

## (12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 60464 A1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/375; C01B 25/37**

(43) Date de publication :  
**27.09.2023**

---

(21) N° Dépôt :  
**60464**

(22) Date de Dépôt :  
**27.05.2022**

(30) Données de Priorité :  
**01.07.2021 CN 202110748109.3**

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:  
**PCT/CN2022/095689 27.05.2022**

(71) Demandeur(s) :

- **Hunan Brunp EV Recycling Co., Ltd., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- **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. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**

(72) Inventeur(s) :  
**RUAN, Dingshan ; TANG, Shenghe ; LI, Changdong ; LI, Lingjie ; HAN, Shuai ; HUANG, Gaorong**

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

---

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE PHOSPHATE FERRIQUE NANOMÉTRIQUE À FAIBLE TENEUR EN SOUFRE**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de préparation de phosphate ferrique nanométrique à faible teneur en soufre, comprenant : d'abord le mélange d'une source de phosphore et d'une source de fer pour obtenir une solution de matières premières, puis l'addition d'un alcali et d'un tensioactif, l'ajustement du pH et l'agitation et la réaction pour obtenir une bouillie de phosphate ferrique dihydraté ; l'addition de solution d'acide phosphorique à la bouillie de phosphate ferrique dihydraté, l'ajustement du pH, le chauffage et l'agitation pour mettre en oeuvre un vieillissement et la filtration pour obtenir du phosphate ferrique dihydraté ; l'addition d'eau au phosphate ferrique dihydraté pour former une bouillie et le broyage pour obtenir une bouillie broyée ; l'addition de la bouillie broyée

à une solution de lavage pour le lavage, la réalisation d'une séparation solide-liquide et la récupération de la phase solide pour la calcination afin d'obtenir le phosphate ferrique nanométrique à faible teneur en soufre. Selon la présente invention, le processus de broyage dans le processus de synthèse de phosphate de fer ferrique et de lithium est préparé au préalable, de sorte que les radicaux sulfate enveloppés dans celui-ci peuvent être mieux dissous et éliminés dans l'eau de lavage, ce qui réduit considérablement la quantité d'eau de lavage ; lorsqu'il est calciné directement sans séchage, le résidu de filtration de phosphate ferrique dihydraté perd de l'eau libre et de l'eau de cristallisation, ce qui laisse des pores dans les particules, ce qui fournit des conditions favorables pour la diffusion et l'élimination de SO<sub>2</sub>.

- أ -

## طريقة تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت

### الملخص

يتعلق الإختراع الحالي بالكشف عن طريقة تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت: أولاً، خلط مصدر الفوسفور ومصدر الحديد للحصول على محلول مادة خام، ثم إضافة مادة قلوية ومادة خافضة للتوتر السطحي، وضبط درجة الحموضة، والتقليب والتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛ إضافة محلول حمض الفوسفوريك إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وضبط درجة الحموضة، والتسخين والتقليب لتحقيق الإصلااد بالتعتيق، والترشيح للحصول على ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛ إضافة الماء إلى ثنائي هيدرات فوسفات الحديد لصنع ملاط والطحن للحصول على ملاط أرضي؛ إضافة الملاط الأرضي إلى محلول غسيل للغسيل، وفصل الصلب عن السائل، وأخذ الطور الصلب للتكليس للحصول على فوسفات الحديد النانوي الذي يحتوي على محتوى منخفض من الكبريت. وفي الإختراع الحالي، يتم تحضير عملية الطحن في عملية تصنيع فوسفات حديد الليثيوم بشكل أولي، بحيث يمكن إذابة جذور الكبريتات المفلوطة فيه بشكل أفضل وإزالتها في ماء الغسيل، مما يقلل بشكل كبير من كمية ماء الغسيل؛ عند تكليسها مباشرة بدون تجفيف، تفقد بقايا مرشح فوسفات الحديد الماء الحر والماء المتبلور، مما يترك مسامًا في الجسيمات، مما يوفر ظروفًا مواتية لنشر وإزالة ثاني أكسيد الكبريت.

(يتعين نشره مع الشكل 1)

20

## طريقة تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت

### الوصف الكامل

أعلى من 0.34%، تتكثل جزيئات فوسفات حديد الليثيوم، وكانت سعة التفريغ الأولى عند درجة مئوية أقل من 130 مللي أمبير / جم، وبعد 150 دورة، كانت السعة أقل من 107 مللي أمبير / جم.

5 وفي ظل تقنية الإنتاج الحالية، من الصعب إزالة جذور الكبريتات من فوسفات الحديد، وغالبًا ما تكون هناك حاجة إلى كمية كبيرة من مياه الغسيل لإخراج الشوائب. ومع ذلك، مع تطور التكنولوجيا، أصبح الهيكل البلوري لفوسفات الحديد تدريجياً بحجم النانو، ويحتوي كل من سطح وداخل جسيم فوسفات الحديد المخلوق على كمية كبيرة من  $SO_4^{2-}$ . وفي الوقت الحاضر، يكون لتقنية الغسيل التقليدية تأثير معين على  $SO_4^{2-}$  الممتز على السطح، ولكن لها تأثير إزالة سيئ على  $SO_4^{2-}$  الملفوفة داخل الجسيمات، والتي، من ناحية، تؤثر بشكل خطير على الأداء الكهروكيميائي لمادة كاثود فوسفات حديد الليثيوم المحضر، ومن ناحية أخرى، تستخدم كمية كبيرة من مياه الغسيل، مما يزيد بشكل كبير من تكلفة الإنتاج والعبء البيئي.

10 وحاليًا، تشمل الطريقة الرئيسية للتحكم في محتوى الكبريت في فوسفات الحديد في الصناعة على التحكم في الرقم الهيدروجيني أثناء التخليق، والغسيل متعدد المراحل، والغسل بحامض الستريك، والتكليس لفترة طويلة، وما شابه. وقد تؤثر هذه الطرق غالبًا على كثافة الحنفية، والتفاعلية، ومورفولوجيا السطح والأداء الآخر للمنتجات، أو يتم استخدام كمية كبيرة من مياه الغسيل وحمض الستريك عالي التكلفة، مما يسبب تلوثًا كبيرًا وضغطًا كبيرًا على معالجة مياه الصرف الصحي اللاحقة. وفي عملية تحويل ثنائي هيدرات فوسفات الحديد إلى فوسفات الحديد عن طريق التكليس، غالبًا ما تتم إزالة جذور الكبريتات المتبقية في الجزيئات في صورة ثاني أكسيد الكبريت عند درجة حرارة عالية. ويكون للتكنولوجيا الحالية درجة حرارة منخفضة للتكليس ووقت تكليس طويل، مما يؤدي إلى تأثير إزالة ضعيف على عنصر S، ويؤدي أيضًا إلى ذوبان الجسيمات الأولية لفوسفات الحديد وتقليل التفاعل. ولذلك، فإن تطوير طريقة لتقليل محتوى الكبريت بتأثير ممتاز وتكلفة منخفضة وتأثير بيئي ضئيل له أهمية كبيرة لتحسين تقنية تخليق فوسفات الحديد النانوي المستخدم في البطارية وتحسين أداء المنتج.

