

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61236 A1** (51) Cl. internationale : **C01D 15/08; C01D 15/08**
- (43) Date de publication : **31.08.2023**

---

(21) N° Dépôt : **61236**

(22) Date de Dépôt : **27.05.2022**

(30) Données de Priorité : **03.08.2021 CN 202110885754.X**

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/095684 27.05.2022**

(71) Demandeur(s) :

- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
- **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**

(72) Inventeur(s) : **RUAN, Dingshan ; LI, Changdong ; CHEN, Ruokui ; QIAO, Yanchao ; TAN, Feng ; SUN, Xie ; ZHENG, Xianliang**

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

---

(54) Titre : **PROCÉDÉ POUR LA RÉCUPÉRATION DE LITHIUM À PARTIR DE DÉCHETS DE LITHIUM FER PHOSPHATE**

(57) Abrégé : La présente invention divulgue un procédé pour la récupération de lithium à partir de déchets de lithium fer phosphate, comprenant les étapes suivantes consistant à : S1, ajouter de l'eau dans les déchets de lithium fer phosphate pour préparer une suspension, réguler le pH de la suspension pour qu'elle soit de 0,5 à 2,0, réguler le potentiel d'oxydo-réduction de la suspension pour qu'elle soit de 0,05 à 1,2 V, filtrer et prendre des résidus de filtre pour obtenir un matériau A ; S2, ajouter de l'acide sulfurique dans le matériau A et chauffer dans une atmosphère d'air ou d'oxygène à 100-400 °C pour obtenir un matériau B ; S3, ajouter de l'eau dans le matériau B, agiter, filtrer et prendre un filtrat pour obtenir un matériau C ; S4, réguler le pH du matériau C à 9-11, filtrer et prendre un filtrat pour obtenir un

matériau D ; S5, permettre au matériau D de passer à travers une résine échangeuse d'ions pour obtenir un matériau E ; et S6, ajouter le matériau E dans une solution de carbonate de sodium et prendre un solide après la réaction pour obtenir du carbonate de lithium. Selon le procédé de la présente invention, le lithium récupéré peut être de qualité batterie et le taux de récupération est supérieur ou égal à 99 %.

## طريقة استخلاص الليثيوم من نفايات فوسفات حديد الليثيوم (LFP)

### الوصف الكامل

#### المجال التقني:

[0001] يتعلق الكشف الحالي بإعادة تدوير مواد بطاريات الليثيوم، وبشكل خاص بطريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة فوسفات حديد الليثيوم (LFP).

#### الخلفية التقنية:

5

[0002] مع تزايد الطلب على الليثيوم، أصبح استخلاص الليثيوم من نفايات مواد بطاريات الليثيوم موضوعًا بحثيًا مهمًا. وتعد LFP حاليًا أكثر مواد بطاريات أيونات الليثيوم (LIB) استخدامًا. وبعد آلاف الدورات، تُظهر بطارية LFP انخفاض سعة البطارية ويتم تخريدها في النهاية، مما يؤدي إلى نفايات مواد بطارية LFP. وإذا لم يتم إعادة تدوير نفايات مواد بطاريات LFP بشكل فعال، سوف تتراكم بكميات كبيرة، وتلوث البيئة، وتؤدي إلى إهدار موارد الليثيوم الثمينة. ولذلك، يكون لاستخلاص العناصر المعدنية في نفايات بطاريات LFP، وخاصة استخلاص الليثيوم، بعض الأهمية البيئية وقيمة اقتصادية عالية.

10

#### الكشف عن الاختراع:

[0003] يهدف الكشف الحالي إلى التغلب على أوجه القصور في الفن السابق وتوفير طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP.

15

[0004] ولتحقيق الهدف أعلاه، يعتمد الكشف الحالي الحل التقني التالي: يتم توفير طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP، والتي تشمل على الخطوات التالية:

[0005] الخطوة 1. إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، والتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 0.5 إلى 2.0 وجهد الأكسدة والاختزال (ORP) للملاط عند 0.05

