

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61498 A1** (51) Cl. internationale : **C01G 49/02; C22B 7/00**
- (43) Date de publication : **30.11.2023**

-
- (21) N° Dépôt : **61498**
- (22) Date de Dépôt : **06.06.2022**
- (30) Données de Priorité : **20.07.2021 CN 202110818269.0**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/097183 06.06.2022**
- (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) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **SABA & CO.,TMP**

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE TRAITEMENT HUMIDE DE FER-NICKEL ET SON APPLICATION**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de traitement humide de nickel-fer et une application de celui-ci. Le procédé de traitement consiste à : dans un environnement d'oxygène à haute pression, mélanger un matériau de nickel-fer broyé, l'acide sulfurique et un adjuvant de corrosion, réaliser une réaction de lixiviation acide, puis réaliser une séparation solide-liquide sur la suspension soumise à une lixiviation acide, ajouter un oxydant dans le filtrat obtenu, réaliser un chauffage, éliminer l'adjuvant de corrosion, ajouter un agent de précipitation dans le filtrat, réguler la valeur de pH du filtrat, et réaliser une séparation solide-liquide pour obtenir un précipité d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel ; et réaliser une extraction et une rétro-extraction sur le filtrat contenant du nickel pour préparer du sulfate de nickel de qualité pour batterie. Selon la présente invention, le nickel-fer est soumis à une dissolution d'acide d'oxydation en coopération avec

l'adjuvant de corrosion dans les conditions d'oxygène et d'acide à haute pression ; le nickel-fer est extrêmement sujet à l'oxydation dans l'environnement d'oxygène à haute pression ; et un oxydant fort est ajouté dans le filtrat par la suite, de telle sorte que les ions ferreux dans le filtrat sont complètement convertis en ions ferriques, et l'adjuvant de corrosion peut être oxydé pour générer du dioxyde de carbone exempt de pollution et de l'eau, ce qui permet d'éviter l'impact de l'adjuvant de corrosion sur le processus d'extraction ultérieur.

RESUME

La présente invention concerne un procédé de traitement par voie humide du ferronickel et sa mise en œuvre. Le procédé de traitement comporte les étapes suivantes: dans un environnement d'oxygène à haute pression, mélanger un matériau de ferronickel broyé, de
5 l'acide sulfurique et un agent de corrosion, effectuer une réaction de lixiviation acide, puis une séparation solide-liquide sur la boue soumise à la lixiviation acide, ajouter un oxydant dans le filtrat obtenu, effectuer un chauffage, éliminer l'agent de corrosion, ajouter un agent précipitant dans le filtrat, contrôler la valeur pH du filtrat, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un précipité d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel;
10 réaliser une extraction et une rétro-extraction sur le filtrat contenant du nickel pour préparer du sulfate de nickel de qualité batterie. Selon la présente invention, le ferronickel est soumis à une dissolution acide par oxydation en coopération avec l'agent de corrosion dans des conditions d'oxygène à haute pression et d'acidité ; le ferronickel est extrêmement soumis à l'oxydation dans un environnement d'oxygène à haute pression; un oxydant puissant est
15 ensuite ajouté au filtrat, de sorte que les ions ferreux du filtrat sont complètement convertis en ions ferriques et que l'agent de corrosion peut être oxydé pour générer du dioxyde de carbone et de l'eau sans pollution, évitant ainsi l'impact de l'agent de corrosion sur le processus d'extraction ultérieur.

PROCÉDÉ DE TRAITEMENT HUMIDE DE FER-NICKEL ET SON APPLICATION

DOMAINE TECHNIQUE

La présente invention concerne le domaine de la technologie métallurgique, et en particulier à
5 un procédé de traitement par voie humide du ferronickel et sa mise en œuvre.

CONTEXTE

Il existe actuellement peu de procédés d'utilisation à valeur ajoutée du ferronickel. Dans l'art
apparenté, un procédé de préparation d'une solution de sulfate de nickel et de phosphate ferrique
de qualité batterie avec de la fonte brute contenant du nickel comprend les étapes suivantes:
10 prétraitement d'une matière première, lixiviation acide, précipitation, séchage du phosphate
ferrique, extraction d'un filtrat contenant du nickel et rétro-extraction pour obtenir la solution de
sulfate de nickel. Ce procédé présente les avantages suivants: simplicité, taux élevé de
récupération de la fonte brute contenant du nickel, faible coût et bonne performance du produit.
Toutefois, le processus présente une lenteur dans la lixiviation acide et une longueur dans le
15 temps de réaction; le rendant ainsi inapte à l'utilisation pour la production de masse.

