



(12) DEMANDE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 38442 A1** (51) Cl. internationale : **C22B 59/00; C22B 3/26**
- (43) Date de publication : **31.10.2016**

-
- (21) N° Dépôt : **38442**
- (22) Date de Dépôt : **08.11.2013**
- (30) Données de Priorité : **05.03.2013 RU 2013109742**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
N° Dépôt international Date D'entrée en phase nationale
PCT/RU2013/000990 22.09.2015
- (71) Demandeur(s) :
**OPENED JOINT STOCK COMPANY "UNITED CHEMICAL COMPANY URALCHEM",
10, Presnenskaya naberezhnaya Moscow, 123317 (RU)**
- (72) Inventeur(s) :
**GENKIN, Mikhail Vladimirovich ; EVTUSHENKO, Aleksey Vladimirovich ; KOMKOV,
Aleksey Aleksandrovich ; SAFIULINA, Alfiya Minerovna ; SPIRIDONOV, Vasilii
Sergeevich ; SHVETSOV, Sergey Vladimirovich**
- (74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY TMP AGENTS

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE RÉEXTRACTION DE MÉTAUX DE TERRES RARES À PARTIR DE SOLUTIONS ORGANIQUES ET DE PRÉPARATION DE CONCENTRÉ DE MÉTAUX DE TERRES RARES**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé pour la récupération de métaux de terres rares (REM) à partir de solutions acides aqueuses diluées comprenant des étapes d'extraction en phase liquide de REM dans une phase organique et de réextraction de REM de la phase organique, la réextraction étant effectuée par précipitation de REM en une phase solide sous la forme d'un sel peu soluble d'un acide fort ($pK_a < 0$). La récupération des REM dans le concentré peut atteindre 99 % au cours d'un stade de la réextraction.

طريقة لإعادة استخلاص العناصر الأرضية النادرة من محاليل عضوية وتحضير صورة مركزة من

العناصر الأرضية النادرة

الملخص

5 يتعلق الاختراع الحالي بطريقة لاستخلاص العناصر الأرضية النادرة (REM) من محاليل حمضية مائية مخففة تشتمل على خطوات استخلاص في الوسط السائل ل REM إلى طور عضوي وإعادة استخلاص REM من الطور العضوي، حيث يتم تنفيذ عملية إعادة الاستخلاص بترسيب REM على هيئة طور صلب في صورة ملح شحيح الذوبان لحمض قوي (pKa أقل من صفر). تصل درجة استخلاص REM في الصورة المركزة إلى حوالي 99 % خلال مرحلة واحدة من عملية إعادة الاستخلاص. 10

طريقة لإعادة استخلاص العناصر الأرضية النادرة من محاليل عضوية وتحضير صورة مركزة من

العناصر الأرضية النادرة

الوصف الكامل

المجال التقني 5

يتعلق الاختراع الحالي بتقنيات للاستخلاص في الوسط السائل، بصفة خاصة، تحضير صورة مركزة من العناصر الأرضية النادرة (REM) في حالة المعادن الحديدية وغير الحديدية، خلال معالجة نفايات الصناعات الكيميائية ومعالجة المعادن، بالإضافة إلى تنقية مياه المناجم والماء الصناعي المهودور.

الخلفية التقنية

10 عمليات الاستخلاص في الوسط السائل هي عمليات شائعة الاستخدام لاستخلاص وتركيز المكونات القيمة، وخصوصا REM.

