

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61231 A1**
- (51) Cl. internationale : **C01B 25/45; H01M 10/054; H01M 4/5825; C01B 25/45; H01M 10/054; H01M 4/58**
- (43) Date de publication : **30.09.2024**

-
- (21) N° Dépôt : **61231**
- (22) Date de Dépôt : **25.08.2022**
- (30) Données de Priorité : **26.11.2021 CN 202111421179.4**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/114920 25.08.2022**
- (71) Demandeur(s) :
- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
 - **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)**

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE PHOSPHATE DE FER DE SODIUM DE MATÉRIAU D'ÉLECTRODE POSITIVE DE BATTERIE AU LITHIUM-ION POREUX**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de préparation de phosphate de fer de sodium de matériau d'électrode positive de batterie au lithium-ion poreux, comprenant le mélange de nitrate ferreux, de nitrate d'argent et d'un agent réducteur pour préparer une solution mixte ; l'ajout goutte à goutte de la solution mixte dans une solution de carbonate pour une réaction afin d'obtenir un précipité ; le mélange du précipité avec du dihydrogénophosphate de sodium et de l'iodure de sodium, puis le broyage dudit mélange obtenu ; et le frittage du matériau broyé dans l'état d'isolation à l'air, et le trempage du matériau fritté dans un solvant organique pour obtenir le phosphate de fer de sodium de matériau d'électrode positive de batterie au lithium-ion poreux. Selon la présente invention, un mélange de carbonate d'argent et de carbonate ferreux est préparé au moyen d'un procédé de co-précipitation ; un eutectique dopé à l'échelle atomique argent-fer est obtenu et est ensuite co-fritté avec du dihydrogénophosphate de sodium et de l'iodure de sodium

pour préparer du phosphate de fer de sodium ; lorsque du dihydrogénophosphate de sodium et du carbonate ferreux sont soumis à un mélange et frittage en phase solide, du carbonate d'argent est décomposé en dioxyde de carbone et en oxyde d'argent, et de l'oxyde d'argent est ensuite décomposé en une substance simple d'argent et de l'oxygène ; et la substance simple d'argent est capable d'améliorer la conductivité d'un matériau, et ne laisse pas de risques de sécurité potentiels pour une batterie comme d'autres matières étrangères magnétiques et les impuretés.

- أ -

(طريقة تحضير فوسفات حديد و صوديوم مساميةتستخدم كمادة لمهبط بطارية أيون صوديوم)الملخص

- 5 يتعلق الاختراع الحالي بطريقة تحضير لفوسفات حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة لمهبط بطارية أيون صوديوم، والتي تشتمل على: خلط نيترات حديدوز، و نيترات فضة، وعامل مختزل لتحضير محلول مختلط، وإضافة المحلول المختلط قطرة قطرة إلى محلول كربونات ليتفاعلون للحصول على راسب، و خلط الراسب مع أحادي فوسفات صوديوم ويؤيد صوديوم و صحنهم بعد ذلك، وتليد المادة المطحونة تحت ظرف بمعزل عن الهواء، ونقع المادة الملبدة في مذيب عضوي للحصول على فوسفات حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة لمهبط لبطارية أيون صوديوم. وفقاً للاختراع
- 10 الحالي، يتم تحضير خليط من كربونات فضة و كربونات حديدوز بواسطة طريقة ترسيب مشترك للحصول على بلورة مشتركة مشابه عند المستوى الذري للفضة والحديد، وبعد ذلك يتم تليد مشترك للبلورة المشتركة مع أحادي فوسفات صوديوم ويؤيد صوديوم لتحضير فوسفات حديد و صوديوم، وعندما يتم إخضاع أحادي فوسفات الصوديوم و كربونات الحديدوز إلى خلط طور صلب وتليد، يتم تحلل كربونات الفضة إلى ثاني أكسيد كربون وأكسيد فضة، وبعد ذلك يتحلل أكسيد الفضة إلى عنصر فضة وأكسجين، ويزيد عنصر الفضة موصلية المادة ولا يمثل خطر على
- 15 سلامة البطارية مثل شوائب جسم غريب مغناطيسية أخرى.

طريقة تحضير فوسفات حديد و صوديوم مسامية

تستخدم كمادة لمهبط بطارية أيون صوديوم

الوصف الكامل

المجال التقني

5 يتعلق الاختراع الحالي بالمجال التقني لبطاريات أيون الصوديوم، ويتعلق بالتحديد بطريقة تحضير لفوسفات حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون صوديوم.