RESUME

La présente invention vise à résoudre au moins l'un des problèmes techniques de l'art antérieur.
Elle fournit un procédé de traitement par voie humide du ferronickel et sa mise en œuvre. Ce
procédé présente les avantages d'un processus technologique court, d'une faible consommation
20 de matériaux auxiliaires, d'un rendement de lixiviation élevé, etc.

Selon un aspect de la présente invention, un procédé de traitement par voie humide du
ferronickel est proposé, comprenant les étapes suivantes:

Etape 1: le mélange d'un ferronickel pulvérisé, d'acide sulfurique et d'un agent de corrosion dans
une atmosphère d'oxygène à haute pression, et la mise en œuvre d'une réaction de lixiviation à
25 l'acide;

Etape 2: la soumission de la boue de lixiviation acide obtenue à l'étape 1 à un processus de
séparation solide-liquide, l'ajout d'un oxydant dans le filtrat obtenu, le chauffage du filtrat et
l'élimination de l'agent de corrosion ; et,

Etape 3: l'ajout d'un précipitant dans le filtrat, le contrôle du pH du filtrat et la soumission du
30 filtrat à un processus de séparation solide-liquide afin d'obtenir une précipitation d'hydroxyde
ferrique et un filtrat contenant du nickel.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, l'adjuvant de corrosion est au moins l'un des éléments suivants : peroxyde d'hydrogène, acide acétique, acétylacétone, acide oxalique et glycine. L'agent de corrosion peut accélérer l'oxydation et corroder rapidement le ferronickel.

5 En tant qu'agent de corrosion, le peroxyde d'hydrogène peut faciliter l'oxydation et la lixiviation; l'acétylacétone et la glycine peuvent former un complexe avec le ferronickel pour accélérer la réaction ; l'acide acétique et l'acide oxalique peuvent non seulement faciliter la dissolution acide, mais aussi former un complexe avec le ferronickel, de manière à accélérer la vitesse de la réaction.

10 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, la concentration d'acide sulfurique est de 3 mol/L à 8 mol/L

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, la pression de la réaction de lixiviation acide est comprise entre 3,0 MPa et 6,5 MPa, et sa température entre 50°C et 90°C.

15 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, l'oxydant est au moins l'un des produits suivants: chlorate, nitrite, nitrate et persulfate. L'utilisation d'un oxydant puissant peut faciliter la transformation de l'agent de corrosion en dioxyde de carbone ou en eau, et empêcher l'agent de corrosion d'affecter l'extraction organique suivante.

20 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, le résidu obtenu dans le processus de séparation solide-liquide peut être soumis à nouveau à la lixiviation acide de l'étape 1, ce qui permet d'économiser des matières premières.

25 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, La température du chauffage est comprise entre 60 °C et 95 °C. Le contrôle de la température du chauffage peut faciliter l'accélération de la réaction et l'élimination du dioxyde de carbone généré par l'oxydation de l'agent de corrosion par l'oxydant.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, le précipitant est au moins l'un des éléments suivants: l'hydroxyde d'ammonium, l'hydroxyde de sodium, le carbonate de sodium et le bicarbonate de sodium.