تم الكشف عن عزل الصورة المركزة من REM من محاليل النيترات باستخدام مواد استخلاص عضوية استنادا إلى مركبات فوسفور عضوية متعادلة (يفضل تراي بيوتيل فوسفات - TBP) وعزل الصورة المركزة من REM من محاليل الكلوريد باستخدام مواد استخلاص عضوية تستند إلى أحماض فوسفور عضوية (ويفضل داي-2- إيثيل هكسيل) حمض فوسفوريك - DEHPA) وذلك على سبيل المثال

15 في () Chemistry and technology of rare and trace elements (rus). Part 2. Ed. Bolshakov K.A., Moscow, High School, 1976, p. 360; Slavetsky A.I. etc. Extraction of REM by DEHPA and TBP. Radiochemistry (rus), 1989, No. 1, p. 25-31; Stryapkov A.V., Salnikova E.V. Influence

9

of amine nature on REM extraction by a mixture of amines and alkylphosphorous extractants.

.(Vestnik OGU (rus), 2004, No. 5, p. 121-124

اهتم الباحثون اهتماما كبيرا بنقل مركبات معينة من محاليل مائية إلى محاليل عضوية (عمليات الاستخلاص) واهتموا بصورة أقل كثيرا بالعمليات العكسية (عمليات إعادة الاستخلاص).

5 طريقة استخلاص العناصر الأرضية النادرة من الجبس الفوسفوري بمعالجته بحمض نيتريك ثم

استخلاص العناصر الأرضية النادرة (REE) باستخدام أكسيد فوسفين هي طريقة معروفة

(Martynova I.N. et al. Research of distribution of REE in the course of extraction from acidic)

nitrate-phosphate solutions. Collected articles "Processing and physico-chemical properties of

compounds of rare elements. Apatity, 1984, pp. 6-8 (Rus). يتمثل عيب هذه الطريقة في الحاجة

10 إلى تراي ألكيل أكسيد فوسفين الغالي الثمن واستحالة الإزالة الكاملة للطور السائل من REE من

الطور العضوي. علاوة على ذلك، بسبب الفقد الكبير في تراي ألكيل أكسيد فوسفين مع الطور

السائل، تعتبر هذه الطريقة غير اقتصادية وتتطلب مرافق إضافية لاستخدام التراي ألكيل أكسيد

فوسفين.

طريقة استخلاص العناصر النادرة من الأنحلاط الخاصة بها باستخدام إعادة الاستخلاص في اتجاهين

15 متخالفين باستخدام محلول حمض معدني، وخصوصا ماء مقطر محمض حتى تركيز 0.05 مول/ لتر

باستخدام HNO₃ أو حمض حتى تركيز 1.0 مول/ لتر بحمض هيدروكلوريك هي طريقة معروفة

(البراءة الروسية رقم 2049133). يتمثل عيب هذه الطريقة في عدم اكتمال استخلاص REM

والحصول على REM في صورة محلول مخفف منخفض التركيز.

هناك طريقة معروفة لمعالجة الصورة المركزة من الفوسفات المحتوي على عناصر أرضية نادرة تتضمن معالجة الصورة المركزة بالتسخين في وجود كمية زائدة من حمض الأوكساليك لترسيب أوكسالات ل REM (البراءة الروسية رقم 2344079)، ولكن هذه الطريقة محدودة الاستخدام بسبب استعمال حمض الأوكساليك مرتفع الثمن.

5 بذلك، يتم عادة تنفيذ إعادة استخلاص REM باستخدام أحماض مركزة، أو ماء (بصفة خاصة، عند درجة حرارة مرتفعة)، أو كربونات أو محاليل قلوية. إعادة الاستخلاص في الطور السائل باستخدام أحماض مركزة هو إجراء مناسب للعمليات التي تستخدم فيها مستخلصات عضوية بها محتوى مرتفع من REM. إذا كان تركيز REM في الطور العضوي منخفضاً، كما يحدث غالباً عند استخلاص المكون المستهدف من المحاليل الملحية المخففة التي بها محتوى مرتفع من الشوائب، تسمح إعادة الاستخلاص بالحمض بالحصول على محاليل ذات تركيز منخفض ل REM يصل إلى 10 جم/ لتر.