الخلفية التقنية

10 في السنوات الأخيرة، بدأ تدريجياً استخدام طاقة كهروكيميائية كوسائل طاقة إنتاج قدرة حول العالم. لقد جذبت تدريجياً بطاريات أيون الليثيوم انتباه الباحثين العلميين بسبب مميزاتهما مثل غياب تأثير ذاكرة منصة عالية الجهد/ طاقة نوعية كبيرة، صداقة بيئية، تفريغ ذاتي صغير، أمان وثبات ووزن نوعي صغير، ولقد أصبحت نجماً لامعاً في مصادر القدرة الكيميائية.

مع النمو السريع للطلب على بطاريات أيون الليثيوم في مجالات تطبيق مختلفة، والزيادة السريعة في توقعات استخدام الناس للأجهزة والمعدات الكهربائية المختلفة، كان للبحث والتطوير العميق لمواد بطارية أيون الليثيوم تأثير كبير على تطوير المجتمع البشري وتحسين مواصفات معيشة الناس.

15 الصوديوم، وهو في نفس المجموعة الرئيسية كالليثيوم، هو العنصر الفلزّي الأخف الثاني ويتوفر بنسبة عالية إلى حد ما في القشرة الأرضية، تصل إلى 2.3-2.8%. بالإضافة إلى ذلك، فإن جهد النصف لخلية بطاريات أيون الصوديوم أعلى بمقدار 0.3 فولت فقط من تلك لبطاريات أيون الليثيوم. في نفس الوقت، فإن للصوديوم والليثيوم خواص كهروكيميائية متشابهة، وبذلك يمكن استخدام أيونات صوديوم بدلاً من أيونات ليثيوم. بما أن سعر موارد الليثيوم يتزايد يوماً بعد يوم وأصبحت موارده شحيحة بشكل متزايد، فإن أبحاث وتطوير تقنية تخزين الصوديوم وإنتاجه 20 سوف تكون ذات أهمية تجارية كبيرة.

يمكن أن يلطف تطوير بطاريات أيون الصوديوم النقص في موارد الليثيوم إلى حد معين، وأن له ميزة تنافسية أكبر في السوق. ولذلك، فقد أصبحت أبحاث وتطوير مواد الأقطاب لبطاريات أيون الصوديوم تدريجياً الشغل الشاغل في أبحاث تخزين الطاقة.

تشمل مواد مهبط تخزين الصوديوم المسجلة حالياً بشكل رئيسي مركبات بولي أنيونية، أملاح الصوديوم لأزرق بروسيا، وأكاسيد فلزات انتقالية.

5

تتضمن مركبات بولي أنيونية بشكل رئيسي مركبات بيروفوسفات لفلز انتقالي، مركبات فلورو فوسفات، الخ، حيث يمكن أن تصبح مركبات بولي أنيونية أفضل مواد المهبط لبطاريات أيون الصوديوم بسبب تركيبها الثابت وجهدها العامل الأعلى. لمواد فوسفات أساسها حديد احتمالات تطوير كبيرة كمادة مهبط بطارية بسبب أمانها الجيد وكلفتها الصغيرة. إلا أنه، بسبب الموصلية المنخفضة ومعدل الانتشار الأيوني المنخفض لهذا النوع من المواد، يكون التطبيق الصناعي لها محدوداً.

10

لكي يتم حل المشاكل المذكورة من قبل، عندما يتم تحضير مواد مهبط بطارية أيون فوسفات صوديوم أساسها حديد، فإنه يتم بشكل مشترك استخدام مصدر فوسفور، مصدر حديد، مصدر صوديوم، ومصدر كربون لتليدهم بواسطة تأثير تحلل حراري لمصدر الكربون، من ناحية، يتم اختزال الحديد ليكون ثنائي التكافؤ، ومن ناحية أخرى، يتم إنتاج كوك بسبب كربنته، ويتم تحسين موصلية المواد، ويمكن قتل عصفورين بحجر واحد، بحيث تكون الطريقة هي أكثر الوسائل التقنية شيوعاً في التقنية الموجودة. إلا أنه عندما يتحلل مصدر الكربون حرارياً، يتم توليد غازات مثل أول أكسيد الكربون والهيدروجين، بعد ذلك يمكن اختزال أيونات الحديد إلى عنصر حديد عند 500-700 م°، ويتم إنتاج أجسام غريبة مغناطيسية؛ وبالإضافة إلى ذلك، يتم إنتاج كميات شوائب صغيرة مثل FeP، Fe₂P، وFe₂P₂O₇. بسبب هذه الشوائب، يتم خفض السعة النوعية وكثافة الطاقة للمواد، وسوف تذوب شائبة الحديد أيضاً في إلكتروليت وتسبب تفاعلات جانبية،

