ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية
المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية

(12) **BREVET D'INVENTION**

(11) N° de publication :
MA 60459 A1

(51) Cl. internationale :
C01G 53/44; H01M 10/54

(43) Date de publication :
27.09.2023

(21) N° Dépôt :
60459

(22) Date de Dépôt :
30.12.2021

(30) Données de Priorité :
22.06.2021 CN 202110693114.9

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/CN2021/142947 30.12.2021

(71) Demandeur(s) :
- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
- **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 018, Jinsha East Road, Jinzhou New District, Changsha City, Hunan 410600 (CN)**
- **HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO., LTD., No. 018, Jinsha East Road, Jinzhou New District, Changsha City, Hunan 410600 (CN)**

(72) Inventeur(s) :
CHEN, Song ; RUAN, Dingshan ; LI, Changdong ; LI, Qiang ; ZHOU, You ; NING, Peichao

(74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE TRAITEMENT D'UNE SUSPENSION D'ÉLECTRODE POSITIVE MISE AU REBUT ET APPLICATION**

(57) Abrégé : Sont divulgués un procédé de traitement d'une suspension d'électrode positive mise au rebut et une application. Le procédé comprend les étapes suivantes consistant à : prétraiter une suspension d'électrode positive mise au rebut pour obtenir une solution de suspension ; réaliser une coagulation électrophorétique et une filtration de pression sur la solution de suspension pour obtenir une phase liquide et une phase solide ; et réaliser un grillage à gradient sur la phase solide pour obtenir un matériau d'électrode positive. Selon le procédé de la présente invention, une suspension d'électrode positive mise au rebut est utilisée comme matière première, et la suspension d'électrode positive mise au rebut est récupérée à l'aide de procédés de broyage, de tri, d'électrophorèse et de grillage à gradient,

sans introduire d'agent de floculation. La présente invention présente les avantages d'une séparation complète entre une solution de NMP et une poudre d'électrode positive, des taux de récupération élevés de matières organiques et de métaux de valeur, une efficacité de production élevée, etc., et ainsi non seulement améliore les avantages économiques, mais réduit aussi la pollution environnementale.

(طريقة لعلاج مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وتطبيقها)

الملخص

تم الكشف عن طريقة لمعالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وتطبيقها. تشتمل الطريقة على الخطوات التالية: المعالجة المسبَقة لمخلَّفات ملاط القطب الموجب للحصول على محلول ملاط؛ إجراء تخثير كهربائي وضغط المرشّح على محلول الملاط للحصول على طور سائل وآخر صلب؛ وإجراء تحميص تدريجي على الطور الصلب للحصول على مادة قطب موجب. وفقًا لطريقة الاختراع الحالي، يتم استخدام مُخلَّفات ملاط القطب الموجب كمادة خام، ويتم استرجاع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب باستخدام عمليات التكسير والفرز والاستشراد الكهربائي والتحميص التدريجي، دون إدخال عامل تنديف. يتميَّز الاختراع الحالي بمزايا الفصل الشامل بين محلول NMP ومسحوق القطب الموجب، ومُعدَّلات الاسترجاع العالية للمواد العضوية والمعادن الثمينة، وكفاءة الإنتاج العالية، وما إلى ذلك، وبالتالي فإنه لا يُحسِّن الفوائد الاقتصادية فحسب، بل يُقلِّل أيضًا من التلوُّث البيئي.

(طريقة لعلاج مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وتطبيقها)

(الوصف الكامل)

المجال التقني

ينتمي الاختراع الحالي إلى المجال التقني لإعادة تدوير نفايات البطاريات، ويتعلَّق تحديدًا بطريقة معالجة وتطبيق مُخلَّفات ملاط القطب الموجب.

الخلفية التقنية:

يتكوَّن ملاط القطب الموجب لبطارية أيون ليثيوم من مادة قطب موجب ومادة ربط وما شابه. يعد تحضير ملاط القطب الموجب مادة ربطا مهمًا لإنتاج بطارية أيون ليثيوم، وتتضمَّن عملية تحضيرها الخلط المتبادل والإذابة والتَّشتيت وما شابه ذلك بين السائل والسائل وبين السائل ومادة القطب الموجب. تتأثَّر جودة وأداء بطارية أيون الليثيوم بشكل مباشر بجودة تشتُّت الملاط.