30 Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, le pH du filtrat est compris entre 3 et 3,5. Lorsque le pH est compris entre 3 et 3,5, l'hydroxyde ferrique peut être complètement précipité et séparé, et les ions de nickel peuvent être maintenus.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, l'étape 3 comprend en outre: le lavage de la précipitation d'hydroxyde ferrique et son chauffage pour obtenir de l'oxyde ferrique rouge.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, le procédé de traitement par voie humide du ferronickel comprend : à l'étape 2, l'ajout de ferronickel dans le filtrat obtenu pour effectuer une réaction de lixiviation par déplacement, et la réalisation d'une filtration pour obtenir un résidu de ferronickel et une solution de lixiviation débarrassée du cuivre. Le résidu de ferronickel est à nouveau soumis à la réaction de lixiviation acide de l'étape 1, et l'oxydant est ajouté à la solution de lixiviation pour le processus suivant. La réaction de lixiviation par déplacement peut être effectuée à pression normale sans oxygène. Le filtrat obtenu par la réaction de lixiviation acide à haute pression contient un grand nombre d'ions hydrogène et ferriques, ainsi qu'un petit nombre d'ions cuivre. Le ferronickel est ajouté au filtrat pour effectuer la réaction de lixiviation par déplacement, de sorte qu'une seconde lixiviation est réalisée et que les ions cuivre peuvent être déplacés, ce qui permet d'obtenir des ions ferreux. L'oxydant est ensuite ajouté. La seconde lixiviation est principalement réalisée dans la réaction de lixiviation par déplacement et peut améliorer la concentration des ions nickel et ferriques, et éliminer les ions cuivre. En outre, lorsque le résidu de ferronickel est réutilisé dans la réaction de lixiviation acide lors d'une étape antérieure, la teneur en cuivre augmente. Toutefois, comme la teneur en cuivre du ferronickel est faible, la circulation peut être effectuée plusieurs fois et le cuivre peut s'accumuler dans le résidu de ferronickel lors de la seconde lixiviation. Le résidu de ferronickel est testé. Lorsque la teneur en cuivre est élevée, le résidu de ferronickel est soumis à une réaction de lixiviation acide à pression normale et le nickel et le fer sont sélectivement lixiviés pour obtenir une solution de lixiviation et un résidu. La solution de lixiviation est à nouveau soumise à une lixiviation acide à haute pression à l'étape 1, et le résidu est acheminé vers une usine de cuivre en vue d'un traitement ultérieur.

Dans la présente invention, l'utilisation d'un filtrat contenant du nickel obtenu selon son procédé pour préparer du sulfate de nickel de qualité batterie est également prévue. Plus précisément, un agent d'extraction est ajouté au filtrat contenant du nickel pour extraire le nickel ; le système est laissé au repos ; une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés sont obtenus par séparation ; et une solution de H_2SO_4 ayant une concentration comprise entre 3 mol/L et 5 mol/L est utilisée pour réextraire le nickel de la phase organique contenant du nickel, ce qui permet d'obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

Dans certains modes de réalisation de la présente invention, l'agent d'extraction est choisi parmi un ou plusieurs des produits suivants: P204, P507, DEHPA ou Cyanex272.

Un mode de réalisation préféré de la présente invention présente au moins les avantages suivants:

Dans la présente invention, dans une atmosphère d'oxygène à haute pression et un milieu acide, le ferronickel est soumis à l'oxydation et à la dissolution de l'acide à l'aide d'un agent de corrosion. Le ferronickel est facilement oxydé dans une atmosphère d'oxygène à haute pression, et la vitesse de réaction peut être accélérée par l'agent de corrosion. Ensuite, un oxydant

puissant tel que le chlorate, le nitrite, le nitrate, le persulfate et autres peut être ajouté au filtrat. Cela permet non seulement de s'assurer que tous les fers ferreux sont transformés en fers ferriques, mais aussi d'oxyder l'agent de corrosion. Celui-ci est oxydé et transformé en dioxyde de carbone non polluant et en eau, de sorte qu'il n'affecte pas le processus d'extraction ultérieur.

- 5 La réaction est rapide et le taux de lixiviation atteint 97 % grâce à l'effet synergique de l'agent de corrosion et de l'oxydant. En outre, aucun gaz toxique n'est rejeté et la pollution de l'environnement est évitée.

BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

- 10 La présente invention sera décrite plus en détail ci-dessous en référence au dessin et aux exemples ci-joints.

La figure 1 montre un organigramme de processus du mode de réalisation 1 de la présente invention.

DESCRIPTION DETAILLEE

- 15 Ci-après, le concept de la présente invention et les effets techniques produits seront décrits clairement et complètement en référence aux exemples, afin de bien comprendre le but, les caractéristiques et les effets de celle-ci. Il est évident que les exemples décrits ne forment qu'une partie des exemples de la présente invention et non la totalité, et d'autres exemples obtenus par l'homme du métier sur la base de ces exemples sans efforts créatifs entrent dans le champ de protection de celle-ci.

20 **Mode de réalisation 1**

En référence à la figure 1, un procédé de traitement par voie humide du ferronickel comprenant les étapes suivantes:

(1) Prétraitement d'une matière première : le ferronickel ayant une teneur en nickel de 22,35 % a été pulvérisé en poudres ou en particules.