20

وبهذه الطريقة تؤثر على عمر الخدمة والأداء الآمن للبطاريات.

الكشف عن الاختراع

يهدف الاختراع الحالي لحل واحدة على الأقل من المشاكل الفنية الموجودة في التقنية الموجودة المذكورة من قبل. لهذا الغرض، يوفر الاختراع الحالي طريقة تحضير لفوسفات حديدك صوديوم مسامية تستخدم لمادة مهبط بطارية أيون صوديوم.

5

وفقاً لأحد جوانب الاختراع الحالي، تم توفير طريقة تحضير لفوسفات حديدك صوديوم مسامية تستخدم لمادة مهبط بطارية أيون صوديوم، وتشتمل على الخطوات التالية:

S1: يتم خلط نيترات حديدك، نيترات فضة وعامل مختزل إلى محلول مختلط؛

S2: يتم إضافة المحلول المختلط قطرة قطرة إلى محلول كربونات للتفاعل في معزل عن أكسجين،

ويتم تنفيذ فصل المادة الصلبة - السائل للحصول على راسب؛

10

S3: يتم خلط الراسب من أحادي فوسفات صوديوم ويوديد صوديوم وصحنهم بعد ذلك للحصول على مادة مطحونة؛ و

S4: يتم تليد المادة المطحونة تحت ظرف بمعزل عن الهواء للحصول على المادة الملبدة، ويتم نقع المادة الملبدة في مذيب عضوي، ويتم تنفيذ فصل مادة صلبة - سائل، ويتم الحصول على فوسفات

الحديد والصوديوم المسامية التي تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون الصوديوم.

15

في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في الخطوة S1 يكون تركيز نيترات الحديدك في المحلول المختلط 0.1-2.0 مول/ لتر، وتكون النسبة المولية لنيترات الحديدك إلى نيترات الفضة 100: (0.8-4).

في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في الخطوة S1، يكون العامل المختزل واحداً أو أكثر من

بيوتيل هيدروكسي أنيسول، داي بيوتيل هيدروكسي تولوين، جالات بروبيل، t- بيوتيل

20

هيدروكينون، أو حمض أسكوربيك ويكون تركيز العامل المختزل في المحلول المختلط 0.001-

0.25 مول/ لتر.

في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في خطوة S2، يكون محلول الكربونات واحداً من محلول كربونات صوديوم، محلول كربونات بوتاسيوم، أو محلول كربونات أمونيوم؛ ويكون تركيز أيونات الكربونات في محلول الكربونات 0.1-1.0 مول/ لتر.

5 في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في خطوة S2، أثناء عملية التنقيط، يتم التحكم في تركيز أيونات الكربونات في محلول التفاعل ليكون دائماً $0.01 \leq$ مول/ لتر.

في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في خطوة S3، تكون النسبة المولية من عناصر Fe، P إلى I في المادة المطحونة (1.01-1.2): 1: (0.1-0.2).

في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في خطوة S3، يتم تنفيذ الصحن لمدة 1-2 ساعة.

10 في بعض نماذج للاختراع الحالي، فإنه في خطوة S4، يتم تنفيذ التلييد عند درجة حرارة 550-800 م°، ويكون معدل التسخين 2-5 م°/ دقيقة.

في بعض نماذج للاختراع الحالي، في خطوة S4، يتم تنفيذ التلييد لمدة 8-12 ساعة.

في بعض نماذج للاختراع الحالي، في خطوة S4، يكون المذيب العضو واحداً على الأقل من ميثانول لا مائي، إيثانول لا مائي، أو أسيتون.

15 في بعض نماذج للاختراع الحالي، في خطوة S4، يتم تنفيذ النقع لمدة 0.5-1 ساعة.