10 إعادة الاستخلاص باستخدام الكربونات أو محاليل قلوية يسمح للمرء بالحصول على راسب مركز من REM، ومع ذلك يترافق ذلك مع خسائر في الحمض الذي يمر في المحلول العضوي خلال خطوة استخلاص REM، واستهلاك مرتفع لمادة الاستخلاص، وظهور كميات كبيرة من المحاليل للأملاح المعدنية القلوية أو أملاح الأمونيوم، مع خسائر متزايدة في مادة الاستخلاص العضوية نتيجة لزيادة ذوبانها في الطور المائي. عمليات إعادة الاستخلاص بالمياه لها كل هذه العيوب، وإعادة الاستخلاص بمحاليل الأوكسالات هي عملية محدودة نتيجة لاستخدام حمض الأوكساليك المكلف.

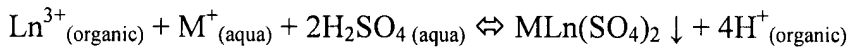
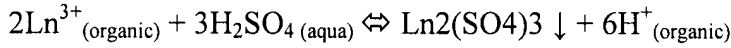
الكشف عن الاختراع

يهدف الاختراع الحالي إلى استحداث طريقة لإعادة استخلاص REM من محاليل عضوية في صورة مركزة في الطور الصلب بدون معادلة الحمض الموجود في الطور العضوي باستخدام عوامل رخيصة

متوفرة تجاريا. في الاختراع الحالي، يستخدم تعبير "REM" للدلالة على اللانثانيدات واليتريوم. كذلك، يتم استخدام الرمز "Ln" لهذه العناصر.

تم حل هذه المشكلة باستخدام حمض معدني قوي (pKa أقل من 0)، يكوّن ملح شحيح الذوبان لـ REM، كمادة إعادة الاستخلاص. يفضل استخدام حمض كبريتيك بتركيز 30-70 % بالوزن.

5 استخدام محاليل فوسفات الصوديوم، فوسفات البوتاسيوم، كبريتات الأمونيوم أو كبريتات المغنيسيوم في حمض الكبريتيك، أو الهيدروكلوريك، أو النيتريك، بالإضافة إلى محاليل كبريتات اللانثانيدات لهذه الأحماض، ممكن أيضا. يمكن شرح العملية بالمعادلات التالية، حيث M هي Na أو K:



10 كاتيونات الهيدروجين الموجودة في مادة إعادة الاستخلاص لها نشاط مرتفع وتزيح ذرات REM من المعقد العضوي. بسبب قلة الذوبان في الطور السائل، تترسب كبريتات REM، مما يزيح الاتزان تجاه إعادة الاستخلاص.

15 يتم عادة تنفيذ استخلاص REM من محلول النترات أو الكلوريد، لذلك فإن كاتيونات الطور العضوي تحتوي على الحمض المناظر. إعادة استخلاص هذا الحمض بألية كاتيون لا تحدث بسبب النشاط المرتفع لحمض الكبريتيك في طور إعادة الاستخلاص المائي. علاوة على ذلك، فإن تبادل أيونات النترات والكلوريد بأيونات الكبريتات بين طوري إعادة الاستخلاص العضوي والمائي لا تحدث أيضا.

بذلك، لا يتم غسل الحمض من على مادة الاستخلاص العضوية أثناء إعادة الاستخلاص باستخدام حمض الكبريتيك، وتستمر العملية أساسا بدون فقد الحمض في مادة استخلاص عضوية ويطرسب REM في الطور الصلب بتركيز يبلغ 95 % (بدلالة الملح المناظر شحيح الذوبان).

9

أكسيد فوسفين في الكيروسين، تراي بيوتيل فوسفات في الكيروسين، داي-(2- إيثيل هكسيل) حمض فوسفوريك (DEHPA) ومواد الاستخلاص الأخرى المعروفة في هذا المجال يمكن استخدام كمادة استخلاص عضوية لمركبات REM.

