

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 56293 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 33/00; C01B 33/113; C01B 33/12; C01B 33/113**
- (43) Date de publication : **30.04.2024**

-
- (21) N° Dépôt : **56293**
- (22) Date de Dépôt : **12.04.2022**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE MOHAMMED VI POLYTECHNIQUE, Lot 660, Hay Moulay Rachid Benguerir (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **Dahbi Mouad ; Hdidou Loubna ; Alami Jones**
- (74) Mandataire : **Hicham GOURGUE**

-
- (54) Titre : **SILICE PURIFIEE A PARTIR DE SOUS-PRODUIT INDUSTRIEL ET SON UTILISATION COMME COMPOSANT D'ANODE POUR BATTERIES LITHIUM-ION**
- (57) Abrégé : L'invention consiste en un procédé de purification de silice récupérée à partir de déchets de catalyseurs d'acide sulfurique usés, comprenant les étapes de broyage, puis d'élimination des impuretés, et enfin de filtration et de séchage des particules de silice purifiées et l'utilisation de celles-ci dans la fabrication d'un composant d'anode destinée aux batteries lithium-ion, ou dans la préparation de l'acide hexafluoro-silicique.

RESUME

L'invention consiste en un procédé de purification de silice récupérée à partir de déchets de catalyseurs d'acide sulfurique usés, comprenant les étapes de broyage, puis d'élimination des impuretés, et enfin de filtration et de séchage des particules de silice purifiées et l'utilisation de celles-ci dans la fabrication d'un composant d'anode destinée aux batteries lithium-ion, ou dans la préparation de l'acide hexafluoro-silicique.

10 Figure 2

**SILICE PURIFIEE A PARTIR DE SOUS-PRODUIT INDUSTRIEL ET SON UTILISATION COMME
COMPOSANT D'ANODE POUR BATTERIES LITHIUM-ION**

5 Domaine de l'invention

La présente invention concerne un procédé de purification de silice récupérée à partir de déchets de catalyseurs d'acide sulfurique usés et sa valorisation, entre autres, comme composant d'anode pour batteries lithium-ion (LIB).

10 Arrière-plan Technologique

Afin d'améliorer les performances de leurs procédés, la plupart des industries utilisent des catalyseurs, qui sont des entités chimiques qui contiennent des composés tels que métaux, phosphures métalliques, oxydes métalliques, sulfures métalliques, etc., et qui sont introduits dans des réacteurs pour accélérer la vitesse de réaction chimique [1].

15 Au fil du temps, le catalyseur utilisé se désactive en raison de divers facteurs, notamment la formation de coke, la précipitation de certains sels métalliques et l'adsorption de certains composés organiques. Après plusieurs traitements de régénération, qui sont généralement utilisés pour prolonger la durée de vie du catalyseur et permettre sa réutilisation, l'activité du catalyseur chute de manière drastique et les régénérations ultérieures deviennent non rentables. Par conséquent, les
20 catalyseurs usés sont déversés dans l'environnement en quantités importantes.

En raison de leur composition en éléments toxiques (V, Co, Ni, etc.) et des risques d'échauffement spontané, les catalyseurs usés ont été considérés comme des déchets solides dangereux par la « *Environmental Protection Agency* » (EPA) aux États-Unis. En plus des gaz toxiques libérés par les catalyseurs usés (usagés respectivement épuisés),

25

les métaux contenus, lorsqu'ils sont en contact avec l'eau, peuvent être lessivés dans l'environnement, entraînant de graves problèmes environnementaux [1]. Ces préoccupations

poussent la communauté scientifique à rechercher des méthodes économiques, simples et respectueuses de l'environnement pour leur réutilisation et leur recyclage.

L'acide sulfurique est l'un des produits chimiques les plus couramment synthétisés. Au cours de son processus de synthèse, le pentoxyde de vanadium, supporté par de la silice ou de l'alumine (V₂O₅/SiO₂- γ Al₂O₃), est utilisé comme catalyseur afin d'obtenir une efficacité et un rendement élevés pour la réaction d'oxydation du SO₂ en SO₃. Au Maroc, 7 millions de tonnes d'acide sulfurique sont produites chaque année générant une quantité importante de déchets de catalyseur usé V₂O₅/SiO₂.

Récemment, d'importants efforts ont été entrepris pour le recycler et la silice, qui représente plus de la moitié pondérale de la composition du catalyseur, est généralement consommée dans les industries du ciment réfractaire [2] et du béton [3].

Ces dernières années cependant, l'intérêt s'est porté sur l'investigation de certaines applications à haute valeur ajoutée, notamment dans les batteries et la production d'acide fluorosilicique.

Les batteries lithium-ion rechargeables (LIB) ont attiré une grande attention en tant que système de stockage d'énergie le plus utilisé. Elles sont principalement constituées de quatre composants, dont la cathode, l'anode, l'électrolyte et le séparateur. En tant que l'un des composants essentiels des LIB, de nombreux groupes de recherche ont travaillé sur le développement de nouveaux composants d'électrode négative (anode).

Parmi les anodes développées, SiO₂ est reconnu comme l'un des composants alternatifs du graphite les plus intéressants, en raison de son abondance, de son respect de l'environnement et de sa capacité théorique élevée d'environ 1961 mAh g⁻¹. Néanmoins, quelques articles ont préconisé l'utilisation de silice recyclée comme composant d'anode pour les LIB. En 2017, Zhang et al. ont étudié la conversion des boues d'épuration

25

contenant SiO₂ : les eaux usées ont d'abord été séchées à 110°C pendant 2h, puis traitées thermiquement à 600°C durant 4h et finalement mélangées avec le graphite. En tant que matériau d'anode, ce composite délivre une capacité réversible de 433 mAh g⁻¹ après 100 cycles à 100 mA g⁻¹ [4].