الكشف عن الاختراع:

25

يهدف الكشف الحالي إلى حل واحدة على الأقل من المشكلات الفنية المذكورة أعلاه في حالة الفن السابق. ولذلك، يوفر الكشف الحالي طريقة لتحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت.

ووفقًا لأحد جوانب الكشف الحالي، يتم توفير طريقة لتحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت، والتي تشمل على الخطوات التالية:

5

الخطوة 1: خلط مصدر الفوسفور ومصدر الحديد للحصول على محلول مادة خام، ثم إضافة القلويات وخافض التوتر السطحي، وضبط الرقم الهيدروجيني، والتقليب والتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛

الخطوة 2: إضافة محلول حمض الفوسفوريك إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وضبط الرقم الهيدروجيني، والتسخين والتقليب من أجل التعتيق، والترشيح للحصول على ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛

10

الخطوة 3: إضافة الماء إلى ثنائي فوسفات الحديد من أجل الملاط والطحن للحصول على ملاط أرضي؛ و

الخطوة 4: إضافة الملاط الأرضي إلى محلول غسيل للغسيل، وإجراء فصل الصلب عن السائل، وتكليس المرحلة الصلبة للحصول على فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت. وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يكون مصدر الحديد عبارة عن كبريتات حديدوز، ويضاف عامل مؤكسد أيضًا في محلول المادة الخام؛ وتكون النسبة المولية للحديد إلى الفوسفور في محلول المادة الخام هي 1: (0.9 إلى 1.1).

15

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يكون مصدر الفسفور عبارة عن حمض فوسفوريك. وفي بعض التطبيقات المفضلة للكشف الحالي، يكون العامل المؤكسد هو  $H_2O_2$ . ويتأكسد  $Fe^{2+}$  في  $Fe^{3+}$  بواسطة العامل المؤكسد.

20

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يكون القلوي واحدًا على الأقل من هيدروكسيد الصوديوم أو هيدروكسيد البوتاسيوم أو كربونات الصوديوم أو بيكربونات الصوديوم أو كربونات البوتاسيوم أو ماء الأمونيا أو ملح الأمونيوم؛ ويفضل أن يكون القلوي هو هيدروكسيد الصوديوم.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يكون خافض التوتر السطحي واحدًا على الأقل من ستيرات الصوديوم، البولي فينيل بيروليدون، سلفونات دوديسيل الصوديوم، دوديكان فينول

25

بليوكسي إيثيلين، سداسي ديسيل ثلاثي ميثيل بروميد الأمونيوم أو سداسي ديسيل ثلاثي ميثيل كلوريد الأمونيوم.

5 وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يتضاعف خافض التوتر السطحي بواسطة البولي فينيل بيروليدون وسلفونات دوديسيل الصوديوم بنسبة كتلة تبلغ حوالي 1:1. في عملية تخليق فوسفات الحديد النانوي من فعة البطاريات، يجب عموماً إضافة حجم معين من خافض التوتر السطحي للتحكم في حجم التبلور النانوي للجسيم. وفي الكشف الحالي، تم تحسين نسبة خافض التوتر السطحي بشكل مبتكر، والذي يمكن أن يقلل بشكل فعال من التصاق جذر الكبريتات في الجسيم ويقلل من محتوى شوائب الكبريت في المنتجات النهائية مع ضمان تأثير تخليق فوسفات الحديد.

10 وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يكون الرقم الهيدروجيني 1.0 إلى 2.5. وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، تكون نسبة الكتلة من محلول المواد الخام إلى محلول قلوي هي 1: (0.1 إلى 0.3).

15 وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، تكون سرعة التقلب من 100 دورة في الدقيقة إلى 800 دورة في الدقيقة، ويتم إجراء التفاعل عند درجة حرارة 20 درجة مئوية إلى 60 درجة مئوية لمدة 0.5 ساعة إلى 5 ساعات.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 1، يتم تحضير خافض التوتر السطحي والماء في محلول مختلط بخافض التوتر السطحي بتركيز كتلة من 10% إلى 40%، ونسبة كتلة محلول المادة الخام إلى المحلول المختلط بخافض التوتر السطحي هي 1: (0.004 إلى 0.04).

20 في بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 2، يكون تركيز كتلة محلول حمض الفوسفوريك 60% إلى 80%؛ والرقم الهيدروجيني هو 1.0 إلى 2.0.

في بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 2، يتم إجراء التعتيق بسرعة تقلب من 50 دورة في الدقيقة إلى 300 دورة في الدقيقة وعند درجة حرارة من 60 درجة مئوية إلى 100 درجة مئوية، ويستمر التعتيق لمدة 1 ساعة إلى 5 ساعات.

25 وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 2، يكون حجم جسيم ثنائي هيدرات فوسفات الحديد الذي تم الحصول عليه من 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 3، يكون حجم الجسيمات لمرحلة تشتيت الملاط الأرضي 2.5 ميكرومتر إلى 10 ميكرومتر. ويجب تعديل حجم جسيم الطحن الرطب وفقا لمتطلبات تقنية تخليق فوسفات حديد الليثيوم في مرحلة لاحقة.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 3، تكون نسبة كتلة ثنائي هيدرات فوسفات الحديد إلى الماء 1: (1 إلى 4).

5

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يتم إجراء الغسيل مرتين.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يكون محلول الغسيل عبارة عن محلول ماء أو محلول كربونات الصوديوم بنسبة 0.5% إلى 2%؛ ويفضل أن يكون الماء ماء ساخنا عند 60 درجة مئوية إلى 90 درجة مئوية. ولاختيار محلول الغسيل، في الكشف الحالي، لا يتم اختيار الماء منزوع الأيونات التقليدي فحسب، بل يتم أيضا اختيار الماء النقي الساخن بشكل مبتكر، ويمكن أن يقلل الماء النقي الساخن من لزوجة الملاط ويحسن تأثير الغسيل. ويتم أيضا اختيار محلول كربونات الصوديوم بشكل مبتكر، ويكون لربونات الصوديوم تأثير تفاعل جيد مع جذر الكبريتات، ويسهل إزالتها، وفي الوقت نفسه، يكون من السهل معالجة المخلفات السائلة، مما يقلل من محتوى شوائب عنصر الكبريت في فوسفات الحديد. ويمكن اختيار محلول الغسيل وفقا للتحكم في تكلفة الإنتاج ومتطلبات أداء المنتج.