20

فولت إلى 1.2 فولت، وترشيح الملاط للحصول على بقايا مرشح، وهي مادة أ؛

- [0006] الخطوة 2. إضافة حمض الكبريتيك إلى المادة أ، وتسخين الخليط الناتج عند 100 درجة مئوية إلى 400 درجة مئوية في جو من الهواء أو الأكسجين للحصول على المادة ب؛
- [0007] الخطوة 3. إضافة الماء إلى المادة ب، والتقليب والترشيح للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛
- 5 [0008] الخطوة 4. التحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 9 إلى 11، وترشيح خليط ناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛
- [0009] الخطوة 5. تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على المادة ه؛ و
- [0010] الخطوة 6. إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل؛ وجمع المادة الصلبة الناتجة للحصول على كربونات الليثيوم.
- 10 [0011] في الخطوة 1، يضاف الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، ويتم التحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 0.5 إلى 2.0 ويتم التحكم في ORP للملاط عند 0.05 فولت إلى 1.2 فولت للحصول على محلول يحتوي على الألومنيوم ومسحوق LFP خالي من الألومنيوم (المادة أ). وفي الخطوة 2، يضاف حمض الكبريتيك إلى مسحوق LFP (المادة أ) ويتم تسخين الخليط الناتج عند 100 درجة مئوية إلى 400 درجة مئوية في جو من الهواء أو الأكسجين للحصول على خليط من فوسفات الحديد وكبريتات الليثيوم (المادة ب). وفي الخطوة 3، يضاف الماء إلى خليط فوسفات الحديد وكبريتات الليثيوم (المادة ب)، ويتم ترشيح الخليط الناتج للحصول على محلول كبريتات الليثيوم (المادة ج) (الآلية: كبريتات الليثيوم قابلة للذوبان في الماء، ولكن فوسفات الحديد غير قابل للذوبان). وفي الخطوة 4، يتم التحكم في الرقم الهيدروجيني لمحلول كبريتات الليثيوم (المادة ج) عند 9 إلى 11 لإزالة شوائب فوسفات الحديد، بحيث يتم الحصول على محلول كبريتات الليثيوم المنقى (المادة د). وفي الخطوة 5، يتم تمرير محلول كبريتات الليثيوم المنقى (المادة د) من خلال راتينج التبادل الأيوني بحيث يمكن إزالة شوائب الكالسيوم تمامًا للحصول على محلول كبريتات الليثيوم المنقى (المادة ه). وفي الخطوة 6، يتم إضافة محلول كبريتات الليثيوم المنقى (المادة ه) إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل، ويتم الحصول على مادة كربونات الليثيوم غير القابلة للذوبان. وتتميز طريقة الكشف الحالي بمزايا التصنيع السهل والتشغيل البسيط والتكلفة المنخفضة. ويمكن أن تحقق طريقة الكشف الحالي معدل استخلاص الليثيوم بأكثر من 99٪، ولها كفاءة استخلاص عالية، ويمكن أن تؤدي إلى كربونات الليثيوم من درجة البطارية.
- 25

[0012] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 1، قد يتراوح ORP من 0.2 فولت إلى 0.5 فولت. ويسمح هذا الجهد بتأثير إزالة الألمنيوم الممتاز.

[0013] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 1، يمكن التحكم في ORP عن طريق إضافة كلورات الصوديوم و / أو فوق أكسيد الهيدروجين. ويمكن إضافة كلورات الصوديوم و / أو فوق أكسيد الهيدروجين بطريقة التغذية المستمرة.

5

[0014] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 1، يمكن التحكم في الرقم الهيدروجيني عن طريق إضافة محلول حمض الكبريتيك و / أو محلول حمض الهيدروكلوريك. ويمكن إضافة محلول حمض الكبريتيك و / أو محلول حمض الهيدروكلوريك بطريقة التغذية المستمرة.

[0015] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 2، قد يحتوي حمض الكبريتيك على تركيز كتلي من 10% إلى 98%. وبشكل مفضل، في الخطوة 2، قد يحتوي حمض الكبريتيك على تركيز كتلي من 50% إلى 98%. ويسمح تركيز حمض الكبريتيك هذا بمعدل تفاعل مرتفع والحفاظ على الطاقة.

10

[0016] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 2، يمكن إضافة حمض الكبريتيك بكمية بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج 1.0 إلى 1.5. [0017] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 2، يمكن إجراء عملية التسخين لمدة من ساعة واحدة إلى 5 ساعات.

15

[0018] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 2، يمكن إجراء عملية التسخين عند 150 درجة مئوية إلى 250 درجة مئوية. ويمكن أن يحقق التفاعل عند درجة الحرارة هذه كفاءة تفاعل بارزة وحفظاً كبيراً للطاقة.