وفقاً لنموذج مفضل للاختراع الحالي، يكون للاختراع الحالي التأثيرات المفيدة التالية على الأقل:

1- وفقاً للاختراع الحالي، يتم تحضير خليط من كربونات فضة، وكربونات حديدوز بواسطة

طريقة ترسيب مشترك أولاً للحصول على بلورة مشتركة مشابه عند المستوى الذري

لفضة وحديد، وبعد ذلك يتم التلييد المشترك للبلورة المشتركة مع أحادي فوسفات

20 صوديوم ويوديد صوديوم لتحضير فوسفات حديد وصوديوم. توفر فوسفات أحادي

الصوديوم مصدراً للفوسفور والصوديوم، وعندما يتم إخضاع أحادي فوسفات

الصوديوم وكربونات الحديدوز لخلط طور صلب وتلييد، تتحلل كربونات الفضة تدريجياً إلى ثاني أكسيد كربون وأكسيد فضة، ويتحلل أكسيد الفضة إلى عنصر فضة وأكسجين، يعد عنصر الفضة موصل كهربائي ممتاز، يمكن أن يزيد موصلية المادة، ويكون عنصر الفضة فلز حامل ولا يمثل خطر على السلامة لبطارية مثل شوائب أجنبية مغناطيسية أخرى.

5

2- أثناء عملية التلييد، يلعب يوديد الصوديوم دور مختزل يمنع الحديد ثنائي التكافؤ من التأكسد إلى حديد ثلاثي التكافؤ. تكون اختزالية يوديد الصوديوم محدودة ولن تختزل الحديد ثنائي التكافؤ إلى حديد عنصري، مما ينتج توليد أجسام أجنبية مغناطيسية، ولا مجرد أكسجين من فوسفات لإنتاج شوائب فوسفيد، ويتم أكسدة يوديد الصوديوم لتوليد مادة يود عنصرية، يتم تساميتها إلى بخار يود وفصلها عن المادة أثناء تلييدها. في نفس الوقت، فإنه بعد انتهاء تفاعل التلييد، بواسطة نفعها في مذيبة عضوي، بسبب الذوبان السهل ليوديد الصوديوم في مذيبات عضوية، فإنه يتم إزالة يوديد الصوديوم الزائد واليود المتبقي، ولذلك يتم الحصول على فوسفات حديد وصوديوم مسامية معدلة بعنصر فلز فضة تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون صوديوم.

10

3- عندما يتم تلييد المادة وتحضيرها، ومع تقدم التفاعل، يفيض غاز وتصبح المادة مسامية التركيب، وعند استخدامها كمادة قطب سالب، يكون هذا التركيب مفضياً أكثر إلى ارتشاح الإلكتروليت ونزع خلاوية أيونات الصوديوم، وبهذه الطريقة يحسن الأداء المقرر.

15

الوصف المختصر للرسومات

20 سوف يتم شرح الاختراع الحالي فيما بعد أكثر بالرجوع إلى الرسومات والنماذج المصاحبة، حيث:

شكل (1) صورة SEM لفوسفات حديد وصوديوم مسامية تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون

صوديوم محضرة في نموذج (1) للاختراع الحالي.

الوصف التفصيلي للاختراع

5 سوف يتم وصف مفهوم الاختراع الحالي والتأثيرات الفنية المتحققة بواسطته بوضوح وبشكل كامل بالتوافق مع النماذج اللاحقة، وبذلك يمكن فهم الغرض، والسمات، والتأثيرات للاختراع الحالي بشكل كامل. من الواضح أن النماذج الموصوفة تكون جزءاً فحسب من نماذج الاختراع الحالي، فضلاً عن جميع النماذج. بالاعتماد على نماذج للاختراع الحالي، سوف تقع نماذج أخرى متحصل عليها بواسطة الماهرين في المجال بدون عمل إبداعي داخل مجال حماية الاختراع الحالي.