النسبة المفضلة بين الطور العضوي والمائي هي 500:1 إلى 1:2. نسبة استخلاص REM في الصورة المركزة وفقا للطريقة الخاصة بالاختراع الحالي تصل إلى 99% خلال مرحلة واحدة من عملية إعادة الاستخلاص.

بعد إعادة الاستخلاص اللانثانيدات، مادة الاستخلاص يمكن أن تحتوي على حمض كبريتيك، أو أنيونات كبريتات. إذا تم تنفيذ استخلاص REM من محاليل كالسيوم، فإن تلامس الطور خلال إعادة تدوير الطور العضوي يؤدي إلى تكوين راسب، يمكن أن يسد جهاز الاستخلاص (على سبيل المثال، الخلاط-وسيلة الترسيب من النوع الصندوقي). لذلك، قبل العودة إلى مرحلة الاستخلاص، يتم غسل مادة الاستخلاص باستخدام محلول ملح كالسيوم، ويتم فصل الراسب المتكون. يفضل استخدام النتائج المنقى بالإذابة من استخلاص REM والذي يتم الحصول عليه بعد ترشيح الصورة المركزة من REM لعمليات الغسيل.

الوصف التفصيلي

سيتم شرح الاختراع الحالي بمزيد من التفصيل فيما يلي باستخدام نماذج توضيحية، تخدم أغراض التوضيح فقط ولا يقصد بها الحد من نطاق الاختراع الحالي الذي تحدده عناصر الحماية الملحقة.

مثال رقم 1.

تمت معالجة 100 جزء حجمي من مستخلص REM في تراي بيوتيل فوسفات مخففة (TBP) تحتوي على 1.5 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 120 جم/ لتر من HNO_3 باستخدام 10 أجزاء من 60 % بالوزن حمض كبريتيك. تم فصل الطور الحمضي (المائي) والراسب، تم غسل الراسب بالأسيتون حتى الوصول إلى خليط تفاعل متعادل وتم تجفيفه. احتوت الصورة المركزة على 45% Ln_2O_3 (78 % $\text{Ln}_2(\text{SO}_4)_3$ بدلالة الكبريتات). احتوى الحمض على 2.2 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 0.2 جم/ لتر من أنيونات النترات.

تمت معالجة الطور العضوي مرة أخرى باستخدام 10 أجزاء من 60 % بالوزن حمض كبريتيك. لم يلاحظ حدوث ترسيب، كان محتوى REM في الطور العضوي أقل من 0.01 جم/ لتر. بذلك، تم تنفيذ إعادة الاستخلاص وإعادة الاستخلاص الكاملة خلال مرحلة واحدة.

تمت معالجة مادة الاستخلاص العضوية باستخدام 100 أجزاء من محلول يحتوي على 60 جم/ لتر HNO_3 و 200 جم/ لتر $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. عندما تلامست الأطوار المائية والعضوية مع بعضها، تكوّن راسب غزير من كبريتات الكالسيوم. تم فصل الأطوار. كان محتوى الحمض في مادة الاستخلاص العضوية 128 جم/ لتر، محتوى الحمض في المحلول المائي كان 64 جم/ لتر.

مثال رقم 2.

تمت معالجة 100 جزء حجمي من مستخلص REM في تراي بيوتيل فوسفات مخففة (TBP) تحتوي على 1.5 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 120 جم/ لتر من HNO_3 باستخدام 50 جزء من محلول يحتوي على 30 % بالوزن حمض كبريتيك و 13 % بالوزن MgSO_4 . تم فصل الطور السائل والراسب، تم غسل الراسب بالأسيتون حتى الوصول إلى خليط تفاعل متعادل وتم تجفيفه. احتوت الصورة المركزة

على 42% Ln_2O_3 (73% $\text{Ln}_2(\text{SO}_4)_3$ بدلالة الكبريتات). احتوى الطور السائل على 3.2 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 0.15 جم/ لتر من أنيونات النترات.