Des composites Si/SiO₂ ont également été produits à partir de boues d'entaille de silicium issues de l'industrie photovoltaïque et de déchets de sable de quartz : les déchets de sable et de boues de quartz ont d'abord été pré-broyés en poudre de la taille d'un micron, puis chauffés à 700 °C et traités au moyen d'acide chlorhydrique. Evalué électrochimiquement, ce composite présente une capacité
5 réversible de 992,8 mAh g⁻¹ après 400 cycles à 0,5 A. g⁻¹ [5].

En plus de l'utilisation de la silice comme matériau d'électrode, le dioxyde de silicium (SiO₂) a un grand potentiel d'utilisation comme précurseur pour la production d'acide fluorosilicique. Dans ce contexte, le brevet AU 2006298109 B2 a proposé un procédé de production de tétrafluorure de silicium. La première étape de ce procédé reposait sur une réaction entre une matière première
10 contenant du dioxyde de silicium et une solution de fluorure d'hydrogène mélangée à de l'acide hydro-fluorosilicique pour produire la solution aqueuse d'acide fluorosilicique, selon la réaction suivante :



Le recyclage de la silice à partir de catalyseurs usés constituera un sujet de recherche très intéressant
15 et stimulant. Ainsi, cette invention a pour objectif le développement d'un procédé simple et évolutif permettant de purifier la silice récupérée à partir des déchets de catalyseurs d'acide sulfurique usés, puis de la réutiliser dans des applications à haute valeur ajoutée telles que le matériau d'électrode pour les LIB, en particulier des LIB à charge rapide ou encore comme matière première dans la préparation d'acide hexafluoro-silicique.

20

Résumé de l'invention

Par conséquent, un premier objet de l'invention consiste en un procédé de purification de silice
25 récupérée à partir de déchets de catalyseur d'acide sulfurique usé, comprenant les étapes de broyage, puis d'élimination des impuretés, et enfin de filtration et de séchage des particules de silice purifiées.

Un autre objet de l'invention est l'utilisation des particules de silice broyées et purifiées dans la fabrication de composant d'anodes destinées aux batteries lithium-ion.

Encore un autre objet de l'invention est l'utilisation des particules de silice broyées et purifiées dans la préparation d'acide hexafluoro-silicique.

- 5 Des modes de réalisation supplémentaires ou plus détaillés de l'invention sont définis dans les revendications annexées, ou apparaîtront à la lecture de la description et des exemples ci-dessous.

Description des Figures

Fig. 1 illustre la distribution granulométrique de la silice brute.

- 10 Fig. 2 décrit le procédé de purification de SiO_2 selon l'invention.

Fig. 3 illustre la distribution granulométrique de la silice purifiée.

Les diagrammes de diffraction des rayons X de la silice brute et purifiée sont présentés sur la Fig. 4.

Fig. 5 montre l'analyse par spectroscopie Raman de la silice brute et purifiée.

- 15 Fig. 6 décrit le procédé de préparation de l'électrode négative en utilisant SiO_2 /Graphite comme matériau actif.

Fig. 7 montre les profils de charge-décharge de SiO_2 /Graphite au taux de courant de C/20

- 20 dans la plage de tension de 0,005-2,0 V.

Fig. 8 démontre les performances de cyclage de SiO_2 /Graphite au taux de courant de C/20 dans la plage de tension de 0,005 à 2,0 V.

Fig. 9 montre les performances de capacité de débit du matériau d'électrode SiO_2 /Graphite à divers débits de courant de C/20 à 2C.

Description détaillée de l'Invention

Considérés comme une source secondaire de métaux, les catalyseurs d'acide sulfurique usés sont produits en quantité importante au Maroc et peuvent également être considérés comme une réserve potentielle de silice. Sachant que le catalyseur usé contient plus de 50 % de silice, nous avons
5 développé un procédé simple et évolutif pour sa purification et sa réutilisation.

En bref, les déchets de silice résultant de l'extraction de l'élément vanadium des catalyseurs d'acide sulfurique usés ont été purifiés en utilisant un procédé de lixiviation acide : au cours de ce procédé différents acides (acide phosphorique, acide nitrique, acide chlorhydrique, etc.) avec différentes concentrations (1M, 3M, 4M, etc.) ont été utilisés (Fig. 2).

10 La pureté de la silice (SiO_2) obtenue a également été étudiée en fonction de la température de réaction et du temps. Atteignant 98,54% de pureté après lixiviation acide, la silice broyée et purifiée peut être utilisée comme composant d'anode pour les batteries lithium-ion LIB et comme précurseur pour l'élaboration d'acide hexafluoro-silicique.

Ce procédé a pour but de produire un matériau de silice avec une grande pureté et une
15 granulométrie réduite, pour le rendre plus adapté à de telles applications. Le procédé de purification est principalement établi en trois étapes :

- Broyage des particules : les déchets de silice ont d'abord été broyés pour obtenir des particules plus fines ; cette étape est cruciale car la réduction de la taille des particules améliore l'efficacité du processus de lixiviation acide.
- 20 • Lixiviation acide : la silice broyée est traitée avec différents acides minéraux (acide phosphorique, acide nitrique, acide chlorhydrique, etc.), dans une fenêtre de température allant de 60 à 90°C entre 5 à 24 h, pour éliminer toutes les impuretés dont soufre, potassium, oxyde de vanadium, oxyde d'aluminium, oxyde de fer, phosphore, etc.
- Filtration et séchage de la silice : la suspension est ensuite filtrée pour séparer la silice
25 purifiée des autres éléments, puis séchée thermiquement à 100°C.