- 25 (2) Première lixiviation acide à haute pression: dans une atmosphère d'oxygène à haute pression à 6,5 MPa et 90 °C, le ferronickel pulvérisé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique ayant une concentration de 3 mol/L, et de l'acide acétique a été ajouté pour obtenir un mélange de boues. Le rapport solide-liquide du mélange était de 1:100 g/ml, et la réaction de lixiviation acide a duré 3 heures.

- 30 (3) Filtration : après avoir terminé la réaction à l'étape (2), on a procédé à une filtration pour obtenir un filtrat et un résidu. Le ferronickel pulvérisé a été ajouté au filtrat et soumis à une seconde lixiviation pour déplacer le petit nombre d'ions de cuivre. Une nouvelle filtration a été effectuée pour obtenir un résidu de ferronickel et un filtrat débarrassé du cuivre. Le résidu de

ferronickel a été réutilisé dans la première lixiviation acide à haute pression à l'étape (2). Après plusieurs cycles, lorsque le résidu de ferronickel a été testé comme ayant une teneur en cuivre relativement élevée, le résidu de ferronickel est soumis à une lixiviation à pression normale pour obtenir une solution et un résidu de lixiviation. La solution de lixiviation était réutilisée dans la première lixiviation acide à haute pression, et le résidu de lixiviation était acheminé vers une usine de production de cuivre en vue d'un traitement ultérieur.

(4) Procédé de précipitation: du chlorate d'ammonium a été ajouté au filtrat débarrassé du cuivre à l'étape (3) pour oxyder les ions ferreux dans le filtrat débarrassé du cuivre, et chauffé à une température comprise entre 60 °C et 70 °C pour éliminer l'acide acétique, afin d'éviter qu'il n'affecte le procédé d'extraction ultérieur.

(5) Précipitation sous contrôle : de l'hydroxyde d'ammonium a été ajouté au filtrat obtenu à l'étape (4), et le pH du filtrat a été contrôlé dans une plage de 3 à 3,5, et la filtration a été effectuée à nouveau pour obtenir une précipitation d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel. Le précipité d'hydroxyde ferrique a été lavé et chauffé pour obtenir de l'oxyde ferrique rouge.

Préparation de sulfate de nickel: le filtrat contenant du nickel a été extrait avec un agent d'extraction P507 pour extraire le nickel, laissé au repos et séparé pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés; puis le nickel a été ré-extrait de la phase organique contenant du nickel avec une solution de H₂SO₄ ayant une concentration de 5 mol/L, de manière à obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

Un cristal de sulfate de nickel obtenu par cristallisation par évaporation a été analysé. La teneur en Ni était de 22,12 %, la teneur en Co de 0,021 %, la teneur en Cu de 0,00038 % et la teneur en Fe de 0,00028 %, ce qui est conforme à la norme de produit d'un sulfate de nickel de qualité batterie.

Mode de réalisation 2

Un procédé de traitement par voie humide du ferronickel comprenant les étapes suivantes:

- (1) Prétraitement d'une matière première : le ferronickel ayant une teneur en nickel de 25,85 % a été pulvérisé en poudres ou en particules
- (2) Lixiviation acide à haute pression: dans une atmosphère d'oxygène à haute pression à 3.0 MPa et 50 °C, le ferronickel pulvérisé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique ayant une concentration de 8 mol/L, et de l'acétylacétone a été ajouté pour obtenir un mélange de boues. Le rapport solide-liquide du mélange était de 1:200 g/mL, et la réaction de lixiviation acide a duré 1.5 heures.

(3) Filtration : après avoir terminé la réaction à l'étape (2), on a procédé à une filtration pour obtenir un filtrat et un résidu. Le ferronickel pulvérisé a été ajouté au filtrat et soumis à une seconde lixiviation pour déplacer le petit nombre d'ions de cuivre. Une nouvelle filtration a été effectuée pour obtenir un résidu de ferronickel et un filtrat débarrassé du cuivre. Le résidu de ferronickel a été réutilisé dans la première lixiviation acide à haute pression à l'étape (2). Après plusieurs cycles, lorsque le résidu de ferronickel a été testé comme ayant une teneur en cuivre relativement élevée, le résidu de ferronickel est soumis à une lixiviation à pression normale pour obtenir une solution et un résidu de lixiviation. La solution de lixiviation était réutilisée dans la première lixiviation acide à haute pression, et le résidu de lixiviation était acheminé vers une usine de production de cuivre en vue d'un traitement ultérieur.