تمت معالجة الطور العضوي بـ 10 أجزاء من 60% بالوزن حمض كبريتيك. لم يلاحظ حدوث ترسيب، محتوى REM في الطور العضوي كان أقل من 0.01 جم/ لتر. بذلك، تم تنفيذ إعادة الاستخلاص وإعادة الاستخلاص الكاملة خلال مرحلة واحدة.

تمت معالجة مادة الاستخلاص العضوية باستخدام 100 جزء من محلول يحتوي على 60 جم/ لتر HNO_3 و 200 جم/ لتر $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. عندما تلامست الأطوار المائية والعضوية مع بعضها، تكوّن راسب غزير من كبريتات الكالسيوم. تم فصل الأطوار. كان محتوى الحمض في مادة الاستخلاص العضوية 120 جم/ لتر، محتوى الحمض في المحلول المائي كان 61 جم/ لتر.

مثال رقم 3.

تمت معالجة 100 جزء حجمي من مستخلص REM في تراي بيوتيل فوسفات مخففة (TBP) تحتوي على 1.5 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 120 جم/ لتر من HNO_3 باستخدام 10 أجزاء من محلول يحتوي على 240 جم/ لتر HNO_3 و 300 جم/ لتر K_2SO_4 . تم فصل الطور السائل والراسب، تم غسل الراسب بالأسيتون حتى الوصول إلى خليط تفاعل متعادل وتم تجفيفه. احتوت الصورة المركزة على 34.5% Ln_2O_3 (82% $\text{KLn}(\text{SO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ بدلالة الكبريتات). احتوى الطور السائل على 0.5 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 232 جم/ لتر من HNO_3 . احتوى الطور العضوي على 123 جم/ لتر من HNO_3 .

10

15

9

تمت معالجة الطور العضوي باستخدام 10 أجزاء من 60 % بالوزن حمض كبريتيك. لم يلاحظ حدوث ترسيب، محتوى REM في الطور العضوي كان أقل من 0.01 جم/ لتر. بذلك، تم تنفيذ إعادة الاستخلاص وإعادة الاستخلاص الكاملة خلال مرحلة واحدة.

مثال رقم 4.

5 تمت معالجة 200 جزء حجمي من مستخلص REM في محلول 20 % من ترائي ألكيل أكسيد فوسفين في كيروسين تم نزع المواد العطرية منه ويحتوي على 2.1 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 30 جم/ لتر من HNO_3 باستخدام 1 جزء من 45 % بالوزن H_2SO_4 . تم فصل الطور الحمضي (المائي) والراسب، تم غسل الراسب بالأسيتون حتى الوصول إلى خليط تفاعل متعادل وتم تجفيفه. احتوت الصورة المركزة على 57 % Ln_2O_3 (98 % $\text{Ln}_2(\text{SO}_4)_3$ بدلالة الكبريتات). احتوى الطور الحمضي على 2.4 جم/ لتر من Ln_2O_3 و 0.1 جم/ لتر من أنيونات النترات. 10

تمت معالجة الطور العضوي بـ 10 أجزاء من 45 % بالوزن حمض كبريتيك. لم يلاحظ حدوث ترسيب، محتوى REM في الطور العضوي كان أقل من 0.01 جم/ لتر. بذلك، تم تنفيذ إعادة الاستخلاص وإعادة الاستخلاص الكاملة خلال مرحلة واحدة.

15 تمت معالجة مادة الاستخلاص العضوية باستخدام 100 أجزاء من محلول يحتوي على 60 جم/ لتر HNO_3 و 200 جم/ لتر $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. عندما تلامست الأطوار المائية والعضوية مع بعضها، تكوّن راسب غزير من كبريتات الكالسيوم. تم فصل الأطوار. كان محتوى الحمض في مادة الاستخلاص العضوية 30 جم/ لتر، محتوى الحمض في المحلول المائي كان 60 جم/ لتر.

