

[0041] Exemple 3

[0042] La différence entre cet exemple et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S1, la solution de sulfate de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés avait une concentration molaire de 1 mol/L.

[0043] Exemple 4

[0044] La différence entre cet exemple et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S1, la solution de sulfate de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés avait une concentration molaire de 3 mol/L.

[0045] Exemple 5

[0046] La différence entre cet exemple et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S1, le rapport volumique entre la solution de sulfate de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et l'ammoniaque aqueuse était de 100 : 5.

[0047] Exemple 6

[0048] La différence entre cet exemple et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S1, le rapport volumique entre la solution de sulfate de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et l'ammoniaque aqueuse était de 100 : 10.

[0049] Exemple comparatif 1

[0050] La différence entre cet exemple comparatif et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S2, aucune pulvérisation d'alcalin chaud n'a été utilisée.

[0051] Exemple comparatif 2

- [0052] Les différences entre cet exemple comparatif et l'exemple 1 résident uniquement dans le fait qu'à l'étape S2, aucune pulvérisation d'alcalin chaud n'a été utilisée et qu'à l'étape S3, un lavage à l'alcalin chaud a été ajouté lors de l'étape de lavage dans une centrifugeuse.
- [0053] Exemple comparatif 3
- [0054] La différence entre cet exemple comparatif et l'exemple 1 réside uniquement dans le fait qu'à l'étape S2, au lieu d'introduire de l'air, de l'azote a été utilisée et a été mise en contact avec le gâteau de filtrage.
- [0055] Exemple comparatif 4
- [0056] Les différences entre cet exemple comparatif et l'exemple 1 résident dans le fait qu'à l'étape S2, le matériau contenu dans la cuve de réaction a débordé dans un concentrateur général microporeux pour être concentré, et qu'à l'étape S3, un lavage alcalin chaud a été ajouté au stade du lavage dans une centrifugeuse.
- [0057] Exemple d'effet
- [0058] Les teneurs en soufre des matériaux précurseurs de cathode ternaires des exemples 1 à 6 et des exemples comparatifs 1 à 4 ci-dessus ont été mesurées, et la surface spécifique a été testée au moyen d'un procédé d'essai BET. Les résultats sont présentés dans le tableau 1 ci-dessous.
- [0059] [Tableaux1]

No.	Teneur en S (% en poids)	BET (m ² /g)
Exemple 1	0,035	16,7
Exemple 2	0,030	18,5
Exemple 3	0,032	17,2
Exemple 4	0,047	16,3
Exemple 5	0,038	17,6
Exemple 6	0,032	15,9
Exemple comparatif 1	0,280	14,3
Exemple comparatif 2	0,195	14,8
Exemple comparatif 3	0,055	10,2
Exemple comparatif 4	0,205	9,7