في السنوات الأخيرة، إلى جانب الزيادة المستقرة في متطلبات السوق من سيارات الطاقة الجديدة، يتم توسيع الطاقة الإنتاجية لبطاريات أيون الليثيوم باستمرار. تظهر كمية كبيرة من مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في عملية الإنتاج، ويتكوَّن من خليط صلب-سائل. يكون المكوِّن الرئيسي للطور الصلب عبارة عن منجنات الليثيوم والنيكل والكوبالت، ويكون المكوِّن الرئيسي للطور السائل عبارة عن N-ميثيل بيروليدون (المشار إليه فيما يلي باسم NMP). إذا كانت المعالجة غير مناسبة، فلن ينتج عنها نفايات موارد فحسب، بل ستتسبَّب أيضًا في تلوُّث البيئة. لذلك، يكون لإعادة تدوير مُخلَّفات ملاط القطب الموجب أهمية كبيرة في الحد من التلوُّث البيئي، وإعادة تدوير NMP وتخفيف النقص في موارد الكوبالت والنيكل.

تتضمَّن إحدى الطرق الحالية الواردة في مستندات الفن لمعالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب بشكل أساسي إعادة توليد NMP وإعادة تدوير المعادن الثمينة، حيث يعد الفصل بين السائل والصلب خطوة أساسية في عملية إعادة التدوير. في الوقت الحاضر، يتم استخدام طريقة تنديف-ترشيح وطريقة

الفصل بالطرد المركزي وطريقة التحميص التقطير بشكل أساسي لفصل محلول NMP ومادة القطب الموجب.

يكشف الفن ذي الصلة عن نظام إعادة تدوير ملاط نفايات القطب الموجب لبطارية الليثيوم، والذي يعتمد على آلة طرد مركزي لفصل السائل عن الصلب. يكون الطور الصلب عبارة عن مادة قطب موجب، ويكون الطور السائل عبارة عن محلول NMP. يتم تكليس الطور الصلب عند 300-600م°، من ثم يتم سحقه ونضه في الحمض، بحيث يتم تحقيق هدف إعادة تدوير المعادن الثمينة. يتم نزع الماء من الطور السائل عند 80-100م° بعملية التقطير للحصول على NMP. يتميَّز ملاط القطب الموجب بخصائص اللزوجة العالية وعدم التَّخثُّر والجسيمات الدقيقة وما شابه ذلك. وفقًا للفن ذي الصلة، يتم فصل الصلب والسائل بطريقة الطرد المركزي وتكون كفاءة الفصل منخفضة ويكون الفقد في المعدات كبير وتكون الكمية المتبقية من NMP في الطور الصلب الناتج عالية؛ في عملية التحميص اللاحقة، تكون ظاهرة التَّصلُّب واضحة ويكون الالتصاق بالجدار كبيرًا، بحيث من المحتمل أن تحدث ظروف تؤدي إلى نقل المواد غير الملساء والإزالة غير الكاملة للمواد العضوية وإلى حدوث تآكل كبير في معدات التحميص وما شابه ذلك وتعد الطريقة غير مناسبة للإنتاج الصناعي. توجد كمية كبيرة من مادة تعليق المسحوق الأسود في الطور السائل ويبقى بعض المسحوق الأسود في NMP في عملية التقطير، بحيث يتم تقليل مُعدَّل إعادة تدوير المعادن الثمينة وتتأثَّر جودة المنتج بدرجة كبيرة. في الوقت الحاضر، تم في الفن ذي الصلة الكشف أيضًا عن طريقة لإعادة تدوير N-ميثيل بيروليدون في سائل نفايات القطب الموجب لبطارية الليثيوم والتي تتضمَّن خطوات نض سائل النفايات باستخدام عامل تنديف وإضافة الدياتوميت إلى الرواسب وضغط المرشِّح لفصل بقايا ناتج الترشيح والبقايا في المرشِّح؛ وأخيرًا الحصول على محلول NMP ومادة قطب موجب. يهتم الفن ذي الصلة فقط بإعادة تدوير المواد العضوية NMP ويعتمد على طريقة للجمع بين عامل التنديف والدياتوميت لفصل المواد

الصلبة والسائلة ويدخل شوائب الدياتوميت في المنتَجات الصلبة ويزيد من صعوبة إعادة تدوير المعادن الثمينة من النيكل والكوبالت.