10

15

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، تكون نسبة كتلة محلول الغسيل إلى ثنائي هيدرات فوسفات الحديد (5 إلى 20): 1.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يكون المحتوى المائي لبقايا المرشح من 15% إلى 30%.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يتم إجراء التكليل عند درجة حرارة 450 درجة مئوية إلى 800 درجة مئوية لمدة 0.5 ساعة إلى 5 ساعات تحت معدل تسخين من 2 درجة مئوية / دقيقة إلى 10 درجة مئوية / دقيقة.

20

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يتم إجراء التكليل عند درجة حرارة 600 درجة مئوية إلى 800 درجة مئوية لمدة 0.5 ساعة إلى 3 ساعات. ويتم استخدام طريقة تكليل سريعة

قصيرة المدى ذات درجة حرارة عالية، ووفقا للحساب الديناميكي الحراري ونتائج التجربة، تزداد درجة حرارة التكليل إلى أكثر من 600 درجة مئوية ويتم التحكم في وقت التكليل في غضون

25

3 ساعات، والذي يمكن أن يزيل بشكل فعال جذر الكبريتات المتبقية في جسيمات فوسفات الحديد، ويمكن أيضا ضمان الأداء الكيميائي للمنتجات.

وفي بعض نماذج الكشف الحالي، في الخطوة 4، يلزم وجود هواء مضغوط للتكليس. ويمكن أن يؤدي إدخال الهواء المضغوط النقي إلى تسريع إزالة عنصر S.

5 ووفقا للتجسيد المفضل للكشف الحالي، يكون للكشف الحالي على الأقل الآثار المفيدة التالية:

1. في الكشف الحالي، تتم معالجة عملية الطحن في تقنية تخليق فوسفات الحديد الليثيوم بشكل مبتكر مسبقا، ويتم استخدام الطحن الرطب لتقليل حجم جسيمات ثنائي هيدرات فوسفات الحديد وإطلاق تكتل الجزيئات الثانوية من ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، بحيث يمكن إذابة جذر الكبريتات الملفوف في ثنائي هيدرات فوسفات الحديد بشكل أفضل في ماء الغسيل ثم إزالته، وبالتالي تقليل حجم غسل الماء بشكل كبير.

2. في الكشف الحالي، عندما تفقد بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد الماء الحر والماء البلوري دون تجفيف وتكليس مباشر، يتم ترك مسام في الجسم، مما يوفر حالة مواتية لنشر وإزالة SO<sub>2</sub>. ويكون محتوى S في المنتجات النهائية أقل من 0.01٪، والذي يصل إلى المعيار الوطني للمنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات.

15 3. الكشف الحالي بسيط في تدفق العملية، ومنخفض التكلفة، ومستقر للتحكم، وسهل التصنيع

على نطاق واسع؛ وعندما يتم تحضير فوسفات حديد الليثيوم بطريقة الاختزال الكربوحراري التقليدية، يجب تقليل حجم الجسيمات من المواد الخام عن طريق الطحن الرطب لتحسين توحيد تشتت جميع المواد الخام، ثم يتم إجراء التجفيف بالرش. وفي الكشف الحالي، يتم تطوير عملية الطحن الرطب في مرحلة لاحقة جزئياً إلى عملية تحضير فوسفات الحديد، ويتم الجمع بين العمليات في المراحل السابقة واللاحقة، ويتم تحسين خطوات التكنولوجيا ودمجها، والتي لا يكون لها تأثير توجيهي جيد فقط على تحسين تقنية فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات، ولكن له أيضاً تأثير مرجعي معين على تقنية تحضير المنتجات الأخرى ذات الصلة.

### وصف مختصر للأشكال

25 يتم وصف هذا الكشف بمزيد من التفصيل فيما يلي بالإشارة إلى الرسومات والنماذج المصاحبة،

حيث:

الشكل 1 هو مخطط انسيابي لتكنولوجيا في النموذج 1 وفقاً لهذا الكشف؛  
 الشكل 2 هو مخطط SEM لفوسفات الحديد النانوي المعد في النموذج 1 وفقاً لهذا الكشف؛ و  
 الشكل 3 هو مخطط مقارنة XRD لفوسفات الحديد النانوي المعد في النموذج 1 والمثال المقارن 1  
 وفقاً لهذا الكشف.

5

### الوصف التفصيلي

يتم وصف المفهوم والتأثير الفني الناتج عن هذا الكشف بوضوح وبشكل كامل فيما يلي بالإشارة  
 إلى النماذج لفهم أهداف وسمات وآثار الكشف الحالي بشكل كامل. ومن الواضح أن النماذج  
 الموصوفة ليست سوى بعض وليس كل نماذج الكشف الحالي، واستناداً إلى نماذج الكشف الحالي،  
 فإن النماذج الأخرى التي يصل إليها أولئك المهرة في الفن دون المرور بأي عمل إبداعي تنتمي  
 جميعها إلى نطاق حماية الكشف الحالي.

### **النموذج 1**

تم تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت في النموذج، وبالإشارة إلى  
 مخطط انسيابي لتقنية موضحة في الشكل 1، كانت عملية محددة على النحو التالي.  
 (1) تمت إضافة المحلول الأساسي لكبريتات الحديدوز، ومحلول مؤكسد مفرط  $H_2O_2$  ومحلول حمض  
 الفوسفوريك إلى غلاية التقليل وتقليبها بالكامل للحصول على محلول مادة خام، حيث كانت  
 النسبة المولية لـ P / Fe في محلول المواد الخام 1.05 : 1. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول  
 هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 15%. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول مختلط بخافض التوتر  
 السطحي بتركيز 25% ونسبة كتلة من البولي فينيل بيروليدون إلى سلفونات دوديسيل الصوديوم  
 بنسبة 1 : 1.

(2) تمت إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم ببطء إلى محلول المادة الخام، وفي غضون ذلك، تمت  
 إضافة محلول خافض التوتر السطحي المختلط والذي يمثل 2% من كتلة محلول المادة الخام. وتم  
 التحكم بدقة في سرعة الإضافة، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.7 إلى 1.9، وتم  
 تقلب الخليط بالكامل بسرعة دوران 200 دورة في الدقيقة للتفاعل للحصول على ملاط ثنائي  
 هيدرات فوسفات الحديد.