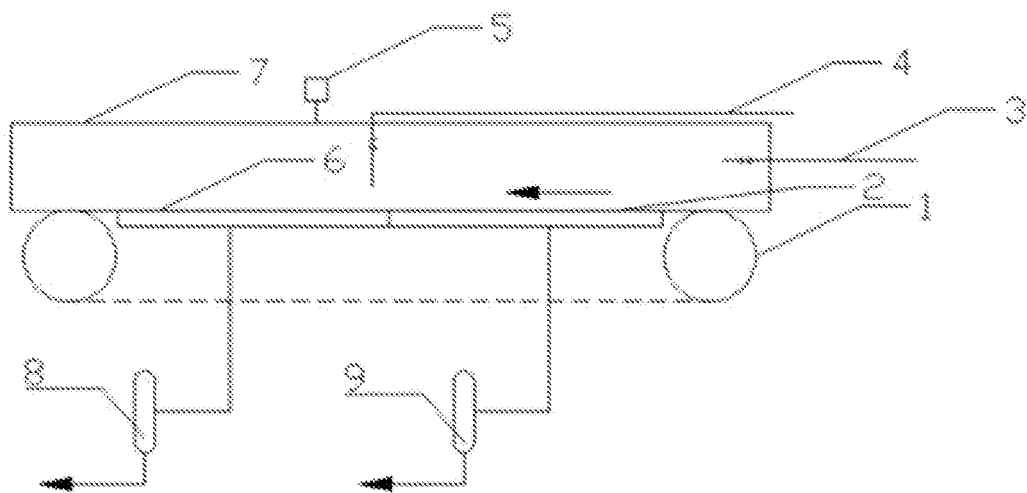
- [0060] D'après les résultats du tableau 1, dans les exemples 1 à 6, l'utilisation de la pulvérisation d'une liqueur alcaline chaude pour éliminer les impuretés de soufre pendant le processus de croissance du matériau a eu des effets remarquables sur l'élimination du soufre, a permis d'obtenir une teneur en soufre relativement faible et a pu éliminer les impuretés de soufre à partir de la source. En outre, en contrôlant la teneur en oxygène au-dessus du gâteau de filtrage pour oxyder le matériau, les trichites ont pu être manifestement affinées, la morphologie du matériau précurseur de cathode ternaire était uniforme et la surface spécifique du matériau précurseur de cathode ternaire a été considérablement augmentée. En revanche, l'exemple comparatif 1 a présenté une teneur en soufre plus élevée car aucune pulvérisation d'alcalin chaud n'a été utilisée. Dans l'exemple comparatif 2, bien qu'un lavage alcalin chaud ait été utilisé, un lavage alcalin conventionnel a été utilisé dans l'étape de lavage de l'étape S3, de sorte que seulement 30% environ des impuretés de soufre ont pu être éliminées, ce qui a entraîné une teneur en soufre de 0,195%. Dans l'exemple comparatif 3, la surface spécifique du matériau précurseur de cathode ternaire final a été plus faible car le matériau n'a pas été oxydé. Dans l'exemple comparatif 4, étant donné qu'aucune filtration par aspiration à pression négative et aucune pulvérisation d'alcalin chaud n'ont été utilisées et qu'un lavage alcalin conventionnel a été effectué lors de l'étape de lavage de l'étape S3, le matériau précurseur de cathode ternaire final a présenté une teneur en soufre plus élevée et également une surface spécifique plus faible.
- [0061] En conclusion, le procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire selon la présente divulgation peut préparer un matériau précurseur de cathode ternaire avec une faible teneur en soufre et une surface spécifique élevée sans affecter l'efficacité de production, et réduire la consommation d'eau et d'alcalin ainsi que le rejet d'eaux usées pendant la préparation, présentant ainsi des avantages évidents en termes de coûts.
- [0062] Enfin, il convient de noter que les exemples ci-dessus servent uniquement à illustrer la solution technique de la présente divulgation, sans en limiter la portée. Bien que la présente divulgation ait été décrite en détail en référence aux modes de réalisation préférés, les personnes ayant des compétences ordinaires dans le domaine comprendront que la solution technique de la présente divulgation peut être modifiée ou remplacée de manière équivalente sans s'écarter de l'essence ni de la portée de la solution technique de la présente divulgation.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de préparation d'un matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée, comprenant les étapes suivantes :
- S1. mélanger une solution saline soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés, une liqueur alcaline et un agent complexant dans un rapport souhaité, et agiter le mélange dans une cuve de réaction ;
- S2. concentrer le matériau dans la cuve de réaction à l'aide d'un filtre continu doté d'un dispositif de pulvérisation, dans lequel une liqueur mère contenue dans le matériau est soumise à une filtration par aspiration à pression négative pour former un gâteau de filtrage, une liqueur alcaline chaude est ensuite pulvérisée sur le gâteau de filtrage au moyen du dispositif de pulvérisation, le gâteau de filtrage entre en contact avec de l'oxygène et, enfin, le gâteau de filtrage est raclé, et le matériau est renvoyé dans la cuve de réaction pour y subir une nouvelle croissance ; et
- S3. une fois que le matériau a atteint la taille de particule souhaitée, arrêter l'alimentation et soumettre le matériau au vieillissement, au lavage à l'eau, au séchage, au criblage et à la démagnétisation afin d'obtenir le matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée.
- [Revendication 2] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, la solution de sel soluble est une solution de sulfate.
- [Revendication 3] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, la concentration ionique des métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés dans la solution de sel soluble est de 1 à 3 mol/L.
- [Revendication 4] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, la liqueur alcaline est une solution d'hydroxyde de sodium ou une solution d'hydroxyde de potassium.
- [Revendication 5] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la reven-

- dication 1, dans lequel, à l'étape S1, la liqueur alcaline a une concentration comprise entre 30 et 35%.
- [Revendication 6] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, le rapport volumique entre la solution de sel soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et la liqueur alcaline est de (66-200) : (34-40).
- [Revendication 7] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, le rapport volumique entre la solution de sel soluble de métaux de nickel, de cobalt et de manganèse mélangés et l'agent complexant est de 100 : 5-10.
- [Revendication 8] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S1, la cuve de réaction a une température de 50-70 °C et une vitesse d'agitation de 200-500 tours/minute.
- [Revendication 9] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S2, l'épaisseur du gâteau de filtrage est <10 cm.
- [Revendication 10] Procédé de préparation du matériau précurseur de cathode ternaire à faible teneur en soufre et à surface spécifique élevée selon la revendication 1, dans lequel, à l'étape S3, la liqueur alcaline chaude a une température de 65-85°C, une concentration de 1-5%, et une vitesse de pulvérisation de 0,5-3 m²/h.

[Fig. 1]



[Fig. 2]