Par rapport aux techniques de purification connues antérieures - voir par exemple Zhang et al. cité ci-dessus [4] – et qui impliquent des étapes de traitement thermique à haute température (de 600 à 700°C), le procédé de l'invention s'est avéré nettement plus économique et plus respectueux de l'environnement.

Applications industrielles

Selon l'invention, le recyclage des particules de silice broyées et purifiées selon l'invention, c'est-à-dire leur utilisation comme composant d'anode pour batteries lithium-ion, comprend les 5 étapes suivantes :

- mélanger les particules de silice purifiées et broyées avec des particules de graphite dans un rapport pondéral silice/graphite d'environ 2:8 ;
- mélanger le mélange silice/graphite avec du noir d'acétylène et du polyfluorure de vinylidène dissous dans la N-méthyl-2-pyrrolidone dans un 10 rapport pondéral de 80:10:10 et mélanger pendant environ 5 à 24 heures, et
- répandre le mélange obtenu sur un collecteur de courant en cuivre et sécher le collecteur de courant enduit à environ 80°C sous pression réduite.

Lorsque l'on compare les performances d'une anode préparée comme décrit ci-dessus avec une autre utilisant de la silice disponible dans le commerce, on observe une capacité de 445 mAh/g (voir Fig. 8) 15 alors que, dans les mêmes circonstances, l'anode à

base de silice disponible dans le commerce exprime une capacité spécifique d'env. 200 mAh/g 20 seulement. De plus, la distribution granulométrique particulière des particules de silice obtenues selon l'invention apporte une contribution bénéfique aux performances mises en évidence sur Fig. 8.

Toujours selon l'invention, la silice broyée et purifiée pourrait être utilisée comme précurseur pour l'élaboration de l'acide hexafluorosilicique, conformément à la réaction :



25 En ce qui concerne la préparation de l'acide hexafluoro-silicique, le degré de pureté extrêmement élevé de la silice obtenue selon l'invention (> 98,50 %), la petite taille des particules et leur

distribution granulométrique spécifique, permettent d'obtenir l'acide souhaité avec des rendements élevés et avec un très grand degré de pureté.

Exemples

- 5 Les exemples suivants décrivent le processus de recyclage de la silice et son utilisation potentielle comme composant d'anode alternatif pour les batteries lithium-ion à charge rapide.

Exemple 1

10 La silice brute, qui avait une pureté initiale de 89 % et une granulométrie allant de 0,3 à 2000 μm avec un $d_{90} = 787,998 \mu\text{m}$ (Figure. 1), a d'abord été broyée pour réduire sa granulométrie à moins de 100 μm . Ensuite, des solutions d'acide phosphorique ou chlorhydrique 3M ont été préparées et ajoutées à la poudre de silice sous agitation magnétique pendant 5 h à une température de 90°C. A la fin de la réaction, la silice est filtrée, lavée plusieurs fois et séchée dans un four pendant 2h à 100°C. Fig. 3 illustre la

15

distribution granulométrique de la silice purifiée, où les tailles de particules varient entre 0,3 et 100 μm avec un $d_{90} = 42,55 \mu\text{m}$.

20 Le diagramme DRX de la silice purifiée révèle la présence de plans de diffraction cristobalite SiO_2 (011), (110), (111), (012), (020), (121), (022), (113) et (122) situé à des valeurs 2θ de 21,9, 26,6, 28,5, 31,27, 36, 42,45, 44,54, 46,79 et 48,58, respectivement (Figure. 4-b). Aucun pic d'impuretés n'a été détecté. Ces résultats ont également été confirmés par la fluorescence X qui a indiqué que la pureté du matériau est passée de 89 % à 98,5 %.

25 Le spectre Raman de la silice purifiée met en évidence le principal mode vibrationnel actif de l'oxyde de silicium et plus précisément de la phase cristobalite. Les liaisons à 787 cm^{-1} et 1085 cm^{-1} peuvent être attribuées à la vibration d'étirement de Si-O, le pic à 236 cm^{-1} peut être attribué à la liaison de Si-O-Si, et le pic à 421 cm^{-1} peut être attribué à la liaison O-Si-O (Figure. 5).

Exemple 2

Après avoir atteint min. 98% de pureté pour la silice recyclée, le SiO₂ a été mélangé au graphite dans un rapport pondéral de 2:8 en utilisant une méthode de broyage mécanique à 600 rpm pendant 4h en utilisant 10 boules sous flux d'air à température ambiante. Les électrodes négatives ont ensuite été préparées en mélangeant 80 % en poids du matériau actif (SiO₂/Graphite), 10 % en poids de noir d'acétylène (AB) et 10 % en poids de fluorure de polyvinylidène (PVDF) et dissous dans la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP). La bouillie résultante a été malaxée pendant 5 à 24h avant d'être déposée sur un collecteur de courant en cuivre avec une technique de racle (Figure. 6).

Ensuite, les électrodes ont été découpées en disques (11 mm de diamètre) et séchées dans une étuve à vide à 80°C pendant une nuit. Une installation à demi-cellule a été construite pour tester les performances électrochimiques. Les piles bouton ont été

assemblées dans une boîte à gants remplie d'argon en utilisant une électrode SiO₂/G comme anode, du lithium métal comme contre-électrode, 1 M de LiPF₆ dissous dans un mélange de 5% de carbonate de fluoroéthylène (FEC), 1% de carbonate de vinylène (VC) dans du carbonate d'éthylène (EC) et du carbonate de diméthyle (DMC) (EC/DMC, 1:1 v/v) comme électrolyte et le Whatman comme séparateur. Un dispositif biologique à cycle de batterie VMP a été utilisé pour effectuer un cycle galvanostatique de la demi-cellule à température ambiante.