الكشف عن الاختراع:

يهدف الاختراع الحالي إلى حل واحدة على الأقل من المشكلات التقنية المذكورة أعلاه في مجال التقنية الحالية. لذلك، يُوفِّر الاختراع الحالي طريقة معالجة وتطبيق مُخلَّفات ملاط القطب الموجب. تأخذ الطريقة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب كمادة خام وتعيد تدوير مُخلَّفات ملاط القطب الموجب باستخدام عمليات التكسير والفرز والاستشراد الكهربائي والتحميص التدريجي ولا تحتاج إلى إدخال عامل نض وتتمتَّع بمزايا الفصل الشامل لمحلول NMP ومسحوق القطب الموجب وارتفاع مُعدَّل إعادة تدوير المواد العضوية والمعادن الثمينة وكفاءة الإنتاج العالية وما شابه ذلك، لا يُحسِّن ذلك الفوائد الاقتصادية فحسب، بل يُقلِّل أيضًا من التلوُّث البيئي.

من أجل تحقيق هذه الأهداف، يعتمد الاختراع الحالي على الحل التقني التالي:

طريقة لمعالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب، تشتمل على الخطوات التالية:

(1) المعالجة المسبَقة لمخلَّفات ملاط القطب الموجب للحصول على محلول ملاط؛

(2) إجراء تخثير كهربائي وضغط المرشِّح على محلول الملاط للحصول على طور سائل وآخر صلب؛ و

(3) إجراء تحميص تدريجي على الطور الصلب للحصول على مادة قطب موجب.

على نحو مُفضَّل، تتضمَّن المعالجة المسبَقة في الخطوة (1) الخطوات المحدَّدة التالية: فصل المواد المعبَّأة في أكياس عن مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول الملاط.

يتم سحق المواد المعبَّأة في أكياس وفرزها لإزالة البلاستيك والشوائب المتكتِّلة في المواد المعبَّأة. أولاً يتم ضمان النقل السلس للمواد، بمعنى آخر، يكون مسحوق القطب الموجب في الملاط عبارة عن جسيمات

بحجم الميكرون ويكون السائل عبارة عن محلول NMP وعند وجود أكياس بلاستيكية وشوائب مُتكتِّلة في النظام، فمن المحتمل جدًا أن تتعطَّل عملية نقل المواد. ثانيًا يتم ضمان توحيد المواد الصلبة وإزالة الأكياس البلاستيكية والشوائب المتكتِّلة في المواد الصلبة وتقليل تأثير الشوائب على عملية المعالجة اللاحقة لمسحوق القطب الموجب. في حالة وجود شوائب بلاستيكية، ستحدث ظاهرة الذوبان والدرفلة في خطوة المعالجة الحرارية، مما يتسبَّب في لف مسحوق القطب الموجب والتأثير على مُعدَّل إعادة تدوير المنتَجات.

على نحو مُفضَّل، يكون للتيار المباشر المستخدَم في عملية التخثير الكهربائي في الخطوة (2) تيار يتراوح بين 50-70 مللي أمبير وجهد 60-65 فولت.

ويُفضَّل أكثر، أن يكون للتيار المباشر المستخدَم في عملية التخثير الكهربائي في الخطوة (2) كثافة تيار تتراوح بين 0.2-0.6 أمبير/م^2.

على نحو مُفضَّل، يتراوح وقت الاستشراد الكهربائي في الخطوة (2) بين 20-60 دقيقة.

وفقًا لمبدأ الاستشراد الكهربائي، يتم إدخال التيار المباشر في محلول الملاط ويتم تحريك الجسيمات العالقة في محلول الملاط في جميع الاتجاهات تحت تأثير مجال كهربائي خارجي للتيار المباشر ليتم دمجها في تخثُّر جسيمات كبير ويتم فصل السائل والصلب باستخدام مكبس مُرشِّح للحصول على الطور السائل الذي يكون عبارة عن محلول مائي NMP والطور الصلب الذي يكون عبارة عن مادة صلبة. يتم تخثير مادة القطب الموجب في ملاط القطب الموجب بالاستشراد الكهربائي بدون استخدام عامل تنديف ويتم تقليل إدخال الشوائب.

على نحو مُفضَّل، تتضمَّن الخطوة (2) أيضًا إجراء تقطير على الطور السائل وتخصيب الطور العضوي للحصول على NMP بنقاء أكبر بنسبة 70٪.