مثال رقم 5.

9

تمت معالجة 500 جزء حجمي من مستخلص REM في محلول 30 % من داي-(2)- إيثيل هكسيل) حمض فوسفوريك في كيروسين تم نزع المواد العطرية منه ويحتوي على 2.1 جم/ لتر من Ln_2O_3 باستخدام 1 جزء من 70 % بالوزن H_2SO_4 . تم فصل الطور الحمضي (المائي) والراسب، تم غسل الراسب بالأسيتون حتى الوصول إلى خليط تفاعل متعادل وتم تجفيفه. احتوت الصورة المركزة على 51 % Ln_2O_3 (5،88 % $\text{Ln}_2(\text{SO}_4)_3$ بدلالة الكبريتات). احتوى الطور الحمضي على 3.5 جم/ لتر من Ln_2O_3 .

تمت معالجة الطور العضوي بـ 10 أجزاء من 70 % بالوزن حمض كبريتيك. لم يلاحظ حدوث ترسيب، محتوى REM في الطور العضوي كان أقل من 0.01 جم/ لتر. بذلك، تم تنفيذ إعادة الاستخلاص الكاملة خلال مرحلة واحدة.

تمت معالجة مادة الاستخلاص العضوية باستخدام 100 أجزاء من محلول يحتوي على 50 جم/ لتر CaCl_2 . عندما تلامست الأطوار المائية والعضوية مع بعضها، تكوّن راسب غزير من كبريتات الكالسيوم.

في حين تم وصف هذا الاختراع بالتفصيل أعلاه، فسوف يدرك الفرد المتمرس في هذا المجال أن هناك تعديلات وتبديلات معادلة يمكن إجراؤها، وهذه التعديلات والتبديلات تقع ضمن نطاق هذا الاختراع الذي تحدده عناصر الحماية الملحقة.

عناصر الحماية

1. طريقة لاستخلاص العناصر الأرضية النادرة (REM) من محلول حمضي مائي مخفف 1
 تشتمل على خطوات الاستخلاص في الوسط السائل لـ REM إلى طور عضوي وإعادة 2
 استخلاص REM من الطور العضوي، حيث يتم تنفيذ عملية إعادة الاستخلاص بترسيب 3
 REM على هيئة طور صلب في صورة ملح شحيح الذوبان لحمض قوي (pKa أقل من 4
 0).

2. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 1، حيث يتم اختيار مادة الاستخلاص 1
 المستخدمة باعتبارها الطور العضوي من مجموعة تتكون من أكسيد فوسفين في 2
 الكيروسين، تراي بيوتيل فوسفات في الكيروسين، داي-(2- إيثيل هكسيل) حمض 3
 فوسفوريك (DEHPA).

3. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 1، حيث يكون الملح الشحيح الذوبان لـ REM 1
 هو كبريتات REM. 2

4. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 1، حيث يتم تنفيذ عملية إعادة استخلاص 1
 مركبات REM باستخدام حمض كبريتيك، خليط من H_2SO_4 مع HCl أو HNO_3 ، خليط 2
 من $M(HSO_4)_n$ مع H_2SO_4 و HCl أو HNO_3 ، حيث M هي ذرة Na، K، Mg أو REM. 3

5. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 4، حيث يتم استخدام محلول مائي من حمض 1
 الكبريتيك 30-70% لعملية إعادة الاستخلاص. 2

6. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 1، حيث تكون النسبة بين الطور العضوي 1
 والطور المائي 500:1 إلى 1:2. 2

7. الطريقة المذكورة في عنصر الحماية رقم 2، حيث يتم غسل مادة الاستخلاص بعد 1

9

- 2 إعادة استخلاص REM باستخدام محلول ملح كالسيوم، ويفضل عن طريق نتاج منقى
- 3 بالإذابة من استخلاص REM.