25

- (3) تمت إضافة حجم معين من محلول حمض الفوسفوريك بتركيز 70% إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.3 إلى 1.6، وتم تسخين الخليط إلى 85 درجة مئوية وتقليبه بسرعة دوران 100 دورة في الدقيقة لمدة 5 ساعات تقريبا لتفاعل التعتيق. وتم الانتهاء من التفاعل عندما تم التحكم في حجم جسيم المنتجات ليكون 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر، وتم ترشيح المنتجات للحصول على بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد. 5
- (4) تم خلط بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد بالماء منزوع الأيونات وفقا لنسبة كتلة 1:1، وتم طحن الملاط إلى  $D50 = 3$  ميكرومتر بواسطة مطحنة رمل للحصول على ملاط أرضي. وتمت إضافة الملاط أعلاه إلى الماء منزوع الأيونات والذي كان يقدر بـ 20 مرة كتلة من بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة، ثم تم إجراء ضغط المرشح للحصول على عجينة ترشيح 1 ذات محتوى مائي حوالي 20%. 10
- (5) تمت إضافة عجينة الترشيح أعلاه إلى الماء منزوع الأيونات الذي كان 20 ضعف كتلة بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة مرة أخرى، ثم تم إجراء ضغط المرشح مرة أخرى للحصول على عجينة ترشيح 2 ذات محتوى مائي حوالي 20%. 15
- (6) تم تعبئة عجينة الترشيح 2 مباشرة في وعاء وضغطها، ثم تم تكليسها عند درجة حرارة عالية تبلغ 700 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة تحت معدل تسخين 8 درجات مئوية / دقيقة. وتم إدخال هواء مضغوط نقي يبلغ 10 نيوتن متر مكعب / ساعة، وتم طحن مادة مكلسة وسحقها وغربلتها للحصول على المنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات مع محتوى شوائب منخفض وأداء ممتاز. 20
- أظهرت نتائج اختبار ICP أن محتوى S في بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد التي تم الحصول عليها في النموذج كان 0.3564%. 25
- الشكل 2 هو مخطط SEM لفوسفات الحديد النانوي المحضر في هذا النموذج. ويمكن أن نرى من مخطط SEM أن فوسفات الحديد النانوي المركب من فئة البطاريات يتم تغييره من تجمع جسيمات ثانوية تقليدية إلى جسيمات أولية رخوة ليتم توزيعها بشكل غير منظم، وهو قريب من حالة فوسفات الحديد في تقنيات الطحن الرطب والطحن الخشن في مرحلة لاحقة، ويتم إطلاق تجمع الجسيمات الثانوية، مما يساعد على إزالة شوائب عنصر الكبريت الملتصقة بالداخل.

المجال التقني:

يتعلق الكشف الحالي بمجال تقنيات بطاريات أيونات الليثيوم، وبشكل أكثر تحديداً، بطريقة لتحضير فوسفات الحديد النانوي بمحتوى منخفض من الكبريت.

الخلفية التقنية:

- 5 مع التطور السريع لصناعة الطاقة الجديدة، تُستخدم بطارية أيونات الليثيوم، كطريقة جديدة وخضراء لإمداد الطاقة، على نطاق واسع في بطارية طاقة السيارات، وتخزين الطاقة الكهروكيميائية، وبطارية المنتج 3C وغيرها من المجالات. وتحتل بطارية فوسفات حديد الليثيوم حصة كبيرة في السوق بسبب أداء الدورة الممتاز، وأداء السلامة، والسعر المنخفض، وحماية البيئة وخصائص عدم التلوث، وبتزايد الطلب على بطارية فوسفات حديد الليثيوم بسرعة مع الترويج لمركبات الطاقة الجديدة.
- 10 وفي الوقت الحالي، تشتمل الطرق الرئيسية لتحضير مادة كاثود فوسفات حديد الليثيوم على طريقة المرحلة الصلبة ذات درجة الحرارة العالية، وطريقة الاختزال الكربوحراري، وطريقة تقنية الصل-جل، وطريقة الترسيب التساهمي، والطريقة الحرمائية، وما شابه ذلك، حيث تكون طريقة الاختزال الكربوحراري مستقرة في التكنولوجيا ومنخفضة التكلفة وسهلة التحكم، وبالتالي فهي طريقة تحضير صناعي سائدة. وكمواد خام رئيسية، فإن فوسفات الحديد له تأثير كبير على الأداء الكهربائي لمنتج نهائي من فوسفات حديد الليثيوم في البنية والخواص والجودة. وفي الوقت الحاضر، يتم تحضير فوسفات الحديد بشكل أساسي مع كبريتات الحديدوز كمواد خام عن طريق طريقة التبلور الخاضعة للرقابة، ويحتوي منتج فوسفات الحديد على عدد كبير من الشوائب، والتي يصعب إزالتها أثناء التكرس اللاحق لتخليق فوسفات حديد الليثيوم، وبالتالي له تأثير كبير على الأداء الكهربائي لبطارية فوسفات حديد الليثيوم، وبالتالي يؤثر بشكل كبير على استخدام فوسفات الحديد في مادة البطارية. ويكون تأثير شوائب عنصر الكبريت أشد خطورة. وجد يانغواو وآخرون أنه عندما وصل جزء من الكبريت إلى مستوى معين، كان التأثير على مورفولوجيا الجسيمات، وقدرة التفريغ وأداء دورة فوسفات حديد الليثيوم واضحاً بشكل تدريجي، عندما كان جزء كتلة الكبريت أقل من 0.22 %، كانت مورفولوجيا جسيمات فوسفات حديد الليثيوم كروية، ووصلت سعة التفريغ الأولى عند 1 درجة مئوية إلى 152 مللي أمبير / جم، وبعد 150 دورة، لا يزال من الممكن الحفاظ على السعة عند 140 مللي أمبير / جم، مع أداء كهروكيميائي جيد؛ وعندما كان الجزء الكتلي للكبريت
- 15
- 20
- 25

الشكل 3 هو رسم تخطيطي XRD لفوسفات الحديد النانوي المعد في النموذج 1 والمثال المقارن 1 للكشف الحالي. ويمكن أن نرى بوضوح من مخطط XRD أن فوسفات الحديد المحضر بطريقة تجفيف التكليس التقليدية ذات درجة الحرارة المنخفضة لفترة طويلة في المثال المقارن 1 غير متبلور، في حين أن فوسفات الحديد المحضر بطريقة التكليس السريع قصير المدى بدرجة حرارة عالية في النموذج 1 يكون له تبلور جيد، وذروة مميزة حادة، وبنية طور بلوري نقي بدون شوائب.

ويوضح الجدول 1 توزيع حجم الجسيمات لمنتجات فوسفات الحديد المحضرة في هذا النموذج.

5

### الجدول 1

D99	D90	D50	D10	
25.90	12.72	2.47	0.66	حجم الجسيمات (ميكرومتر)

### النموذج 2

تم تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت في النموذج، وكانت عملية محددة على النحو التالي.