Fig. 8 présente les courbes de décharge-charge SiO₂/Graphite pour les premier, deuxième et dixième cycles à une densité de courant de 36 mA g⁻¹ dans une fenêtre de tension de 0,005V- 2,00V (vs. Li⁺/Li). Le matériau d'électrode offre des capacités initiales de décharge et de charge de 751 et 445 mAh g⁻¹, respectivement, avec une efficacité coulombique initiale de 59 % qui augmente à environ 99 % avec le cyclage. Après 10 cycles, la capacité de charge a été stabilisée à 431 mAh g⁻¹, et la rétention de capacité était d'environ 99 % (2ème cycle) (Figure. 8).

Fig. 9 présente les performances de capacité de débit de l'électrode de travail à différentes densités de courant par rapport à l'insertion/extraction de Li⁺. Les capacités de charge obtenues sont de 444, 448, 447, 429, 444 et 436,15 mAh g⁻¹, au taux actuel de C/20, C/10, C/5, C/2, 1C et 2C respectivement. Lorsque la densité de courant a été augmentée à sa valeur la plus élevée, les

électrodes peuvent toujours fournir des capacités élevées et stables, indiquant que le chargement de la silice recyclée dans le graphite a eu un effet bénéfique pour les applications de charge rapide.

REFERENCES

- [1] M. Marafi et A. Stanislaus, *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 52, no. 6, pages 859–873,
5 2008.
- [2] Y.S Tseng, C.L. Huang and K. C. Hsu, *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 4, pp. 782-787.
- [3] K.I.M. Ibrahim, *Case Stud., Constr. Mater.*, vol. 15, no. February 2021.
- [4] L. Zhang, K. Shen, W. He, Y. Liu et S. Guo, *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 12, no. 11, p.
10221–10229, 2017.
- 10 [5] H. Wu et al., *J. Power Sources*, vol. 449, no. February 2020.
- [6] Pat. No. AU 2006298109 B2.

Revendications

1. Procédé de purification de silice récupérée à partir de déchets de catalyseur d'acide sulfurique usé, comprenant les étapes de :
 - i) broyage des déchets de silice afin de réduire la taille des particules jusqu'à 100 μm ou moins ;
 - ii) éliminer les impuretés métalliques présentes par lixiviation au moyen d'acide phosphorique, nitrique, chlorhydrique ou sulfurique ;
 - iii) filtrer les particules de silice broyées du matériau lixivié et sécher celui-ci.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la taille des particules de silice est réduite par broyage d'environ 2000 μm à moins de 100 μm .
3. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 et 2, dans lequel les particules de silice broyées ont une taille moyenne de 40 à 45 μm .
4. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 3 dans lequel la lixiviation acide est effectuée entre environ 60 et 90°C, sur une durée d'environ 5 à 24 heures.
5. Procédé selon l'une au moins des revendications 1 à 5, dans lequel les particules de silice lixiviées et filtrées sont séchées thermiquement, à environ 100°C.
6. Utilisation de la silice purifiée et broyée issue du procédé selon les revendications 1 à 5 pour la fabrication d'un composant d'anode destiné aux batteries lithium-ion, notamment aux batteries lithium-ion à charge rapide.
7. Utilisation selon la revendication 6 qui comprenant les étapes de :
 - i) mélanger les particules de silice purifiées et broyées avec des particules de graphite dans rapport pondéral silice/graphite d'environ 2:8;
 - ii) mélanger le mélange silice/graphite avec du noir d'acétylène et du fluorure

de polyvinylidène dissous dans la N-méthyl-2-pyrrolidone dans rapport pondéral de 80:10:10 et mélange pendant environ 5 à 24 heures ; et

iii) répandre le mélange résultant sur un collecteur de courant en cuivre et sécher le collecteur de courant étalé à environ 80°C sous pression réduite.

8. Anode destinée aux batteries lithium-ion comprenant un composant résultant de l'utilisation selon les revendications 6 et 7, en particulier une anode destinée aux batteries lithium-ion à charge rapide.

9. Utilisation de la silice purifiée et broyée issue du procédé selon les revendications 1 à 5 comme matière première pour la fabrication d'acide hexafluoro-silicique.