علاوةً على ذلك، يُفضَّل أن يكون التقطير عبارة عن تبخير أو تكرير دوَّار منخفض الضغط.

ويُفضَّل أن يتراوح ضغط مقياس التبخير الدوَّار منخفض الضغط بين 0.02-0.04 ميجا باسكال وتتراوح درجة حرارة التبخير الدوَّار منخفض الضغط بين 60-80م° ويتراوح وقت التبخير الدوَّار منخفض الضغط بين 60-80 دقيقة.

علاوةً على ذلك، على نحو مُفضَّل، عندما يكون التقطير عبارة عن تكرير، يتم تخصيب الأطوار العضوية ويكون نقاء NMP المتحصَّل عليه أكبر من 99٪.

ويُفضَّل أن تكون شروط التكرير هي أن يتراوح الرقم الهيدروجيني للطور السائل بين 7.0-10.0 ويتراوح ضغط وعاء التبخير بين 7.5-8.0 كيلو باسكال وأن تتراوح نسبة الاسترجاع بين 2-2.5.

على نحو مُفضَّل، تتمثَّل العملية المحدَّدة للتحميص التدريجي في الخطوة (3) في تحميص الطور الصلب على ثلاث مراحل، حيث يتم إجراء المرحلة الأولى للتحميص عند 80-100م° لمدة 20-60 دقيقة ويتم إجراء المرحلة الثانية للتحميص عند 200-250م° لمدة 30-60 دقيقة ويتم إجراء المرحلة الثالثة للتحميص عند 350-450م° لمدة 30-60 دقيقة وذلك للحصول على مادة القطب الموجب.

علاوةً على ذلك، يُفضَّل أن تتضمَّن الطريقة أيضًا بعد المرحلة الثانية للتحميص وتكثيف الغاز المتحصَّل عليه بالتحميص واسترجاع NMP.

ويُفضَّل أن تتراوح درجة حرارة التكثيف بين 25-35م°.

تتراوح درجة حرارة المرحلة الأولى للتحميص بين 80-100م° لإزالة معظم الماء في الطور الصلب. تتراوح درجة حرارة المرحلة الثانية للتحميص بين 200-250م° لإزالة NMP المتبقيَّة في الطور الصلب. وفي الوقت نفسه، تمت إضافة خطوة تكثيف، لتكثيف وإعادة تدوير NMP. تتراوح درجة حرارة المرحلة الثالثة للتحميص بين 350-450م° وتتم إزالة PVDF مادة الربط (تبلغ درجة حرارة التَّحلُّل الحراري 316م°) في الطور الصلب في هذه المرحلة. أخيرًا، يتم الحصول على مادة القطب الموجب بدون مُكوِّنات عضوية ويمكن استخدامها مباشرةً لنض المعادن الثمينة وإعادة تدويرها.

يُوفِّر الاختراع الحالي تطبيقًا للطريقة المذكورة أعلاه في إعادة تدوير المعادن الثمينة.

على نحو مُفضَّل، يتمثَّل تطبيق الطريقة في إعادة تدوير المعادن الثمينة في إجراء مزيدًا من النض ومعالجة التَّعتُّق الحاصل على مادة القطب الموجب المتحصَّل عليها بالطريقة المذكورة أعلاه للحصول على المعادن الثمينة.

يتمثَّل المبدأ المحدَّد فيما يلي: يعيد الاختراع الحالي تدوير مُخلَّفات ملاط القطب الموجب من خلال الجمع بين عمليات التكسير والفرز والاستشراد الكهربائي والتحميص التدريجي بطريقة مُبتكرة إلى جانب قابليته الكبيرة لتطبيقه في المجال الصناعي. أولاً، تتم إزالة الشوائب البلاستيكية والمتكتِّلة بالتكسير والفرز للحصول على محلول ملاط؛ ثانيًا، يتم تخثير مادة التعليق بطريقة الاستشراد الكهربائي ويتم ضغط المرشِّح للحصول على طور سائل وآخر صلب؛ ثالثًا، يتم تكرير الطور السائل أو تقطيره للحصول على طور عضوي لـ NMP وطور مائي؛ ورابعًا، يتم إجراء عملية تحميص تدريجية لإزالة الرطوبة ومادة الربط وإعادة تدوير NMP ويتم الحصول على مادة القطب الموجب.