10

(1) تمت إضافة المحلول الأساسي لكبريتات الحديدوز، ومحلول مؤكسد مفرط  $H_2O_2$  ومحلول حمض الفوسفوريك إلى غلاية التقليب وتقليبها بالكامل للحصول على محلول مادة خام، حيث كانت النسبة المولية لـ P / Fe في محلول المواد الخام 1.05 : 1. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 15%. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول مختلط بخافض التوتر السطحي بتركيز 25% ونسبة كتلة من البولي فينيل بيروليدون إلى سلفونات دودي سييل الصوديوم بنسبة 1 : 1.

15

(2) تمت إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم ببطء إلى محلول المادة الخام، وفي غضون ذلك، تمت إضافة محلول خافض التوتر السطحي المختلط والذي يمثل 2% من كتلة محلول المادة الخام. وتم التحكم بدقة في سرعة الإضافة، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.7 إلى 1.9، وتم تقليب الخليط بالكامل بسرعة دوران 200 دورة في الدقيقة للتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد.

20

(3) تمت إضافة حجم معين من محلول حمض الفوسفوريك بتركيز 70% إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.3 إلى 1.6، وتم تسخين الخليط إلى

85 درجة مئوية وتقليبه بسرعة دوران 100 دورة في الدقيقة لمدة 5 ساعات تقريبا لتفاعل التعتيق. وتم الانتهاء من التفاعل عندما تم التحكم في حجم جسيم المنتجات ليكون 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر، وتم ترشيح المنتجات للحصول على بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد.

(4) تم خلط بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد بالماء منزوع الأيونات وفقا لنسبة كتلة 1:1، وتم طحن الملاط إلى  $D50 = 5$  ميكرومتر بواسطة مطحنة رمل للحصول على ملاط أرضي. وتمت إضافة الملاط أعلاه إلى ماء نقي عند درجة حرارة قدرها 70 درجة مئوية والذي كان يقدر بـ 15 مرة كتلة من بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة، ثم تم إجراء ضغط المرشح للحصول على عجينة ترشيح 1 ذات محتوى مائي حوالي 20%.

(5) تمت إضافة عجينة الترشيح أعلاه إلى الماء النقي عند درجة حرارة قدرها 70 درجة مئوية الذي كان 15 ضعف كتلة بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة مرة أخرى، ثم تم إجراء ضغط المرشح مرة أخرى للحصول على عجينة ترشيح 2 ذات محتوى مائي حوالي 20%.

(6) تم تعبئة عجينة الترشيح 2 مباشرة في وعاء وضغطها، ثم تم تكليسها عند درجة حرارة عالية تبلغ 600 درجة مئوية لمدة 1.5 ساعة تحت معدل تسخين 8 درجات مئوية / دقيقة. وتم إدخال هواء مضغوط نقي يبلغ 10 نيوتن متر مكعب / ساعة، وتم طحن مادة مكلسة وسحقها وغربلتها للحصول على المنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات مع محتوى شوائب منخفض وأداء ممتاز.

### النموذج 3

تم تحضير فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت، وكانت عملية محددة على النحو التالي. 20

(1) تمت إضافة المحلول الأساسي لكبريتات الحديدوز، ومحلول مؤكسد مفرط  $H_2O_2$  ومحلول حمض الفوسفوريك إلى غلاية التقليب وتقليبها بالكامل للحصول على محلول مادة خام، حيث كانت النسبة المولية لـ P / Fe في محلول المواد الخام 1.05:1. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 15%. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول مختلط بخافض التوتر السطحي بتركيز 25% ونسبة كتلة من البولي فينيل بيروليدون إلى سلفونات دوديسيل الصوديوم بنسبة 1:1.

(2) تمت إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم ببطء إلى محلول المادة الخام، وفي غضون ذلك، تمت إضافة محلول خافض التوتر السطحي المختلط والذي يمثل 2٪ من كتلة محلول المادة الخام. وتم التحكم بدقة في سرعة الإضافة، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.7 إلى 1.9، وتم تقليب الخليط بالكامل بسرعة دوران 200 دورة في الدقيقة للتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد. 5

(3) تمت إضافة حجم معين من محلول حمض الفوسفوريك بتركيز 70٪ إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.3 إلى 1.6، وتم تسخين الخليط إلى 85 درجة مئوية وتقليبه بسرعة دوران 100 دورة في الدقيقة لمدة 5 ساعات تقريبا لتفاعل التعتيق. وتم الانتهاء من التفاعل عندما تم التحكم في حجم جسيم المنتجات ليكون 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر، وتم ترشيح المنتجات للحصول على بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد. 10

(4) تم خلط بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد بالماء منزوع الأيونات وفقا لنسبة كتلة 1:1، وتم طحن الملاط إلى D50 = 8 ميكرومتر بواسطة مطحنة رمل للحصول على ملاط أرضي. وتمت إضافة الملاط أعلاه إلى 1٪ من محلول كربونات الصوديوم والذي كان يقدّر بـ 10 مرات كتلة من بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة، ثم تم إجراء ضغط المرشح للحصول على عجينة ترشيح 1 ذات محتوى مائي حوالي 20٪. 15

(5) تمت إضافة عجينة الترشيح أعلاه إلى الماء منزوع الأيونات الذي كان 20 ضعف كتلة بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد للتقليب والغسل لمدة 30 دقيقة مرة أخرى، ثم تم إجراء ضغط المرشح مرة أخرى للحصول على عجينة ترشيح 2 ذات محتوى مائي حوالي 20٪. 20

(6) تم تعبئة عجينة الترشيح 2 مباشرة في وعاء وضغطها، ثم تم تكليسها عند درجة حرارة عالية تبلغ 450 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة تحت معدل تسخين 8 درجات مئوية / دقيقة. وتم إدخال هواء مضغوط نقي يبلغ 10 نيوتن متر مكعب / ساعة، وتم طحن مادة مكلسة وسحقها وغربلتها للحصول على المنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات مع محتوى شوائب منخفض وأداء ممتاز. 25

### مثال مقارنة 1

تم تحضير فوسفات الحديد النانوي في المثال المقارن، وكانت العملية المحددة على النحو التالي.

تم تحضير بقايا ثنائي هيدرات فوسفات الحديد وفقًا للخطوات من (1) إلى (3) في النموذج 1، وغسلها ثلاث مرات باستخدام 50 مرة من الماء منزوع الأيونات لمدة 30 دقيقة في كل مرة، وتجفيفها عند 120 لمدة 10 ساعات بعد ضغط المرشح، ثم ملؤها في وعاء، وتكليسها على درجة حرارة عالية 300 لمدة 5 ساعات تحت معدل تسخين 5 درجة مئوية / دقيقة. وتم إدخال هواء مضغوط نقي بمقدار 10 نيوتن متر مكعب / ساعة، وتم طحن مادة مكلسة وسحقها وغربلتها للحصول على المنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات.