(4) Procédé de précipitation : du nitrate d'ammonium a été ajouté au filtrat débarrassé du cuivre à l'étape (3) pour oxyder les ions ferreux dans le filtrat débarrassé du cuivre, et chauffé à une température comprise entre 75 °C et 85 °C pour éliminer l'acétylacétone, afin d'éviter qu'il n'affecte le procédé d'extraction ultérieur.

(5) Précipitation sous contrôle : de l'hydroxyde d'ammonium a été ajouté au filtrat obtenu à l'étape (4), et le pH du filtrat a été contrôlé dans une plage de 3 à 3,5, et la filtration a été effectuée à nouveau pour obtenir une précipitation d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel. Le précipité d'hydroxyde ferrique a été lavé et chauffé pour obtenir de l'oxyde ferrique rouge.

Préparation de sulfate de nickel: le filtrat contenant du nickel a été extrait avec un agent d'extraction P507 pour extraire le nickel, laissé au repos et séparé pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés; puis le nickel a été ré-extrait de la phase organique contenant du nickel avec une solution de H₂SO₄ ayant une concentration de 3 mol/L, de manière à obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

Un cristal de sulfate de nickel obtenu par cristallisation par évaporation a été analysé. La teneur en Ni était de 22,06 %, la teneur en Co de 0,027 %, la teneur en Cu de 0,00031 % et la teneur en Fe de 0,00012 %, ce qui est conforme à la norme de produit d'un sulfate de nickel de qualité batterie.

30 **Mode de réalisation 3**

Un procédé de traitement par voie humide du ferronickel comprenant les étapes suivantes:

(1) Prétraitement d'une matière première : le ferronickel ayant une teneur en nickel de 55,35 % a été pulvérisé en poudres ou en particules.

(2) Lixiviation acide à haute pression: dans une atmosphère d'oxygène à haute pression à 5,0

MPa et 70 °C, le ferronickel pulvérisé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique ayant une concentration de 5 mol/L, et de l'acide oxalique a été ajouté pour obtenir un mélange de boues. Le rapport solide-liquide du mélange était de 1:300 g/mL, et la réaction de lixiviation acide a duré 3 heures.

5 (3) Filtration : après avoir terminé la réaction à l'étape (2), on a procédé à une filtration pour obtenir un filtrat et un résidu. Le ferronickel pulvérisé a été ajouté au filtrat et soumis à une seconde lixiviation pour déplacer le petit nombre d'ions de cuivre. Une nouvelle filtration a été effectuée pour obtenir un résidu de ferronickel et un filtrat débarrassé du cuivre. Le résidu de ferronickel a été réutilisé dans la première lixiviation acide à haute pression à l'étape (2). Après
10 plusieurs cycles, lorsque le résidu de ferronickel a été testé comme ayant une teneur en cuivre relativement élevée, le résidu de ferronickel est soumis à une lixiviation à pression normale pour obtenir une solution et un résidu de lixiviation. La solution de lixiviation a été réutilisée dans la première lixiviation acide à haute pression et le résidu de lixiviation acheminé vers une usine de production de cuivre en vue d'un traitement ultérieur.

15 (4) Procédé de précipitation: du nitrate d'ammonium a été ajouté au filtrat débarrassé du cuivre à l'étape (3) pour oxyder les ions ferreux dans le filtrat débarrassé du cuivre, et chauffé à une température comprise entre 80 °C et 95 °C pour éliminer l'acide oxalique, afin d'éviter qu'il n'affecte le procédé d'extraction ultérieur.

20 (5) Précipitation sous contrôle : de l'hydroxyde d'ammonium a été ajouté au filtrat obtenu à l'étape (4), et le pH du filtrat a été contrôlé dans une plage de 3 à 3,5, et la filtration a été effectuée à nouveau pour obtenir une précipitation d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel. Le précipité d'hydroxyde ferrique a été lavé et chauffé pour obtenir de l'oxyde ferrique rouge.

25 Préparation de sulfate de nickel: le filtrat contenant du nickel a été extrait avec un mélange d'extraction P204/P507 pour extraire le nickel, laissé au repos et séparé pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés; puis le nickel a été ré-extrait de la phase organique contenant du nickel avec une solution de H₂SO₄ ayant une concentration de 4 mol/L, de manière à obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

30 Un cristal de sulfate de nickel obtenu par cristallisation par évaporation a été analysé. La teneur en Ni était de 22,18 %, la teneur en Co de 0,012 %, la teneur en Cu de 0,00028 % et la teneur en Fe de 0,00011 %, ce qui est conforme à la norme de produit d'un sulfate de nickel de qualité batterie.