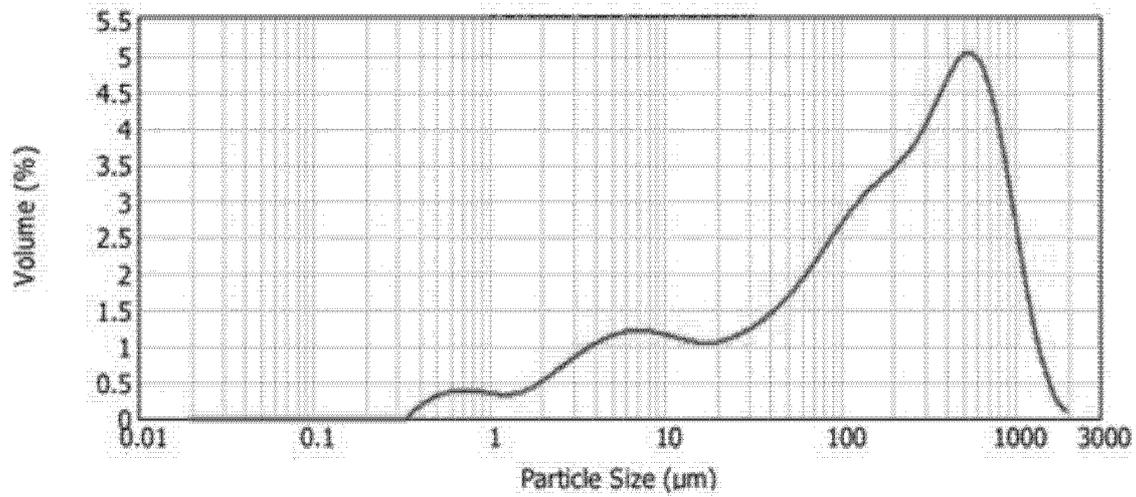


Figure 1 : distribution granulométrique de la silice brute

5

SiO₂ recovered from spent catalyst

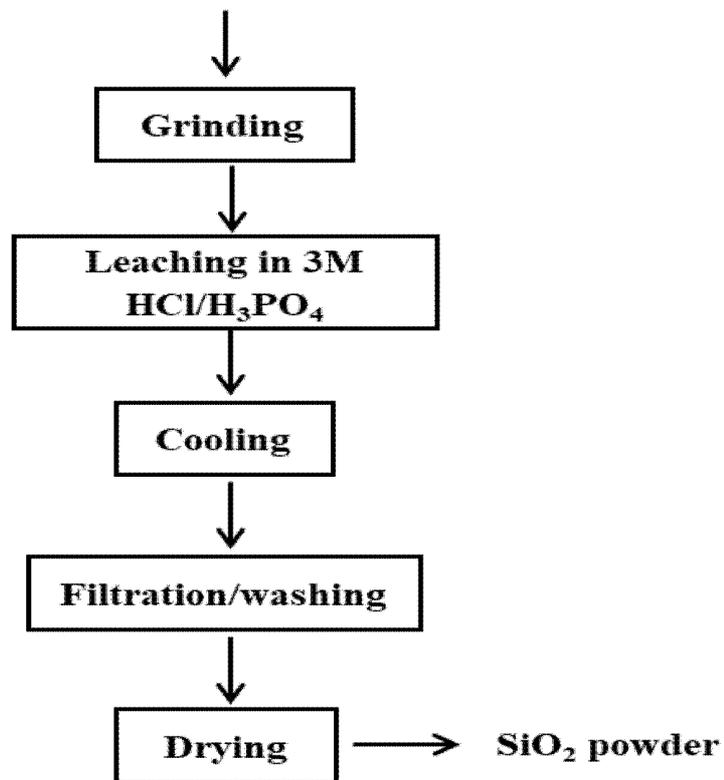
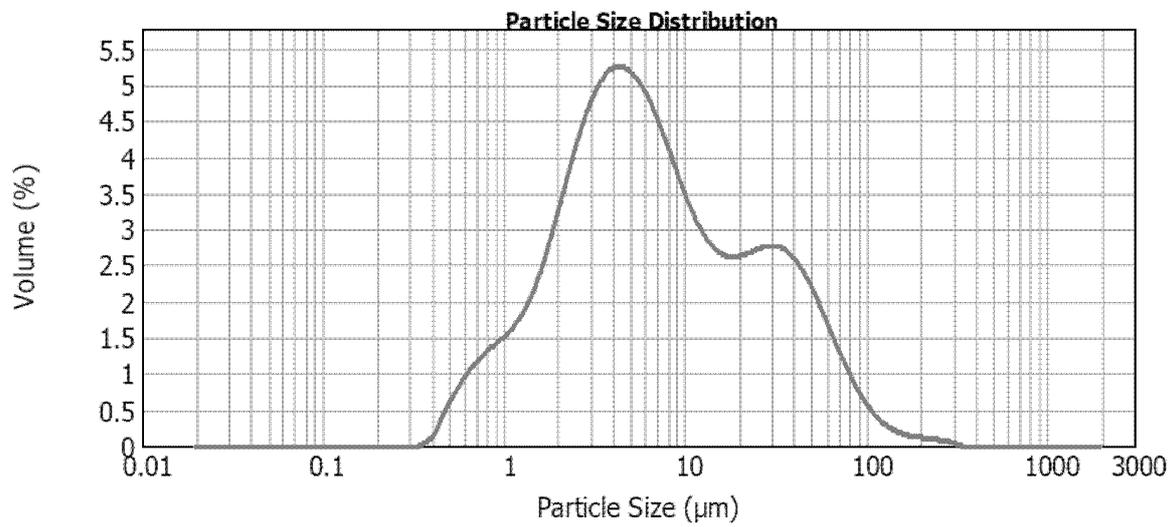