نموذج (1)

10 في هذا النموذج، تم تحضير فوسفات حديدو صوديوم مسامي ليستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون صوديوم. كانت العملية النوعية كالتالي:

(1) تم تحضير محلول مختلط من نيترات حديدوز، ونيترات فضة، وعامل مختزل، حيث كان

تركيز نيترات الحديدوز 2.0 مول/ لتر، وكانت نسبة تركيز نيترات الحديدوز إلى نيترات

الفضة 100:4، وكان العامل المختزل حمض أسكوربيك بتركيز 0.25 مول/ لتر؛

(2) تم تحضير محلول كربونات صوديوم بتركيز 0.2 مول/ لتر؛

15 (3) تم إضافة المحلول المختلط إلى محلول كربونات الصوديوم قطرة قطرة لتفاعل تحت

ظرف بمعزل عن الأكسجين بينما يتم ضمان أن تركيز أيون الكربونات في محلول

التفاعل يكون دائماً $0.01 \leq$ مول/ لتر؛

(4) بعد التفاعل، يتم تنفيذ فصل مادة صلبة - سائل، ويحدث راسب، وتم خلط أحادي

فوسفات الصوديوم ويوديد صوديوم بانتظام وفقاً لنسبة مولارية من عناصر Fe، P،

20 إلى I مقدارها 1.01:1:0.1، وبعد ذلك صحنها لمدة ساعتين، وتم الحصول على

مادة مطحونة؛

(5) تم تسخين المادة المطحونة إلى 550°م بمعدل تسخين 2°م/ دقيقة تحت ظرف بمعزل عن الهواء وإبقاؤها عند 550°م لمدة 12 ساعة؛ و

(6) تم إضافة المادة الملبدة إلى إيثانول مطلق ونقعها لمدة 0.5 ساعة، وتم تنفيذ فصل

مادة صلبة - سائل بعد النقع، وتم تجفيف المادة الصلبة، وبذلك تم الحصول على

فوسفات حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون الصوديوم.

5

نموذج (2)

في هذا النموذج، تم تحضير فوسفات حديد و صوديوم تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون صوديوم.

كانت العملية النوعية كالتالي:

(1) تم تحضير محلول مختلط من نيترات حديدوز، ونيترات فضة، وعامل مختزل، حيث كان

تركيز نيترات الحديدوز 1.0 مول/ لتر، وكانت نسبة تركيز نيترات الحديدوز إلى نيترات

الفضة 100:2، وكان العامل المختزل بيوتيل هيدروكسي أنيسول بتركيز 0.1 مول/

لتر؛

(2) تم تحضير محلول كربونات بوتاسيوم بتركيز 0.5 مول/ لتر؛

(3) تم إضافة المحلول المختلط إلى محلول كربونات البوتاسيوم قطرة فقطرة ليتفاعلون تحت

ظرف بمعزل عن الأكسجين بينما يتم ضمان أن تركيز أيون الكربونات في محلول

التفاعل يكون دائماً $0.01 \leq$ مول/ لتر؛

(4) بعد التفاعل، يتم تنفيذ فصل مادة صلبة - سائل، ويحدث راسب، وتم خلط أحادي

فوسفات الصوديوم ويوديد صوديوم بانتظام وفقاً لنسبة مولارية من عناصر P، Fe،

إلى I مقدارها 0.15:1:1.1، وبعد ذلك صحنها لمدة ساعة، وتم الحصول على

مادة مطحونة؛

20

(5) تم تسخين المادة المطحونة إلى 670°م بمعدل تسخين 3°م/ دقيقة تحت ظرف بمعزل

عن الهواء وإبقاؤها عند 670°م لمدة 10 ساعات؛ و

(6) تم إضافة المادة الملبدة إلى أسيتون ونقعها لمدة 1 ساعة، وتم تنفيذ فصل مادة صلبة

- سائل بعد النقع، وتم تجفيف المادة الصلبة، وبذلك تم الحصول على فوسفات

حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون الصوديوم.

5 نموذج (3)

(1) تم تحضير محلول مختلط من نيترات حديدوز، ونيترات فضة، وعامل مختزل، حيث كان

تركيز نيترات الحديدوز 0.1 مول/ لتر، وكانت نسبة تركيز نيترات الحديدوز إلى نيترات

الفضة 100:0.8، وكان العامل المختزل t - بيوتيل هيدروكينون بتركيز 0.01

مول/ لتر؛

(2) تم تحضير محلول كربونات أمونيوم بتركيز 1.0 مول/ لتر؛ 10

(3) تم إضافة المحلول المختلط إلى محلول كربونات الأمونيوم قطرة فقطرة ليتفاعلون تحت