**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 38442	Date de dépôt : 08/11/2013 ; Date d'entrée en phase nationale : 22/09/2015
Déposant : OPENED JOINT STOCK COMPANY "UNITED CHEMICAL COMPANY URALCHEM"	Date de priorité: 05/03/2013
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE RÉEXTRACTION DE MÉTAUX DE TERRES RARES À PARTIR DE SOLUTIONS ORGANIQUES ET DE PRÉPARATION DE CONCENTRÉ DE MÉTAUX DE TERRES RARES	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents cités par l'examineur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 13/09/2016
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales

Cadre 1 : base du présent rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
9 Pages
- Revendications
7

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 22B 3/26, 59/00

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

EPOQUE, Orbit

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
Y	EP0026132 ; RHONE POULENC CHIM BASE ; 01-04-1981 Revendications 1,6, 15-17, 22-24.	1-7
Y	US5030424 ; ALCAN INT LTD ; 09-07-1991 Revendications	1-7
Y	RU2293781 ; INST KHIM I T REDKIKH EHLEMENT ; 20-02-2007 Paragraphe 3, 5	1-7
Y	RU2349652 ; OSSIJSKIJ KHIMIKO-TEKHOLOGICHESKIJ UNIVERSITET IM. D.I. MENDELEEVA ; 20-03-2009 Exemples 1, 5, 6	3

*Catégories spéciales de documents cités :

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté.

Cadre 4 : Remarques de Clarté

Il ressort clairement des opérations décrites dans les exemples donnés dans la description que la caractéristique « la ré-extraction est effectuée avec une solution aqueuse d'acide sulfurique d'une concentration de 30% à 70% ou un mélange de 240 g/l de HNO et 300 g/l K₂SO₄ » est essentielle à la définition de l'invention. La revendication indépendante 1 ne comporte pas cette caractéristique et ne satisfait donc pas aux exigences de l'article 10 du décret d'application de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications aucune Revendications 1-7	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : EP0026132
D2 : US5030424
D3 : RU2293781
D4 : RU2349652

1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents cités ne divulgue les caractéristiques revendiquées dans les revendications 1-7, donc l'objet des revendications 1-7 est nouveau selon l'article 26 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet de la revendication 1 (revendications 1, 6, 15-17, 22-24) décrit un procédé de récupération de métaux des terres rares (REM) à partir d'une solution acide aqueuse diluée, comprenant les étapes successives d'extraction en phase liquide de REM en une phase organique en utilisant l'acide phosphorique dialkylphenyl, les oxydes de trialkylphosphine, et ré-extraction de REM à partir de la phase organique, dans laquelle la ré-extraction est effectuée par précipitation de REM en tant que phase solide avec l'acide fluorhydrique dissous dans un acide fort sous la forme d'un sel.

L'objet de la revendication 1 diffère de ce document D1 en ce que la ré-extraction est effectuée avec une solution aqueuse d'acide sulfurique d'une concentration de 30% à 70% ou avec un mélange de 240 g/l de HNO et 300 g/l K₂SO₄.

Le problème à résoudre peut être considéré comme la fourniture d'une méthode alternative de récupération des métaux rares à partir d'une solution aqueuse diluée.

La solution proposée dans la revendication 1 ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 pour les raisons suivantes : D3 divulgue que les métaux rares peuvent être récupérés comme une phase solide sous la forme d'un sel d'acide sulfurique à partir d'une solution aqueuse sursaturée de l'acide sulfurique à une concentration supérieure à 30% (paragraphe 3,5).

Ainsi il est évident pour l'homme de métier d'utiliser une solution aqueuse à une concentration de 30 à 70% d'acide sulfurique pour la précipitation des métaux rares en tant que phase solide.

Les revendications dépendantes 2-7 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle se réfèrent, définit un objet qui satisfasse aux exigences d'activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. (voir les documents D1-D4).

Par conséquent, l'objet des revendications 1-7 n'implique pas une activité inventive conformément l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.