Figure 2 : procédé de purification de SiO₂

5

Figure 3 : distribution granulométrique de la silice purifiée

10

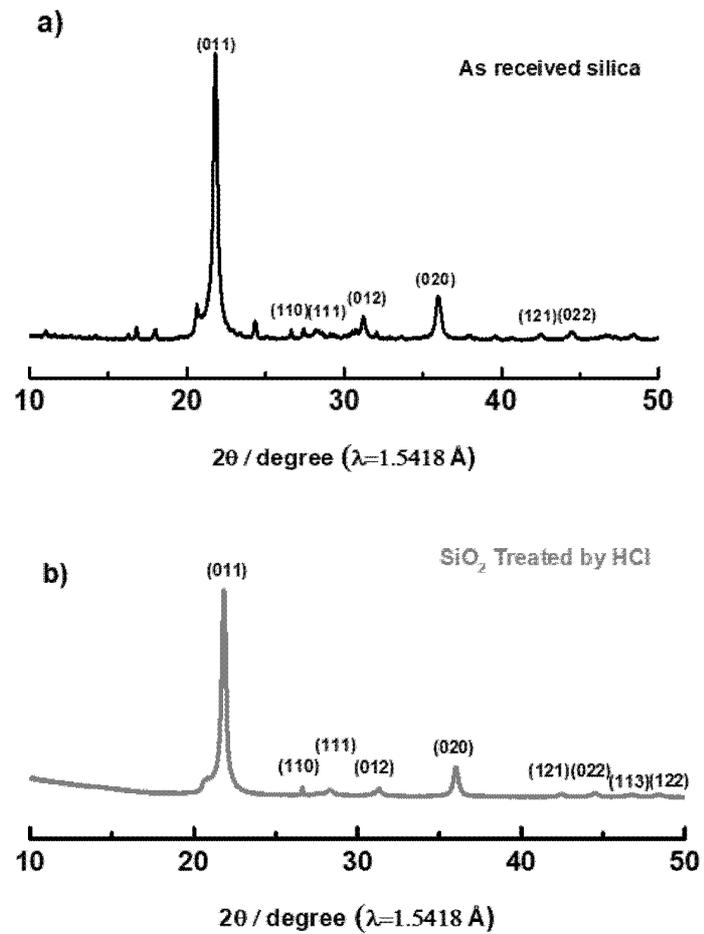


Figure 4 : diagrammes de diffraction RX de silice brute, respectivement purifiée

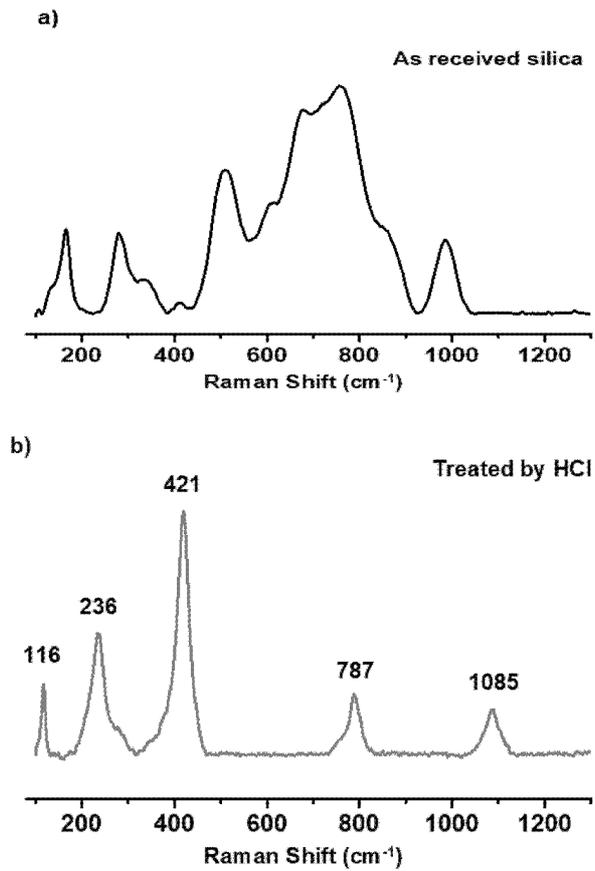


Figure 5 : analyse par spectroscopie Raman de silice brute, respectivement purifiée

5

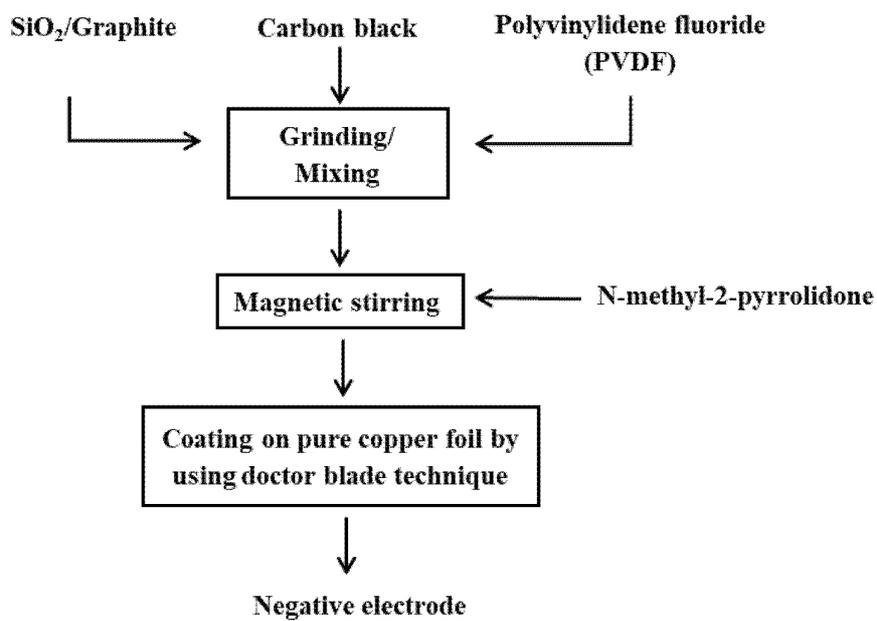


Figure 6 : procédé de préparation de l'électrode négative utilisant SiO₂/Graphite