مقارنةً بالتقنية الحالية، يتمتَّع الاختراع الحالي بالآثار المفيدة التالية:

1- تأخذ طريقة الاختراع الحالي مُخلَّفات ملاط القطب الموجب كمادة خام وتعيد تدوير مُخلَّفات ملاط القطب الموجب بعمليات التكسير والفرز والاستشراد الكهربائي والتحميص التدريجي ولا تحتاج إلى إدخال عامل نض وتتمتَّع بمزايا الفصل الشامل لمحلول NMP ومسحوق القطب الموجب ومُعدَّل إعادة تدوير مرتفع يصل إلى 95٪ من المواد العضوية والمعادن الثمينة وكفاءة الإنتاج العالية وما شابه ذلك، لا يُحسِّن ذلك الفوائد الاقتصادية فحسب، بل يُقلِّل أيضًا من التلوُّث البيئي.

2- يُغيِّر الاختراع الحالي خاصية عدم تخثير مادة القطب الموجب بالاستشراد الكهربائي، بحيث يتم فصل الطور السائل والصلب. ويمكن الحصول على الطور العضوي لـ NMP ذو النقاء الأكبر من 99٪ بالتكرير وتكون القيمة الاقتصادية عالية. تضم مادة القطب الموجب التي يتم إنتاجها في النهاية بالتحميص التدريجي محتوى عضوي منخفض وشوائب قليلة وتكون مفيدة لاستخدامها في الترشيح

وإعادة التدوير اللاحق للمعادن الثمينة وتتمتَّع بقابلية كبيرة للتطبيق في المجال الصناعي.

الوصف التفصيلي:

فيما يلي، سيتم وصف مفهوم الاختراع الحالي والآثار التقنية الناتجة عنه بشكل واضح وكامل بالإشارة إلى النماذج لفهم أهداف الاختراع الحالي وميزاته وآثاره بشكل كامل. من الواضح أن النماذج الموصوفة ليست سوى جزء من نماذج الاختراع الحالي وليست كلها. بناءًا على نماذج الاختراع الحالي، فإن النماذج الأخرى التي يمكن أن يصل إليها الشخص ذو المهارة العادية في الفن دون أي جهد ابتكاري تقع ضمن نطاق الاختراع الحالي.

النموذج 1

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.2 أمبير/م^2 لمدة 30 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 60 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.02 ميجا باسكال ودرجة حرارة 60م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 20 دقيقة عند 80م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 200م° لمواصلة التحميص لمدة 40 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 60 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد التبخير الدوَّار باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 83٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 6٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 87٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.29٪. تشير طريقة اختبار مُعدَّل فقدان الاشتعال إلى *طريقة تقدير الفقد في المخلَّفات الصلبة على الاشتعال–الثقل النوعي (HJ1024-2019)*.

النموذج 2

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.5 أمبير/م^2 لمدة 40 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 60 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.02 ميجا باسكال ودرجة حرارة 60م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 20 دقيقة عند 80م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 200م° لمواصلة التحميص لمدة 40 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 60 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد التبخير الدوَّار باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 83٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 6٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 87٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.15٪. طريقة اختبار مُعدَّل فقدان الاشتعال المشار إليها باسم *طريقة تقدير الفقد في المخلَّفات الصلبة على الاشتعال-الثقل النوعي (HJ1024-2019)*.

النموذج 3

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.6 أمبير/م^2 لمدة 40 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 60 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.02 ميجا باسكال ودرجة حرارة 80م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 20 دقيقة عند 80م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 200م° لمواصلة التحميص لمدة 40 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 60 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد التبخير الدوَّار باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 88٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 13٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 85٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.33٪. طريقة اختبار مُعدَّل فقدان الاشتعال المشار إليها باسم *طريقة تقدير الفقد في المخلَّفات الصلبة على الاشتعال-الثقل النوعي (HJ1024-2019)*.

النموذج 4

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.2 أمبير/م^2 لمدة 60 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 30 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.01 ميجا باسكال ودرجة حرارة 80م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 20 دقيقة عند 80م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 200م° لمواصلة التحميص لمدة 40 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 60 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد التبخير الدوَّار باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 81٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 7٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 89٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.42٪. طريقة اختبار مُعدَّل فقدان الاشتعال المشار إليها باسم *طريقة تقدير الفقد في المخلَّفات الصلبة على الاشتعال-الثقل النوعي (HJ1024-2019)*.