[0019] وكتطبيق مفضل لطريقة الكشف الحالي، في الخطوة 4، يمكن تعديل الرقم الهيدروجيني بإضافة كربونات الليثيوم و / أو كربونات الصوديوم.

20

[0020] وتُعد الآثار المفيدة للكشف الحالي هي: أن طريقة الكشف الحالي تتسم بمزايا التصنيع السهل والتشغيل البسيط والتكلفة المنخفضة. ويمكن أن تحقق طريقة الكشف الحالي معدل استخلاص عالي لليثيوم يزيد عن 99%، ويمكن أن يؤدي إلى كربونات الليثيوم من درجة البطارية.

### الوصف التفصيلي

25

[0021] ما لم يتم تحديد خلاف ذلك، يتم شراء جميع المواد والكواشف المستخدمة في الأمثلة من السوق. ومن أجل توضيح الأهداف والحلول التقنية ومزايا الكشف الحالي بشكل جيد، سيتم وصف الكشف الحالي بمزيد من التفصيل أدناه بالاقتران مع أمثلة محددة.

### [0022] مثال 1

5 [0023] تم توفير تنفيذ طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP وفقاً للكشف الحالي في هذا المثال، وتضمنت الطريقة الخطوات التالية:

[0024] الخطوة 1. تمت إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، تمت إضافة حمض الكبريتيك للتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 1 وأضيف فوق أكسيد الهيدروجين للتحكم في ORP للملاط عند 0.2 فولت، وتم ترشيح الملاط للحصول على بقايا المرشح، والتي كانت مادة أ؛

[0025] الخطوة 2. تمت إضافة حمض الكبريتيك بتركيز كتلي 50٪ إلى المادة أ بكمية ما بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج 1.3، ويسخن الخليط الناتج عند 250 درجة مئوية لمدة ساعتين في الغلاف الجوي للحصول على مادة ب؛

15 [0026] الخطوة 3. تمت إضافة الماء إلى المادة ب، وتم قلب الخليط الناتج وترشيحه للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛

[0027] الخطوة 4. تمت إضافة كربونات الليثيوم للتحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 10، وتم ترشيح الخليط الناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛

[0028] الخطوة 5. تم تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على مادة ه؛ و

[0029] الخطوة 6. تمت إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل، وتم جمع مادة صلبة ناتجة وتجنيفها للحصول على كربونات الليثيوم.

20 [0030] وكما تم حسابه، يمكن أن تؤدي الطريقة في هذا المثال إلى إنتاجية من الليثيوم بنسبة 99.9٪، وتكون صيغة حساب إنتاجية الليثيوم على النحو التالي: كمية الليثيوم في المادة ج / كمية الليثيوم في نفايات مادة LFP × 100٪.

### [0031] مثال 2

25 [0032] تم توفير تنفيذ طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP وفقاً للكشف الحالي في هذا المثال، وتضمنت الطريقة الخطوات التالية:

[0033] الخطوة 1. تمت إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، تمت إضافة حمض الكبريتيك للتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 0.5 وأضيف فوق أكسيد الهيدروجين للتحكم في ORP للملاط عند 0.05 فولت، وتم ترشيح الملاط للحصول على بقايا المرشح، والتي كانت مادة أ؛

5 [0034] الخطوة 2. تمت إضافة حمض الكبريتيك بتركيز كتلي 10٪ إلى المادة أ بكمية ما بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج 1.0، ويسخن الخليط الناتج عند 100 درجة مئوية لمدة 5 ساعات في الغلاف الجوي للحصول على مادة ب؛

[0035] الخطوة 3. تمت إضافة الماء إلى المادة ب، وتم قلب الخليط الناتج وترشيحه للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛

10 [0036] الخطوة 4. تمت إضافة كربونات الصوديوم للتحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 11، وتم ترشيح الخليط الناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛

[0037] الخطوة 5. تم تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على مادة ه؛ و

[0038] الخطوة 6. تمت إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل، وتم جمع مادة صلبة ناتجة وتخفيفها للحصول على كربونات الليثيوم.

15 [0039] وكما تم حسابه، يمكن أن تؤدي الطريقة في هذا المثال إلى إنتاجية من الليثيوم بنسبة 99.0٪، وتكون صيغة حساب إنتاجية الليثيوم على النحو التالي: كمية الليثيوم في المادة ج / كمية الليثيوم في نفايات مادة LFP × 100٪.