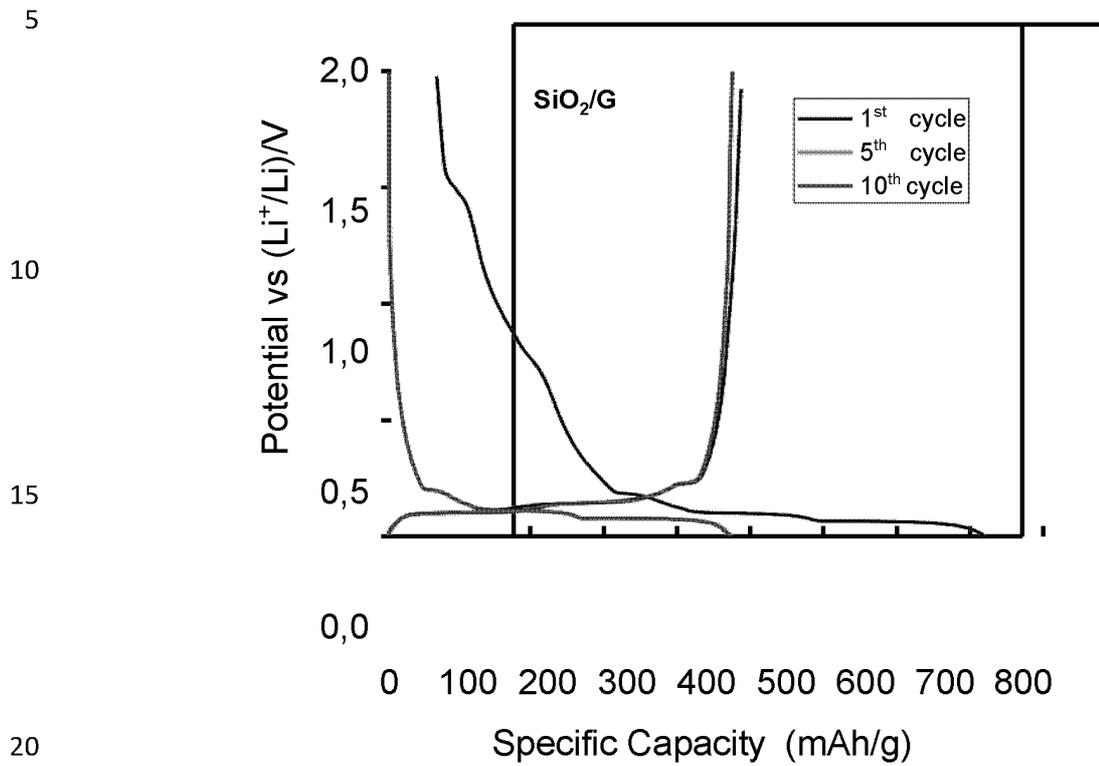
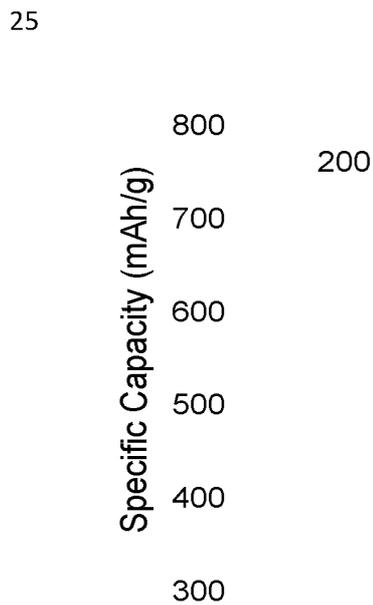


Figure 7 : profils de charge-décharge de SiO₂/Graphite au débit de courant de C/20 et dans une plage de tensions de 0.005 à 2.0 V



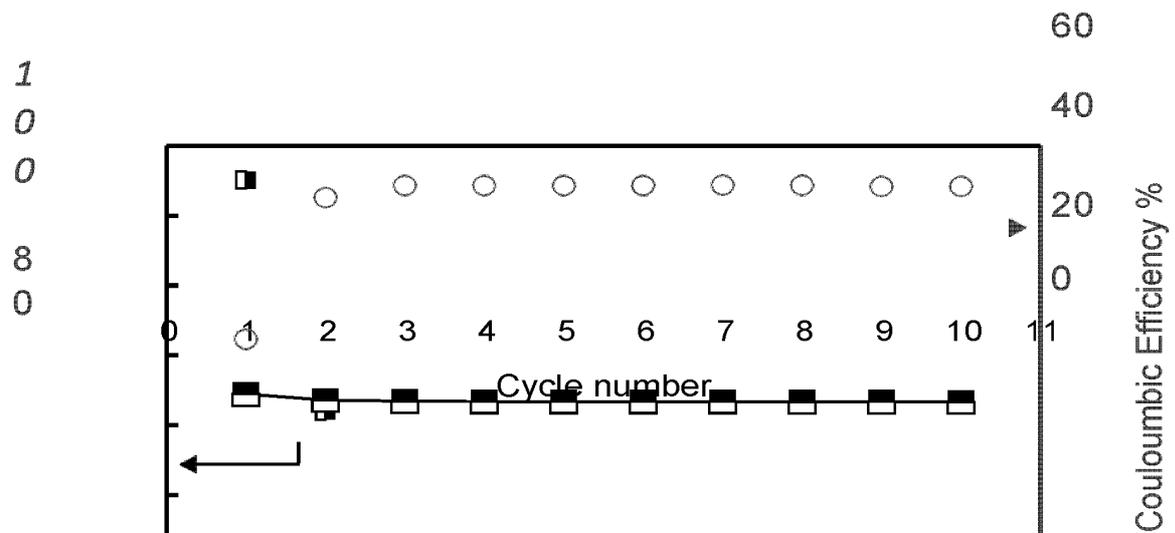


Figure 8 : performance de cyclage de SiO₂/Graphite au débit de courant de C/20 et dans une plage de tensions de 0.005 à 2.0 V