النموذج 5

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.2 أمبير/م^2 لمدة 60 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) تكرير الطور السائل للحصول على طور عضوي وآخر مائي، حيث تراوح الرقم الهيدروجيني pH للطور السائل بين 7.0–10.0 وبلغ ضغط وعاء التبخير 7.5 كيلو باسكال وكانت نسبة الاسترجاع 2.5.

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 30 دقيقة عند 80م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 200م° لمواصلة التحميص لمدة 40 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 60 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد تكرير باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 99.5 ٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 1.2 ٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 88٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.33٪. طريقة اختبار مُعدَّل فقدان الاشتعال المشار إليها باسم *طريقة تقدير الفقد في المخلَّفات الصلبة على الاشتعال-الثقل النوعي (HJ1024-2019)*.

النموذج 6

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي الخطوات التالية:

(1) وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

(2) وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.2 أمبير/م^2 لمدة 60 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

(3) إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 30 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.01 ميجا باسكال ودرجة حرارة 80م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

(4) وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 60 دقيقة عند 100م° لإزالة الرطوبة، من ثم زيادة درجة الحرارة إلى 220م° لمواصلة التحميص لمدة 30 دقيقة وإعادة تدوير NMP بالتكثيف وأخيرًا، التحميص لمدة 30 دقيقة عند 400م° لإزالة PVDF مادة الربط وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

تم تحليل الطور العضوي والمائي المتحصَّل عليهما بعد التبخير الدوَّار باستخدام كاشف تركيز NMP المحمول من نوع brs-nmp. كان تركيز NMP في الطور العضوي 85٪ وكان تركيز NMP في الطور المائي 6٪. كان تركيز NMP المعاد تدويره بالتركيز 87٪.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب لمادة القطب الموجب وفقًا للنموذج الحالي 0.36٪ وكان استهلاك الطاقة 0.38 كيلو واط ساعة.

مثال المقارنة 1

تضمَّنت طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في هذا المثال المقارن الخطوات التالية:

وضع مُخلَّفات ملاط القطب الموجب في سلة حديدية لفصل المواد المعبَّأة في أكياس وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول ملاط؛

وضع محلول الملاط المتحصَّل عليه بعد التكسير والفرز في خزَّان استشراد كهربائي وبدء تشغيل مصدر طاقة تيار مباشر وضبط كثافة التيار إلى 0.2 أمبير/م^2 لمدة 60 دقيقة من الاستشراد الكهربائي وترشيح الشفط على الملاط المتخثِّر للحصول على طور سائل وآخر صلب؛

إجراء تبخير دوَّار منخفض الضغط على الطور السائل لمدة 30 دقيقة تحت ظروف ضغط معياري 0.01 ميجا باسكال ودرجة حرارة 80م° للحصول على طور عضوي وآخر مائي؛ و

وضع الطور الصلب في فرن أنبوبي مُزوَّد بجهاز تجميع غاز التكثيف والتحميص لمدة 120 دقيقة عند 400م° لإزالة الرطوبة وإخراج مادة قطب موجب بعد تبريد النظام إلى درجة الحرارة العادية.

كان مُعدَّل فقدان الاشتعال الصلب وفقًا لمثال المقارنة الحالي 0.36٪ وكان استهلاك الطاقة 0.51 كيلو واط في الساعة. لم يتم إنتاج أي طور عضوي مستقل لـ NMP في عملية التحميص.

في النهاية، يعيد الاختراع الحالي تدوير مُخلَّفات ملاط القطب الموجب من خلال الجمع بطريقة مبتكرة بين عمليات التكسير والفرز والاستشراد الكهربائي والتحميص التدريجي. كما يعد الفصل بين السائل والصلب شاملاً ويمكن بشكل مباشر الحصول على طور عضوي لـ NMP. تعد القيمة الاقتصادية

عالية والمحتوى العضوي لمادة القطب الموجب المنتَج مُنخفضًا. يكون تركيز NMP في الطور العضوي المعاد تدويره بالتكثيف أو الطور العضوي في عملية التبخير/التكرير الدوَّارة أكبر من 80٪ ويكون مُعدَّل فقدان الاشتعال لمادة القطب الموجب أصغر من 0.5٪.