### [0040] مثال 3

[0041] تم توفير تنفيذ طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP وفقًا للكشف الحالي في هذا المثال، وتضمنت الطريقة الخطوات التالية: 20

[0042] الخطوة 1. تمت إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، تمت إضافة حمض الكبريتيك للتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 2.0 وأضيف فوق أكسيد الهيدروجين للتحكم في ORP للملاط عند 1.2 فولت، وتم ترشيح الملاط للحصول على بقايا المرشح، والتي كانت مادة أ؛

[0043] الخطوة 2. تمت إضافة حمض الكبريتيك بتركيز كتلي 10٪ إلى المادة أ بكمية ما بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج 1.5، ويسخن الخليط الناتج عند 400 درجة مئوية لمدة 3 ساعات في الغلاف الجوي للحصول على مادة ب؛

[0044] الخطوة 3. تمت إضافة الماء إلى المادة ب، وتم قلب الخليط الناتج وترشيحه للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛

5

[0045] الخطوة 4. تمت إضافة كربونات الصوديوم للتحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 9، وتم ترشيح الخليط الناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛

[0046] الخطوة 5. تم تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على مادة ه؛ و

[0047] الخطوة 6. تمت إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل، وتم جمع مادة صلبة ناتجة وتجنيفها للحصول على كربونات الليثيوم.

10

[0048] وكما تم حسابه، يمكن أن تؤدي الطريقة في هذا المثال إلى إنتاجية من الليثيوم بنسبة 99.3٪، وتكون صيغة حساب إنتاجية الليثيوم على النحو التالي: كمية الليثيوم في المادة ج / كمية الليثيوم في نفايات مادة LFP × 100٪.

#### [0049] مثال 4

[0050] تم توفير تنفيذ طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة LFP وفقًا للكشف الحالي في هذا المثال، وتضمنت الطريقة الخطوات التالية:

15

[0051] الخطوة 1. تمت إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، تمت إضافة حمض الكبريتيك للتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 1.0 وأضيف فوق أكسيد الهيدروجين للتحكم في ORP للملاط عند 0.5 فولت، وتم ترشيح الملاط للحصول على بقايا المرشح، والتي كانت مادة أ؛

20

[0052] الخطوة 2. تمت إضافة حمض الكبريتيك بتركيز كتلي 50٪ إلى المادة أ بكمية ما بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج 1.5، ويسخن الخليط الناتج عند 150 درجة مئوية لمدة ساعة واحدة في الغلاف الجوي للحصول على مادة ب؛

[0053] الخطوة 3. تمت إضافة الماء إلى المادة ب، وتم قلب الخليط الناتج وترشيحه للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛

25

[0054] الخطوة 4. تمت إضافة كربونات الليثيوم وكربونات الصوديوم للتحكم في الرقم الهيدروجيني

للمادة ج عند 10، وتم ترشيح الخليط الناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛

[0055] الخطوة 5. تم تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على مادة ه؛ و

[0056] الخطوة 6. تمت إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل، وتم جمع مادة

صلبة ناتجة للحصول على كربونات الليثيوم. 5

[0057] وكما تم حسابه، يمكن أن تؤدي الطريقة في هذا المثال إلى إنتاجية من الليثيوم بنسبة

99.8٪، وتكون صيغة حساب إنتاجية الليثيوم على النحو التالي: كمية الليثيوم في المادة ج /

كمية الليثيوم في نفايات مادة LFP  $\times 100\%$ .

[0058] وأخيراً، يجب ملاحظة أن الأمثلة المذكورة أعلاه مقدمة فقط لتوضيح الحلول التقنية

للكشف الحالي، بدلاً من الحد من نطاق الحماية للكشف الحالي. على الرغم من أن الكشف الحالي 10

موصوف بالتفصيل بالإشارة إلى الأمثلة المفضلة، يكون مفهومًا للشخص ذي المهارة العادية في

الفن أنه يمكن إجراء تعديلات أو بدائل مكافئة للحلول التقنية للكشف الحالي دون الخروج عن

روح ونطاق الحلول التقنية للكشف الحالي.