ظرف بمعزل عن الأكسجين بينما يتم ضمان أن تركيز أيون الكربونات في محلول

التفاعل يكون دائماً $0.01 \leq$ مول/ لتر؛

(4) بعد التفاعل، يتم تنفيذ فصل مادة صلبة - سائل، ويحدث راسب، وتم خلط أحادي

فوسفات الصوديوم ويوديد صوديوم بانتظام وفقاً لنسبة مولارية من عناصر Fe، P، 15

إلى I مقدارها 0.08:1:1.08، وبعد ذلك صحنها لمدة 1.5 ساعة، وتم الحصول

على مادة مطحونة؛

(5) تم تسخين المادة المطحونة إلى 800°م بمعدل تسخين $5^{\circ}\text{م}/$ دقيقة تحت ظرف بمعزل

عن الهواء وإبقاؤها عند 800°م لمدة 8 ساعات؛ و

(6) تم إضافة المادة الملبدة إلى إيثانول مطلق ونقعها لمدة 0.5 ساعة، وتم تنفيذ فصل 20

مادة صلبة - سائل بعد النقع، وتم تجفيف المادة الصلبة، وبذلك تم الحصول على

فوسفات حديد و صوديوم مسامية تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون الصوديوم.

مثال مقارنة

في هذا المثال المقارن، تم تحضير NaFePO_4 مغلفة بكاربون. كانت العملية النوعية كالتالي:

تم إضافة 0.1 مول من $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ، و 0.1 مول من NaH_2PO_4 5,0 جم جلوكوز، و 12.5 جم حمض ستريك إلى كأس، وتم إضافة 76 مل جليكول إيثيلين كمشتت، تم تقليب المواد بسرعة 5 200 دورة/ دقيقة لمدة 8 ساعات في حمام مائي عند درجة حرارة حمام 70°م لتكوين هلام، بعد ذلك تم تحميص الهلام في فرن عند 90°م لمدة 24 ساعة، وتم إخراج المادة وصحنها، تم تحميص المادة في أرجون عند 600°م لمدة 8 ساعات بعد صحنها، وتم الحصول على مادة NaFePO_4 مغلفة بكاربون.

10 تجربة

في هذه التجربة، تم تبني مادة المهبط لبطاريات أيون صوديوم المحضرة في النماذج (1-3) ومادة NaFePO_4 المغلفة بكاربون المتحصل عليها في المثال المقارن لتحضير ألواح مهبط لبطاريات أيون صوديوم، وتم استخدام ألواح فلز صوديوم كمصاعد بطارية، وتم استخدام إلكتروليت NaPF_6 بتركيز 1 مول/ لتر كإلكتروليت، وتم تجميع جميع المواد إلى بطاريات أزرار CR2032، وتم اختبار أداء المعدل لبطاريات الأزرار المجمعة عند 25°م، وتم تحديد المعدل وفقاً للآتي $\text{IC} = 155$ مللي أمبير/ جم، وتم توضيح النتائج في جدول (1).

جدول (1)

محتوى جسم غريب مغناطيسي	0.2c سعة تفريغ جرامية مللي أمبير ساعة/ جم	0.1c سعة تفريغ جرامية مللي أمبير ساعة/ جم	
2	93	151	نموذج (1)
3	88	146	نموذج (2)

2	86	147	نموذج (3)
18	80	143	مثال مقارنة

من جدول (1) يمكن مشاهدة أن السعة الجرامية للنماذج عند معدل CO_2 أعلى بكثير من تلك للمثال المقارن، وأن المحتوى من الأجسام الغريبة المغناطيسية أقل بكثير من ذلك للمثال المقارن. السبب هو أن مصدر الكربون للمثال المقارن يولد غازات مثل أول أكسيد كربون وغاز هيدروجين أثناء تحلل حراري، مما يختزل أيونات الحديد إلى عنصر حديد أثناء تجميع، ويتم إنتاج أجسام غريبة مغناطيسية، ويتم أيضاً إنتاج كمية شوائب صغيرة. تقلل هذه الشوائب السعة النوعية للمادة. يمكن أن يتحسن أيضاً التركيب المسامي للنماذج أداء المادة.