تم وصف نماذج الاختراع الحالي بالتفصيل أعلاه ولا يقتصر الاختراع الحالي على النماذج الموضَّحة أعلاه ويمكن إجراء تغييرات مختلفة دون الخروج عن روح الاختراع الحالي في نطاق معرفة الأشخاص ذو المهارة العادية في الفن. علاوةً على ذلك، يمكن دمج نماذج الاختراع الحالي وميزاتها مع بعضها البعض ما لم يوجد تعارض.

عناصر الحماية

1 1- طريقة معالجة مُخلَّفات ملاط القطب الموجب، والتي تتكون من الخطوات التالية:

2 (1) المعالجة المسبَقة لمخلَّفات ملاط القطب الموجب للحصول على محلول ملاط؛

3 (2) إجراء تخثير كهربائي وضغط المرشِّح على محلول الملاط للحصول على طور سائل وآخر

4 صلب؛ و

5 (3) إجراء تحميص تدريجي على الطور الصلب للحصول على مادة قطب موجب.

1 2- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 1، حيث تشتمل المعالجة المسبَقة في الخطوة (1) على

2 الخطوات المحدَّدة التالية: فصل المواد المعبَّأة في أكياس عن مُخلَّفات ملاط القطب الموجب،

3 وسحق وفرز المواد المعبَّأة في أكياس للحصول على محلول الملاط.

1 3- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 1، حيث يكون للتيار المباشر المستخدَم في عملية

2 إجراء التخثير الكهربائي في الخطوة (2) تيار يتراوح بين 50-70 مللي أمبير وجهد قدره

3 60-65 فولت.

1 4- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 3، حيث يكون للتيار المباشر المستخدَم في عملية

2 التخثير الكهربائي في الخطوة (2) كثافة تيار تتراوح بين 0.2-0.6 أمبير/م^2.

1 5- طريقة العلاج وفقًا لعنصر الحماية 1، حيث يتراوح وقت الاستشراد الكهربائي في الخطوة

2 (2) بين 20-60 دقيقة.

1 6- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 1، حيث تشتمل الخطوة (2) أيضًا على إجراء التقطير

2 على الطور السائل، وتخصيب الطور العضوي للحصول على NMP بنقاء أكبر بنسبة 70٪.

1 7- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 6، حيث يكون التقطير عبارة عن تبخير أو تكرير دوَّار

2 بالضغط.

8- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 1، حيث تكون العملية المحدَّدة للتحميص التدريجي في الخطوة (3) عبارة عن تحميض الطور الصلب على ثلاث مراحل، حيث يتم إجراء المرحلة الأولى للتحميص عند 80-100م° لمدة 20-60 دقيقة، ويتم إجراء التحميص في الطور الثانية عند 200-250م° لمدة 30-60 دقيقة، ويتم إجراء المرحلة الثالثة للتحميص عند 350-450م° لمدة 30-60 دقيقة، وذلك للحصول على مادة القطب الموجب.

9- طريقة المعالجة وفقًا لعنصر الحماية 8، والتي تشتمل أيضًا بعد المرحلة الثانية للتحميص، على غاز التكثيف المتحصَّل عليه بالتحميص وإعادة تدوير NMP.

10- تطبيق الطريقة وفقًا لأيٍ من عناصر الحماية 1-9 في إعادة تدوير المعادن الثمينة.

MA 60459A1

ROYAUME DU MAROC
OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE

OMPIC

المملكة المغربية
المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية

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 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 60459	Date de dépôt : 30/12/2021 Date d'entrée en phase nationale : 22/05/2023 Date de priorité: 22/06/2021
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO., LTD.	
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE TRAITEMENT D'UNE SUSPENSION D'ÉLECTRODE POSITIVE MISE AU REBUT ET APPLICATION	

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 brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com, et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.

Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :

Partie 1 : Considérations générales
- ☒ Cadre 1 : Base du présent rapport
- ☐ Cadre 2 : Priorité
- ☐ Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés

Partie 2 : Rapport de recherche

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité
- ☐ Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté
- ☐ Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention
- ☐ Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité
- ☒ Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Examinateur: Abdelfettah EL KADIIR

Téléphone: **212 5 22 58 64 14/00**

Date d'établissement du rapport : 07/09/2023

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
  14 Pages
- Revendications
  1-10

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : H01M10/54, H01M10/0525
CPC : C01G53/44, H01M10/0525, H01M10/54