15

20

25

### عناصر الحماية

1- طريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة فوسفات حديد الليثيوم (LFP)، والتي تشمل على الخطوات التالية:

الخطوة 1. إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، والتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط 10

عند 0.5 إلى 2.0 وجهد الأكسدة والاختزال (ORP) للملاط عند 0.05 فولت إلى 1.2 فولت، وترشيح الملاط للحصول على بقايا مرشح، وهي مادة أ؛

الخطوة 2. إضافة حمض الكبريتيك إلى المادة أ، وتسخين الخليط الناتج عند 100 درجة مئوية إلى 400 درجة مئوية في جو من الهواء أو الأكسجين للحصول على المادة ب؛

الخطوة 3. إضافة الماء إلى المادة ب، والتقليب والترشيح للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛ 15

الخطوة 4. التحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 9 إلى 11، وترشيح خليط ناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛

الخطوة 5. تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على المادة ه؛ و

الخطوة 6. إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل؛ وجمع المادة الصلبة الناتجة للحصول على كربونات الليثيوم. 20

2 - الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يتراوح ORP من 0.2 فولت إلى 0.5 فولت.

3- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يتم التحكم في ORP عن طريق إضافة كلورات الصوديوم و / أو فوق أكسيد الهيدروجين.

4- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 1، يتم التحكم في الرقم الهيدروجيني عن طريق إضافة محلول حمض الكبريتيك أو محلول حمض الهيدروكلوريك.

5- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، يحتوي حمض الكبريتيك على تركيز كتلي من 10٪ إلى 98٪.

5

6- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، يحتوي حمض الكبريتيك على تركيز كتلي من 50٪ إلى 98٪.

7- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، تتم إضافة حمض الكبريتيك بكمية ما بحيث تكون النسبة المولية من أيون الهيدروجين إلى الليثيوم في الخليط الناتج من 1.0 إلى 1.5.

10

8- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، يتم إجراء عملية التسخين لمدة تتراوح من ساعة إلى 5 ساعات.

9- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 2، يتم إجراء عملية التسخين عند درجة حرارة تتراوح من 150 درجة مئوية إلى 250 درجة مئوية.

15

10- الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة 4، يتم ضبط الرقم الهيدروجيني بإضافة كربونات الليثيوم و / أو كربونات الصوديوم.

20

- أ -

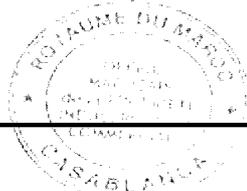
طريقة استخلاص الليثيوم من نفايات فوسفات حديد الليثيوم (LFP))الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بطريقة لاستخلاص الليثيوم من نفايات مادة فوسفات حديد الليثيوم (LFP)، والتي تشمل على الخطوات التالية: الخطوة 1. إضافة الماء إلى نفايات مادة LFP لتحضير ملاط، والتحكم في الرقم الهيدروجيني للملاط عند 0.5 إلى 2.0 وجهد الأكسدة والاختزال (ORP) للملاط عند 0.05 فولت إلى 1.2 فولت، وترشيح الملاط للحصول على بقايا مرشح، وهي مادة 5 أ؛ الخطوة 2. إضافة حمض الكبريتيك إلى المادة أ، وتسخين الخليط الناتج عند 100 درجة مئوية إلى 400 درجة مئوية في جو من الهواء أو الأكسجين للحصول على المادة ب؛ الخطوة 3. إضافة الماء إلى المادة ب، والتقليب والترشيح للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة ج؛ الخطوة 4. التحكم في الرقم الهيدروجيني للمادة ج عند 9 إلى 11، وترشيح خليط ناتج للحصول على مادة ترشيح، وهي مادة د؛ الخطوة 5. تمرير المادة د عبر راتينج التبادل الأيوني للحصول على المادة ه؛ 10 و الخطوة 6. إضافة المادة ه إلى محلول كربونات الصوديوم للتفاعل؛ وجمع المادة الصلبة الناتجة للحصول على كربونات الليثيوم. ويمكن أن تسمح طريقة الكشف الحالي بأن يكون الليثيوم المستخلص من درجة البطارية، بمعدل استخلاص يصل إلى 99٪.