## مثال مقارنة 2

- تم تحضير ثنائي هيدرات فوسفات الحديد في المثال المقارن، والذي كان مختلفًا عن ذلك في النموذج 1 في نسبة محلول خافض التوتر السطحي، وكانت العملية المحددة على النحو التالي.
- (1) تمت إضافة المحلول الأساسي لكبريتات الحديدوز، ومحلول مؤكسد مفرط  $H_2O_2$  ومحلول حمض الفوسفوريك إلى غلاية التقليب وتقليبها بالكامل للحصول على محلول مادة خام، حيث كانت النسبة المولية لـ P / Fe في محلول المواد الخام 1.05 : 1. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 15%. وبالإضافة إلى ذلك، تم تحضير محلول خافض التوتر السطحي من هيكساديسيل تراي ميثيل بروميد الأمونيوم بتركيز 25%؛
- (2) تمت إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم ببطء إلى محلول المادة الخام، وفي غضون ذلك، تمت إضافة المحلول خافض التوتر السطحي والذي يمثل 2% من كتلة محلول المادة الخام. وتم التحكم بدقة في سرعة الإضافة، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.7 إلى 1.9، وتم تقليب الخليط بالكامل بسرعة دوران 200 دورة في الدقيقة للتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛
- (3) تمت إضافة حجم معين من محلول حمض الفوسفوريك بتركيز 70% إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وتم تعديل قيمة الرقم الهيدروجيني لتكون 1.3 إلى 1.6، وتم تسخين الخليط إلى 85 درجة مئوية وتقليبه بسرعة دوران 100 دورة في الدقيقة لمدة 5 ساعات تقريبًا لتفاعل التعيق. وتم الانتهاء من التفاعل عندما تم التحكم في حجم جسيم المنتجات ليكون 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر، وتم ترشيح المنتجات للحصول على بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد.
- وأظهرت نتائج اختبار ICP أن محتوى S في بقايا مرشح ثنائي هيدرات فوسفات الحديد التي تم الحصول عليها في المثال المقارن كان 0.8129%.

### جودة المنتجات النهائية

يوضح الجدول 1 محتويات عناصر الشوائب في المنتجات النهائية لفوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات المحضر في النماذج من 1 إلى 3 والمثال المقارن 1، ويتم الحصول على البيانات المحددة بواسطة جهاز ICP-AES.

الجدول 1 محتويات الشوائب للمنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات

5

المثال المقارن 1	النموذج 3	النموذج 2	النموذج 1	محتوى عناصر الشوائب
0.0649	0.0097	0.0086	0.0093	الكبريت
0.0026	0.0004	0.0011	0.0012	المنجنيز
0.0064	0.0133	0.0065	0.0092	الصدويوم
0.0089	0.0008	0.0002	0.0003	الكوبالت
0.0213	0.0076	0.0049	0.0052	الألومنيوم
0.0155	0.0097	0.0074	0.0143	الكروم

ويمكن أن نرى من الجدول 1 أن محتويات شوائب الكبريت في المنتجات النهائية من فوسفات الحديد النانوي من فئة البطاريات والمحضر في النماذج أقل بكثير من تلك الموجودة في المثال المقارن 1.

يوضح الجدول 2 الاختلاف الرئيسي بين تقنيات التحضير في النماذج من 1 إلى 3 والمثال المقارن 1.

10

الجدول 2 اختلاف التقنية بين النماذج والمثال المقارن

المجموع التجريبية	إجمالي استهلاك المياه	استهلاك الوقت لإزالة الكبريت
النموذج 1	40:1	7 ساعات
النموذج 2	30:1	6.5 ساعات
النموذج 3	30:1	6 ساعات
المثال المقارن 1	150:1	20 ساعة

يمكن ملاحظة من الجدول 2 أن استهلاك المياه وإجمالي استهلاك الوقت للتقنيات المستخدمة في النماذج أقل بكثير من تلك الخاصة بالتقنية المستخدمة في المثال المقارن 1.

يتم وصف نماذج الكشف الحالي بالتفصيل بالرجوع إلى الرسومات أعلاه، ولكن الكشف الحالي لا يقتصر على النماذج المذكورة أعلاه، ويمكن أيضًا إجراء تغييرات مختلفة في نطاق المعرفة لأصحاب المهارة العادية في الفن دون الخروج عن الغرض من الكشف الحالي. وبالإضافة إلى ذلك، يمكن دمج نماذج الكشف الحالي والسمات الموجودة في النماذج مع بعضها البعض دون تعارض.

5

10

15

20

25

### عناصر الحماية

1- طريقة لتحضير فوسفات الحديد النانوي ذي محتوى منخفض من الكبريت، والتي تشتمل على الخطوات التالية:

5 الخطوة 1: خلط مصدر الفوسفور ومصدر الحديد للحصول على محلول مادة خام، ثم إضافة القلويات وخافض التوتر السطحي، وضبط الرقم الهيدروجيني، والتقليب والتفاعل للحصول على ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛

الخطوة 2: إضافة محلول حمض الفوسفوريك إلى ملاط ثنائي هيدرات فوسفات الحديد، وضبط الرقم الهيدروجيني، والتسخين والتقليب من أجل التعتيق، والترشيح للحصول على ثنائي هيدرات فوسفات الحديد؛ 10

الخطوة 3: إضافة الماء إلى ثنائي فوسفات الحديد من أجل الملاط والطحن للحصول على ملاط أرضي؛ و

الخطوة 4: إضافة الملاط الأرضي إلى محلول غسيل للغسيل، وإجراء فصل الصلب عن السائل، وتكليس المرحلة الصلبة للحصول على فوسفات الحديد النانوي ذي المحتوى المنخفض من الكبريت. 15

2- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يكون مصدر الحديد عبارة عن كبريتات حديدوز، ويضاف عامل مؤكسد أيضاً في محلول المادة الخام؛ وتكون النسبة المولية للحديد إلى الفوسفور في محلول المادة الخام هي 1: (0.9 إلى 1.1).

3- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يتضاعف خافض التوتر السطحي بواسطة البولي فينيل بيروليدون وسلفونات دوديسيل الصوديوم بنسبة كتلة تبلغ حوالي 1: 1. 20

4- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يكون الرقم الهيدروجيني 1.0 إلى 2.5.

5- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 3، حيث في الخطوة 1، يتم تحضير خافض التوتر السطحي والماء في محلول مختلط بخافض التوتر السطحي بتركيز كتلة من 10٪ إلى 40٪، ونسبة كتلة محلول المادة الخام إلى المحلول المختلط بخافض التوتر السطحي هي 1: (0.004 إلى 0.04).