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
Y	**CN111088430 A (GANSU RSK ADVANCED MATERIAL CO., LTD.) (2020-05-01)** description, paragraphes 3-40	1-10
Y	**US4188268 A (MIZUSAWA KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA) (1980-02-12)** description, colonne 10, lignes 6-50, & colonne 27, ligne 30 à colonne 33, ligne 22	1-10
Y	**CN103618119 A (HENAN NORMAL UNIVERSITY ET AL.) (2014-03-05)** description, paragraphes 6-27	1-10
Y	**CN111036651 A (GANSU RSK ADVANCED MATERIAL CO., LTD.) (2020-04-21)** description, paragraphes 5-72, & figure 1	1-10
Y	**US4117104 A (MIZUSAWA KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA) (1978-09-26)** description, colonne 11, lignes 24-59, & colonne 16, lignes 39-60	1-10

***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

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications aucune Revendications 1-10	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-10 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 : CN111088430A
D2 : US4188268A
D3 : CN103618119A

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art cité ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-10. Par conséquent, l'objet des revendications 1-10, 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, considérée comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue (description, paragraphes 3-40) : une méthode de récupération des déchets de boues d'électrodes positives d'une batterie au lithium, comprenant : filtrer par centrifugation une boue d'électrode positive pour obtenir une phase solide d'une phase liquide NMP et un matériau d'électrode positive, distiller la phase liquide NMP, purifier pour obtenir un liquide NMP pur, calciner la phase solide du matériau d'électrode positive dans un four de calcination à 300-600 DEG C, traiter par un concasseur pour obtenir une poudre de matériau d'électrode positive, et effectuer un processus de récupération par lixiviation acide sur la poudre de matériau d'électrode positive pour récupérer les éléments métalliques ; dans le four de calcination à une température de 300-400 DEG C pendant 3-5 heures ; et le four de calcination est relié de manière fixe à un dispositif d'absorption des gaz résiduels pour collecter les gaz nocifs générés au cours du processus de calcination.

La revendication 1 diffère de la revendication D1 en ce que : (1) la boue d'électrode positive mise au rebut est prétraitée pour obtenir une solution de boue, et les modes de séparation de la phase liquide et de la phase solide sont la coalescence électrophorétique, le filtrage-pressage et la torréfaction en tant que torréfaction à gradient.

Le problème à résoudre par la revendication 1 est comment séparer une phase liquide et une phase solide.

Le document D2 divulgue (description, colonne 10, lignes 6-50 et colonne 27, ligne 30 à colonne 33, ligne 22) : la séparation des particules d'oxyde de plomb superfines de la boue sous forme de poudre, et la préparation d'une matière active, par exemple, la récupération d'une phase solide de monoxyde de plomb par sédimentation, séparation centrifuge, décantation, filtration, électrophorèse, séchage par pulvérisation et autres, l'obtention d'un produit en poudre pour la production d'une matière active par séchage d'une phase solide de monoxyde de plomb, et la préparation d'une batterie en prenant de l'oxyde de plomb comme substance active.

Le document D3 divulgue (description, paragraphes 6-27) : une méthode de récupération d'une substance active à partir d'une feuille de déchets d'électrode positive d'une batterie lithium-ion comprend les étapes suivantes : placer la feuille de déchets d'électrode positive dans un agent d'expansion de sulfoxyde de diméthyle et de NMP, maintenir pendant 0. 1-36 heures à 19-189 DEG C, tamiser ou trier une feuille d'aluminium, sécher la substance active solide à 40-250 DEG C, ajouter une source de lithium dans la substance active solide séchée, mélanger uniformément et calciner en trois étapes pour obtenir une substance active d'électrode positive régénérée : et calciner à 250-500 DEG C pendant 0 La méthode de préparation comprend les étapes suivantes : 2, calcination à 400-750 DEG C pendant 1-10 heures ; 3, calcination à 600-1200 DEG C pendant 3-24 heures ; et 5, calcination à 350 DEG C pendant 2 heures, calcination à 400 DEG C pendant 10 heures, et enfin calcination à 600 DEG C pendant 14 heures.

Ainsi, l'homme du métier trouve dans D2 ou/et D3 l'incitation pour résoudre le problème posé notamment les procédés de séparation de la phase liquide et de la phase solide utilisé dans la présente invention et qui sont : la coalescence électrophorétique, le filtrage-pressage et la torréfaction en tant que torréfaction à gradient, et ainsi arriver à l'objet de l'invention selon la revendication 1 sans l'exercice d'une activité inventive.

Les revendications 2-10 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive au vu de D1 à D3 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.