35 Les modes de réalisation de la présente invention sont décrits en détail ci-dessus en référence aux dessins qui les accompagnent, mais la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation susmentionnés, et diverses modifications peuvent être apportées sans s'écarter du

concept de celle-ci dans le cadre des connaissances possédées par les personnes ayant des compétences ordinaires dans l'art. En outre, les modes de réalisation et les caractéristiques des modes de réalisation de la présente invention peuvent être combinés entre eux, à condition qu'il n'y ait aucun conflit.

REVENDICATIONS:

1. Un procédé de traitement par voie humide du ferronickel, comprenant:

Etape 1: le mélange d'un ferronickel pulvérisé, d'acide sulfurique et d'un agent de corrosion dans une atmosphère d'oxygène à haute pression, et la mise en œuvre d'une réaction de lixiviation à l'acide;

Etape 2: la soumission de la boue de lixiviation acide obtenue à l'étape 1 à un processus de séparation solide-liquide, l'ajout d'un oxydant dans le filtrat obtenu, le chauffage du filtrat et l'élimination de l'agent de corrosion; et

Etape 3: l'ajout d'un précipitant dans le filtrat, le contrôle du pH du filtrat et la soumission du filtrat à un processus de séparation solide-liquide afin d'obtenir une précipitation d'hydroxyde ferrique et un filtrat contenant du nickel.

2. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 1, l'agent de corrosion est au moins l'un des éléments suivants : peroxyde d'hydrogène, acide acétique, acétylacétone, acide oxalique et glycine.

3. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 1, la concentration d'acide sulfurique est de 3 mol/L à 8 mol/L.

4. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 1, la pression de la réaction de lixiviation acide est comprise entre 3,0 MPa et 6,5 MPa, et sa température entre 50°C et 90°C.

5. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 2, l'oxydant est au moins l'un des produits suivants: chlorate, nitrite, nitrate et persulfate.

6. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 2, La température du chauffage est comprise entre 60 °C et 95 °C.

7. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 3, le précipitant est au moins l'un des éléments suivants: l'hydroxyde d'ammonium, l'hydroxyde de sodium, le carbonate de sodium et le bicarbonate de sodium.

8. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel, à l'étape 3, le pH du filtrat est compris entre 3 et 3,5.

9. Le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de la revendication 1, dans lequel ce dernier comprend en outre: l'ajout de ferronickel dans le filtrat obtenu pour effectuer une réaction de lixiviation par déplacement, et la réalisation d'une filtration pour obtenir un résidu

de ferronickel et une solution de lixiviation débarrassée du cuivre, dans laquelle le résidu de ferronickel est à nouveau soumis à la réaction de lixiviation acide de l'étape 1, et l'oxydant est ajouté à la solution de lixiviation pour le processus suivant.

- 5 10. L'utilisation d'un filtrat contenant du nickel obtenu selon le procédé de traitement par voie humide du ferronickel de l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour préparer du sulfate de nickel de qualité batterie.