5 6- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، يكون حجم جسيم ثنائي هيدرات فوسفات الحديد الذي تم الحصول عليه من 8 ميكرومتر إلى 20 ميكرومتر.

7- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 3، يتراوح حجم الجسيمات D50 لمرحلة تشتيت الملاط الأرضي من 2.5 ميكرومتر إلى 10 ميكرومتر.

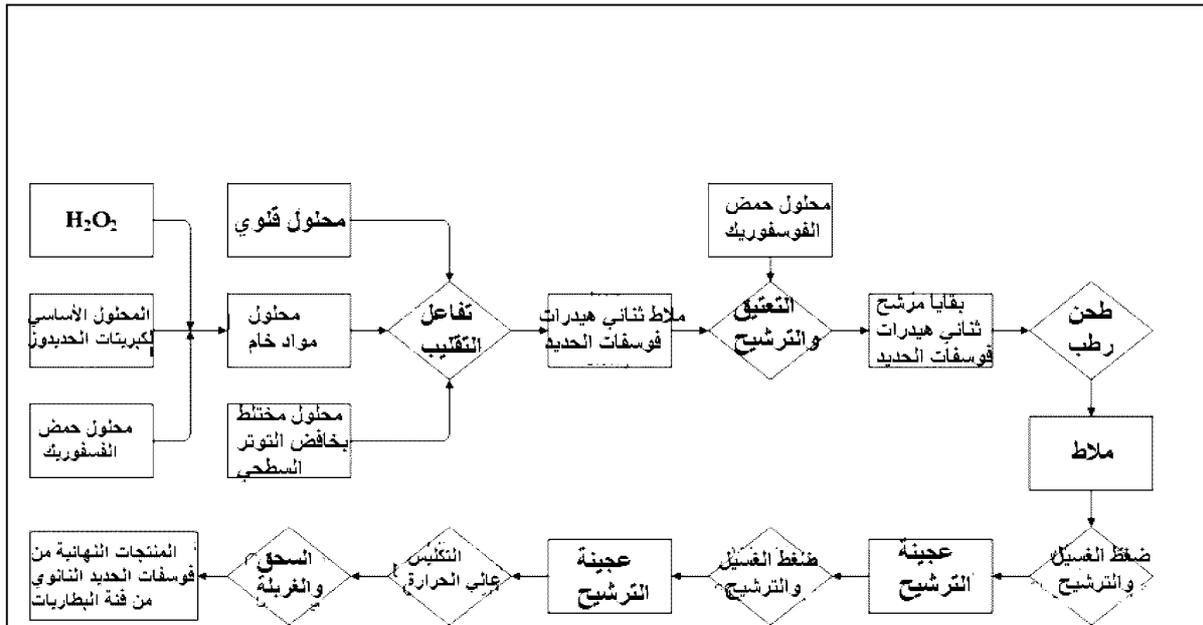
10

8- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 4، يكون محلول الغسيل عبارة عن واحد من محلول ماء أو محلول كربونات الصوديوم بنسبة 0.5٪ إلى 2٪؛ ويفضل أن يكون الماء ماء ساخن عند 60 درجة مئوية إلى 90 درجة مئوية.

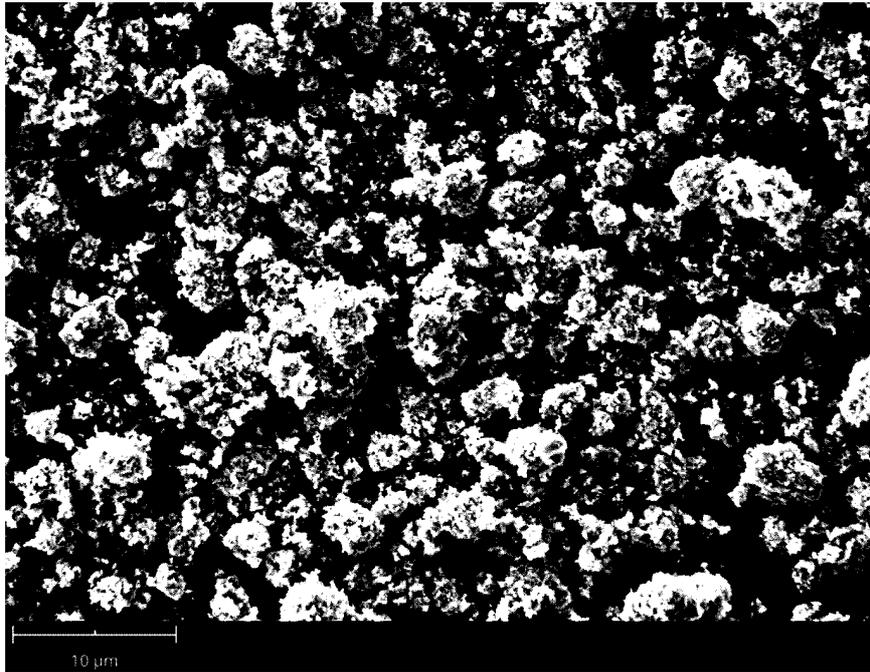
15 9- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 4، يتم إجراء التكليل عند درجة حرارة 450 درجة مئوية إلى 800 درجة مئوية لمدة 0.5 ساعة إلى 5 ساعات.

10- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 4، يلزم وجود هواء مضغوط للتكليل.