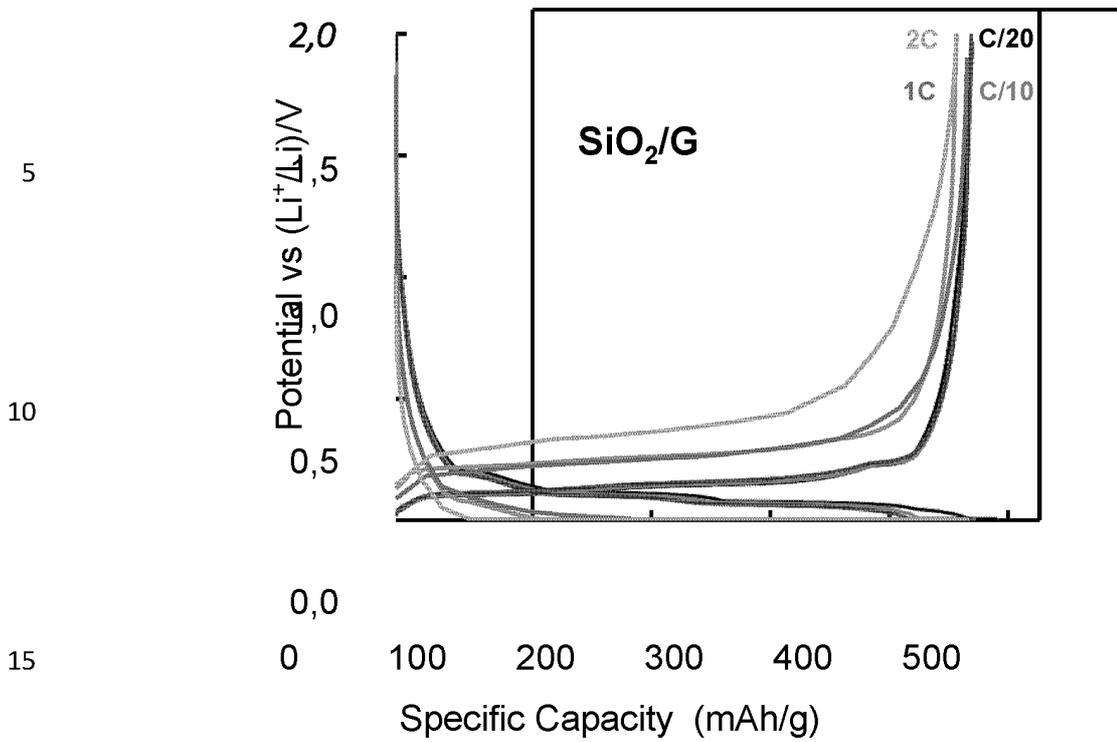


Figure 9 : performances de capacité de débit du composant d'électrode SiO₂/Graphite à divers débits de courant C/20

**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION SUR
LA BREVETABILITE**

Établi conformément à l'article 43.2 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 56293	Date de dépôt : 12/04/2022 ; Date d'entrée en phase nationale : 12/04/2022
Déposant : UNIVERSITE MOHAMMED VI POLYTECHNIQUE	Date de priorité:
Intitulé de l'invention : SILICE PURIFIEE A PARTIR DE SOUS-PRODUIT INDUSTRIEL ET SON UTILISATION COMME COMPOSANT D'ANODE POUR BATTERIES LITHIUM-ION	
Classement de l'objet de la demande : CIB : C01B33/00, C01B33/113, C01B33/12 CPC : C01B33/113	
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 Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Remarques de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: Abdelfettah EL KADIRI Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14	Date d'établissement du rapport : 19/04/2024 

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

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

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
 - Revendications
1-9
- Observations à l'appui des revendications maintenues
- Observations des tiers suite à la publication de la demande
- Réponses du déposant aux observations des tiers
- Nouveaux documents constituant des antériorités :
 - Suite à la recherche complémentaire (Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)
 - Suite à la recherche additionnelle (couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)
- Observations à l'encontre de la décision de rejet

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 1-9 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications 1-9 Revendications aucune	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-9 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants :

D1 : CN113562738A

D2 : CN112340738A

D3 : CN109384236A

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-9. Ainsi l'objet des revendications 1-9 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1 (revendications 1-6), considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue un procédé de purification de dioxyde de silicium qui comprend les étapes suivantes :

- Broyage
- Lixiviation acide : ajouter 40 % d'acide fluorhydrique à la poudre de microsilice broyée pour s'assurer que la poudre de micro silice peut être complètement dissoute. Une fois la réaction terminée, filtration du résidu insoluble dans l'acide fluorhydrique pour obtenir le filtrat
- Séchage : placez le produit dans une boîte de séchage pour sécher à basse température afin d'obtenir de la silice. La température de séchage est de 60 à 80°C pendant une durée de 4 à 6h.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 par l'acide de lixiviation et en ce que la matière première est sous forme de déchets de catalyseur d'acide sulfurique utilisé.

Le problème technique objectif est la fourniture d'un procédé alternatif de purification de la silice.

La solution proposée par la présente demande est considérée comme inventive, étant donné que l'homme du métier ne trouve aucune incitation de D1, D2 ou D3 lui permettant de choisir

les déchets de catalyseur d'acide sulfurique usé comme matière de départ et l'acide de lixiviation utilisé dans le procédé de la présente demande et ce sans l'exercice d'une activité inventive.

Ainsi, l'objet des revendications 1-9 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Application industrielle

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.