5

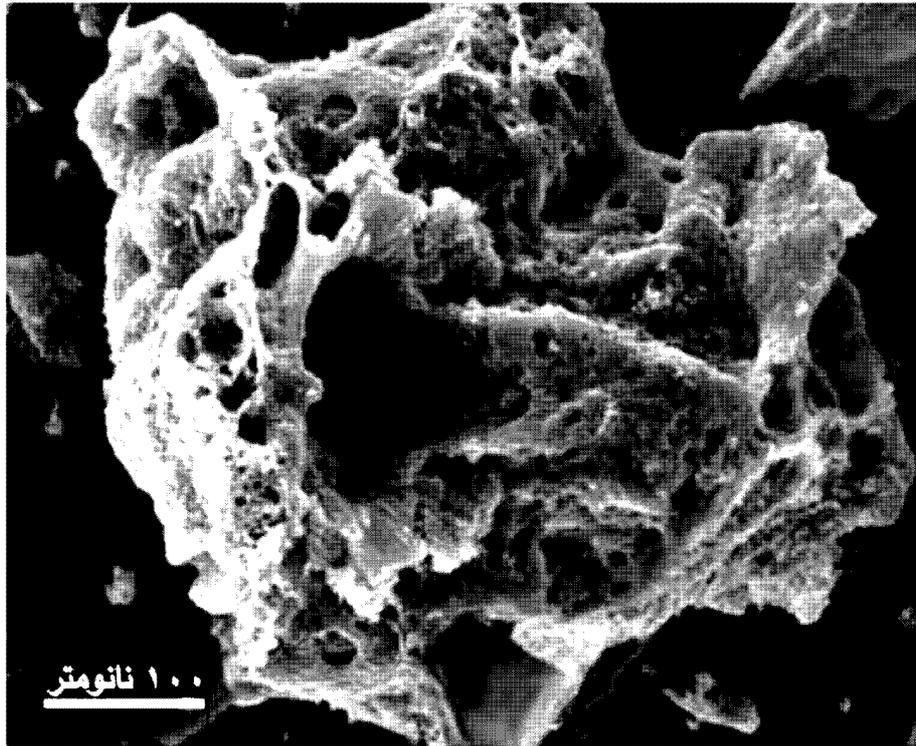
تم وصف نماذج للاختراع الحالي بالتفصيل بالرجوع إلى الرسومات المصاحبة، ولكن الاختراع الحالي لا يقتصر على النماذج السابقة. ويقع داخل مجال المعرفة التي لدى شخص ذي مهارة عادية في المجال، ويمكن عمل تغييرات مختلفة دون الابتعاد عن غرض الاختراع الحالي. علاوة على ذلك، فإنه يمكن تجميع نماذج للاختراع الحالي وسمات لها مع بعضها البعض إذا لم يوجد تعارض.

10

عناصر الحماية

- 1 -1 طريقة تحضير لفوسفات حديدك صوديوم مسامية تستخدم مادة مهبط
بطارية أيون صوديوم، وتشتمل على الخطوات التالية: 2
- S1: يتم خلط نيترات حديدك، نيترات فضة وعامل مختزل إلى محلول مختلط؛ 3
- S2: يتم إضافة المحلول المختلط قطرة فقطرة إلى محلول كربونات للتفاعل في 4
- معزل عن أكسجين، ويتم تنفيذ فصل المادة الصلبة - السائل للحصول على 5
- راسب؛ 6
- S3: يتم خلط الراسب من أحادي فوسفات صوديوم ويوديد صوديوم 7
- وصحنتهم بعد ذلك للحصول على مادة مطحونة؛ و 8
- S4: يتم تليد المادة المطحونة تحت ظرف بمعزل عن الهواء للحصول على 9
- المادة الملبدة، ويتم نقع المادة الملبدة في مذيب عضوي، ويتم تنفيذ فصل مادة 10
- صلبة - سائل، ويتم الحصول على فوسفات الحديد والصوديوم المسامية التي 11
- تستخدم كمادة مهبط لبطارية أيون الصوديوم. 12
- 2 -1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S1، يكون تركيز 1
- نيترات الحديدك في المحلول المختلط 0.1-2.0 مول/ لتر، وتكون النسبة 2
- المولارية لنيترات الحديدك إلى نيترات الفضة 100: (4-0.8). 3
- 3 -1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S1، يكون العامل 1
- المختزل واحداً أو أكثر من بيوتيل هيدروكسي أنيسول، داي بيوتيل 2
- هيدروكسي تولوين، جالات بروبيل، t- بيوتيل هيدروكينون، أو حمض 3
- أسكوربيك. 4