20

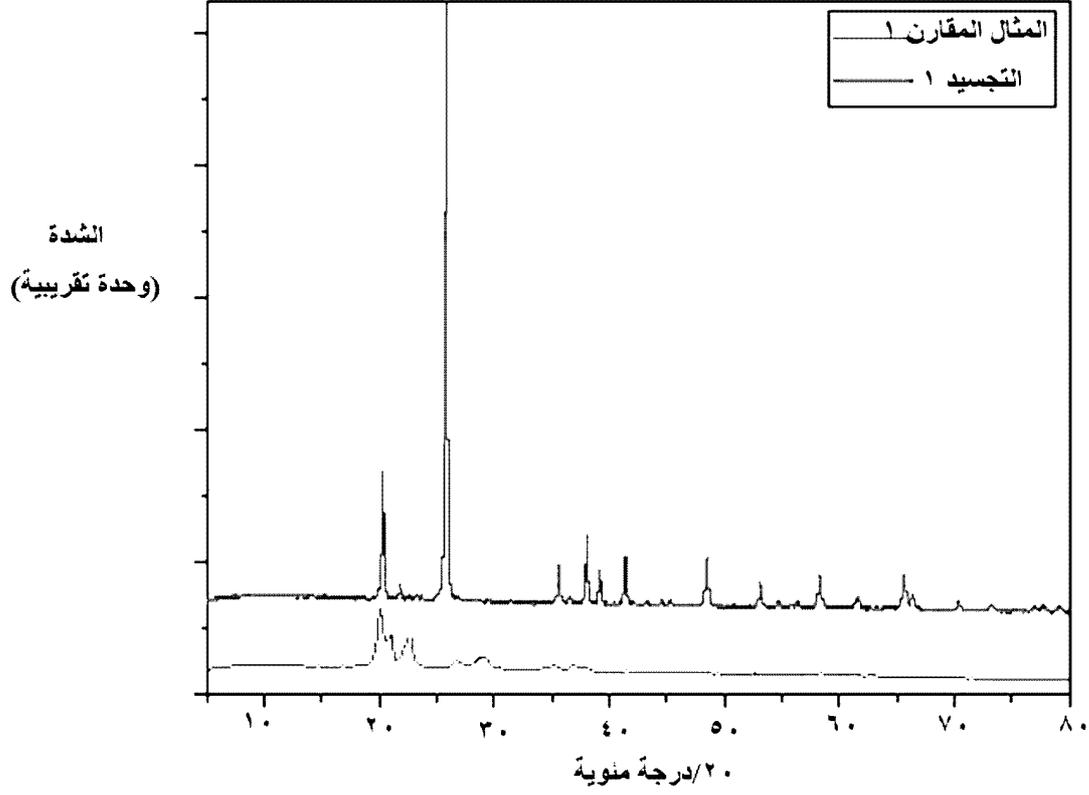


الشكل 1



الشكل 2

أصل		
اسم الطالب		
1	رقم اللوحة	2
عدد اللوحات		
رقم الطلب/التاريخ/الساعة		
توقيع الوكيل / الطالب		

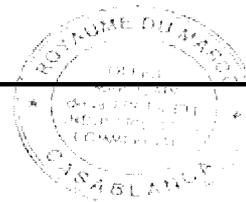


الشكل 3

أصل		
		اسم الطالب
2	رقم اللوحة	2
رقم الطلب/التاريخ/الساعة		
توقيع الوكيل / الطالب		

**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)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 60464	Date de dépôt : 27/05/2022
Déposant : Hunan Brunp EV Recycling Co., Ltd.; GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 22/05/2023
	Date de priorité: 01/07/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE PHOSPHATE FERRIQUE NANOMÉTRIQUE À FAIBLE TENEUR EN SOUFRE	
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 <a href="http://worldwide.espacenet.com">http://worldwide.espacenet.com</a> , 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	
<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 type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté	
<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	Date d'établissement du rapport : 25/08/2023
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  
14 Pages
- Revendications  
1-10
- Planches de dessin  
2 Pages

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 01B 25/37

CPC : C01B 25/375, C01P 2002/72, C01P 2004/03, C01P 2004/61, C01P 2006/80, Y02E 60/10

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	CN 111153391 A (HUNAN YACHENG NEW MATERIAL CO., LTD.) 15 May 2020 (2020-05-15) revendications 1-10, description, paragraphes [0003], [0005] & [0023], & figure 2	1-10
Y	CN 104628020 A (NORTH UNITED POWER CO., LTD. ET AL.) 20 May 2015 (2015-05-20) revendications 1 & 11, & description, paragraphe [0031]	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 : CN111153391 A

D2 : CN104628020 A

**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 une méthode de préparation de phosphate de fer de qualité batterie à faible teneur en soufre. La méthode de préparation comprend les étapes suivantes : S1, ajout d'une solution de sulfate ferrique dans une solution de phosphate, contrôle de la vitesse d'alimentation, chauffage après agitation, réaction de synthèse, pressage par filtration de la boue de réaction et collecte d'un gâteau de filtration ; S2, dispersion du gâteau de filtration dans l'eau, chauffage et conservation de la chaleur pour obtenir une boue de phosphate de fer ; et S3, lavage de la boue de phosphate de fer, pressage par filtration, élimination de l'eau de surface et calcination pour obtenir un produit fini de phosphate ferrique, la solution de sulfate ferrique étant une solution obtenue après mélange et réaction d'une solution de peroxyde d'hydrogène et d'une solution de sulfate ferreux, la température de calcination étant de 500 à 800 DEG C et la durée de calcination de 3 à 6 h (voir les revendications 1 à 10).

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 par :

(1) l'ajout d'un alcali et d'un surfactant, et l'ajustement du pH ; l'ajout d'une solution d'acide phosphorique, l'ajustement du pH, le chauffage, l'agitation et le vieillissement, dans lequel le produit est du nano phosphate de fer ;

et (2) le broyage de la suspension de phosphate de fer dihydraté avant le lavage.

Le problème à résoudre par la présente demande est la fourniture d'une méthode alternative de préparation de phosphate de fer de qualité batterie à faible teneur en soufre.

Le document D2 divulgue une méthode de production d'oxyde d'aluminium de qualité métallurgique à partir de cendres volantes et de sel d'ammonium recyclable. La méthode comprend les étapes suivantes (6) broyage et désulfuration : broyage de l'hydroxyde d'aluminium brut lavé et lavage pour obtenir de l'hydroxyde d'aluminium avec une teneur en soufre de 0,1 à 0,5 %, le temps de broyage de l'hydroxyde d'aluminium brut étant de 5 à 15 minutes, lavage de 1 à 3 fois après le broyage et lavage du sulfate d'ammonium entraîné (voir les revendications 1 et 11). D2 divulgue en outre que la quantité de radicaux sulfates entraînés dans l'hydroxyde d'aluminium brut du produit d'ammonolyse est réduite de plus de 98 % par le traitement de broyage (voir la description, paragraphe [0031]).

En ce qui concerne la différence (1), l'ajustement du pH correspondant par l'ajout d'alcali ou d'acide phosphorique et le chauffage, l'agitation et le vieillissement sont des connaissances générales de l'homme du métier. D1 divulgue le fait de contrôler la taille des particules de phosphate de fer et réaliser la réduction du soufre en ajoutant un agent tensioactif (voir la description, paragraphe [0003]). Par conséquent, pour obtenir un produit final de nano phosphate de fer, l'ajout d'un agent tensioactif est évident pour l'homme du métier.

En ce qui concerne la différence (2), D1 divulgue en outre la forme d'existence des radicaux sulfates dans le phosphate de fer dihydraté : les radicaux sulfates sont adsorbés sur les surfaces des particules de dihydrate de phosphate de fer, les radicaux sulfates sont mélangés entre les particules, les radicaux sulfates sont enveloppés dans les particules (voir la description, les paragraphes [0005] et [0023], et la figure 2), et D2 divulgue le fait d'éliminer les radicaux sulfates entraînés entre les particules par un lavage après le broyage, ainsi l'homme du métier aurait prévu un broyage de la boue de dihydrate de phosphate de fer avant le lavage pour réduire d'avantage la teneur en soufre.

L'objet de la revendication 1 n'implique pas une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

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 D2 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.