15

20

**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 : 61236	Date de dépôt : 27/05/2022
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 16/06/2023
	Date de priorité: 03/08/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ POUR LA RÉCUPÉRATION DE LITHIUM À PARTIR DE DÉCHETS DE LITHIUM FER PHOSPHATE	
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 : 22/06/2023
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  
7 Pages
- Revendications  
1-10

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01D15/08

CPC : C01D15/08, Y02W30/84

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 112811404 A (JIUJIANG TINCI MATERIALS TECHNOLOGY LTD. ET AL.) (2021-05-18) Description, Paragraphes [0004]-[0029], [0046] & [0054]	1-10
Y	CN 112441572 A (BYD COMPANY LIMITED ET AL.) (2021-03-05) Description, Paragraphes [0004]-[0017]	1-10
Y	CN 109554545 A (GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. ET AL.) (2019-04-02) Description, Paragraphes [0004]-[0026]	1-10
Y	CN 110331288 A (HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. ET AL.) (2019-10-15) Description, Paragraphes [0005]-[0028]	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 : CN 112811404 A

D2 : CN 112441572 A

**1. Nouveauté**

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-10. Ainsi 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, considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet des revendications 1-10, divulgue une méthode de recyclage de la poudre d'électrode positive de phosphate de fer lithié (LFP) usagée, et qui comprend les étapes suivantes : S1, mélange de la poudre d'électrode positive LFP avec un premier acide inorganique, un agent complexant les métaux et de l'eau pour le traitement d'élimination de l'aluminium, et filtrage pour obtenir le matériau LFP éliminé de l'aluminium ; S2, mélange et réduction en pâte du matériau LFP éliminé de l'aluminium et du deuxième acide inorganique, ajout de peroxyde d'hydrogène pour la réaction d'oxydation, et filtrage pour obtenir des résidus de filtre contenant du fer et du phosphore ; S3, dissolution des résidus de filtre contenant du fer et du phosphore, et élimination du graphite pour obtenir un filtrat contenant du fer et du phosphore ; et S4, préparation de  $\text{FePO}_4$  à l'aide du filtrat contenant du fer et du phosphore, le premier acide inorganique et le second acide inorganique étant au moins l'un des acides chlorhydrique, sulfurique et nitrique ; et S2, la température de la réaction d'oxydation est de 10-90 DEG C ; l'étape de filtrage après l'étape de réaction d'oxydation permet d'obtenir un filtrat de sel de lithium soluble, ou de préparer  $\text{Li}_2 \text{CO}_3$  (description, paragraphes [0004]-[0029], [0046] et [0054]).

La revendication 1 diffère de la revendication D1 en ce que : (1) la valeur du pH et le potentiel d'oxydoréduction de la boue dans l'étape d'élimination de l'aluminium sont définis ; (2) l'étape d'élimination du lithium est effectuée sous air ou oxygène, et la température de

chauffage est limitée ; et (3) le  $\text{Li}_2 \text{CO}_3$  est obtenu à partir du sel de lithium soluble.

Le problème à résoudre par la présente demande est la fourniture d'une méthode alternative de récupération de lithium.

Manifestement, (1) D1 indique que l'aluminium est éliminé par lixiviation acide et que la séparation du lithium et du  $\text{FePO}_4$  dans le LFP est également effectuée dans des conditions acides, de sorte que la valeur du pH de l'étape d'élimination de l'aluminium est contrôlée pour dissoudre complètement l'aluminium et que le lithium est dissous le moins possible ; et puisque la réaction de dissolution de l'aluminium est une réaction d'oxydo-réduction, il n'est pas difficile de concevoir la régulation et le contrôle de la dissolution de l'aluminium en surveillant et en contrôlant le potentiel d'oxydo-réduction ; (2) dissoudre le lithium à l'air ou à l'oxygène en utilisant du peroxyde d'hydrogène dans l'étape S2 est décrite dans D1, la température de chauffage spécifique étant facile à déterminer ; et (3) effectuer un traitement à la résine échangeuse d'ions sur le matériau contenant du lithium et ajouter le matériau contenant du lithium à une solution de  $\text{Na}_2 \text{CO}_3$ , incité dans D2 ; et diluer le matériau, et contrôler la valeur du pH pour qu'il soit alcalin afin d'éliminer d'abord une partie des impuretés. Par conséquent, la revendication 1 est évidente.

Les caractéristiques techniques supplémentaires des revendications dépendantes 2 à 10 sont divulguées dans D1 ou D2, ou sont facilement conçues et/ou déterminées par l'homme du métier. Par conséquent, les revendications 2 à 10 sont évidentes.

L'objet des revendications 1-10 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.

### **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.