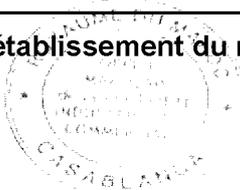
- 4- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S2، يكون محلول الكربونات واحداً من محلول كربونات صوديوم، محلول كربونات بوتاسيوم، أو محلول كربونات أمونيوم. 2 3
- 5- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S2، أثناء عملية التنقيط، يتم التحكم في تركيز أيونات الكربونات في محلول التفاعل ليكون دائماً $0.01 \leq$ مول/ لتر. 2 3
- 6- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S3، تكون النسبة المولية من عناصر Fe، P إلى I في المادة المطحونة (1.01-1.2): 1 2 3 (0.2-0.01).
- 7- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S3، يتم تنفيذ الصحن لمدة 1-2 ساعة. 2
- 8- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S4، يتم تنفيذ التليين عند درجة حرارة 550-800°م. 2
- 9- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S4، يكون المذيب العضوي واحداً على الأقل من ميثانول لا مائي، إيثانول لا مائي، أو أسيتون. 2 3
- 10- 1 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية (1)، حيث في الخطوة S4، يتم تنفيذ النقع لمدة 0.5-1 ساعة. 2



شكل (١)

أصل			
			اسم الطالب
1	رقم اللوحة	1	عدد اللوحات
			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)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 61231	Date de dépôt : 25/08/2022
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. and HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 14/06/2023
	Date de priorité : 26/11/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE PHOSPHATE DE FER DE SODIUM DE MATÉRIAU D'ÉLECTRODE POSITIVE DE BATTERIE AU LITHIUM-ION POREUX	
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	
<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: BRINI ABDELAZIZ	Date d'établissement du rapport : 23/09/2024
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
10 Pages
- Revendications
10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01B25/45, H01M4/58, H01M10/054

CPC : C01B25/45, H01M4/5825, H01M10/054

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	CN106629648A ; UNIV SOUTHWEST [CN] ; 10-05-2017 Document en entier	1-10
A	CN104752717A ; BYD CO LTD [CN] ; 01-07-2015 Document en entier	1-10
A	CN108039491A ; UNIV SOUTH CHINA TECH [CN] ; 15-05-2018 Document en entier	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	Oui
	Revendications aucune	Non
Activité inventive	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-10	Non
Application Industrielle	Revendications 1-10	Oui
	Revendications aucune	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 : CN106629648A

1. Nouveauté

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 1-10, d'où celles-ci sont nouvelles 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 qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 divulgue un procédé de préparation de matériau d'électrode positive $\text{Na}_3.64\text{Fe}_2.18(\text{P}_2\text{O}_7)_2$ comprenant: 1,7614g de nitrate ferrique non-hydraté et le dissoudre dans 40 ml d'eau déminéralisée pour obtenir la solution I ; 0,357g d'acide ascorbique et le dissoudre dans la solution I pour obtenir la solution II ; 0,3858g de carbonate de sodium et 0,9202g de di-hydrogène-phosphate d'ammonium, les dissoudre dans la solution II et agiter jusqu'à ce que la solution soit clarifiée pour obtenir la solution III ; 2,236g d'acide citrique et le dissoudre dans la solution III, et l'agiter dans un bain-marie à 60-70°C jusqu'à ce que la solution soit évaporée à sec pour obtenir un sol visqueux ; sécher le sol sous vide à 100-120°C pendant 12 h pour obtenir un gel précurseur $\text{Na}_3.64\text{Fe}_2.18(\text{P}_2\text{O}_7)_2$; calcination du gel obtenu à 500-600°C dans une atmosphère mixte hydrogène-argon (10 % H_2 + 90 % Ar) pendant 24h pour obtenir un matériau d'électrode positive $\text{Na}_3.64\text{Fe}_2.18(\text{P}_2\text{O}_7)_2$.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le nitrate d'argent est ajouté au mélange de nitrate de fer et d'agent réducteur pour obtenir une solution mixte.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut-être considéré comme étant la fourniture d'un procédé alternatif.

La solution proposée est évidente pour la raison suivante :

L'introduction du nitrate d'argent est considérée comme arbitraire car il ne produit aucun effet technique surprenant suite à son utilisation dans la préparation du matériau électrode de sodium-fer-phosphate.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 n'implique pas d'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 au vu de D1.

Les revendications dépendantes 2-10 ne contiennent pas de caractéristiques techniques qui satisfassent aux exigences concernant l'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.