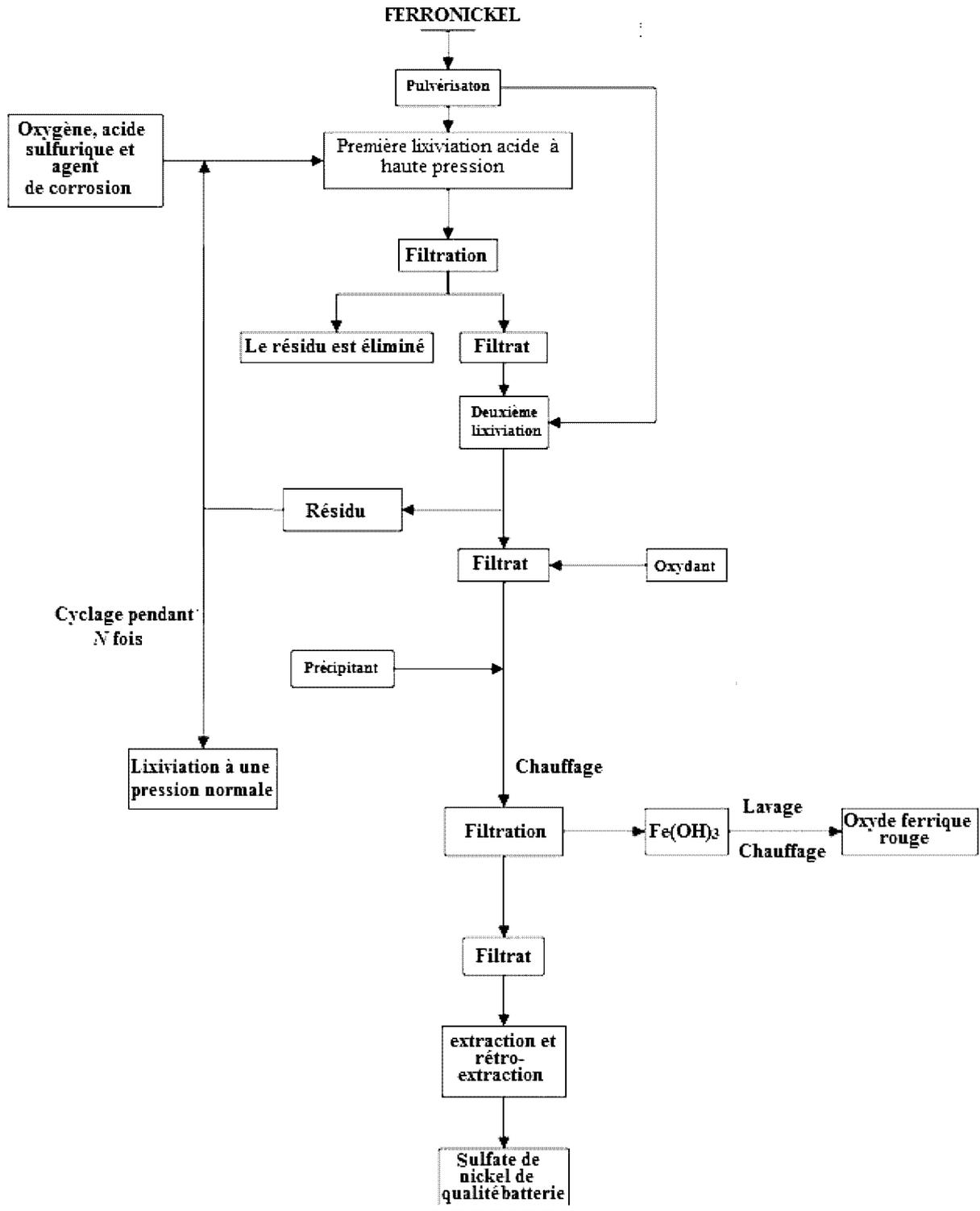
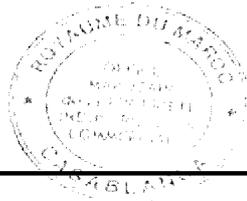


FIGURE 1

**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 : 61498	Date de dépôt : 06/06/2022 Date d'entrée en phase nationale : 21/06/2023
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date de priorité: 20/07/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE TRAITEMENT HUMIDE DE FER-NICKEL ET SON APPLICATION	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales <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 : 15/11/2023
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
1-8 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C22B 7/00, C22B 3/38, C01G 53/10, C22B 23/00

CPC : C01G 49/02, C01G 53/10, C22B 23/043, C22B 23/0461, C22B 23/0469, C22B 3/08

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
X	CN 103911514 A (SINOPEC SHANGHAI ENGINEERING CO., LTD. ET AL.) 09 juillet 2014 (2014-07-09) Revendications 1 et 2	1-10
A	CN 109457112 A (INSTITUTE OF PROCESS ENGINEERING, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES ET AL.) 12 mars 2019 (2019-03-12) document entier	1-10
A	CN 103468973 A (ZHOU JUNHONG) 25 décembre 2013 (2013-12-25) document entier	1-10
A	CN 112941314 A (HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. ET AL.) 11 juin 2021 (2021-06-11) document 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 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 103911514 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 est l'état de la technique le plus proche de la présente demande et divulgue une méthode de recyclage d'un matériau de broyage d'alliage dur usagé (voir les revendications 1 et 2), comprenant les étapes suivantes :

- a) oxydation de la solution acide : mélange des déchets de broyage de carbure de ciment contenant du cobalt, du nickel, du fer et du tungstène avec une solution d'acide sulfurique et l'oxydant I, et filtrage après réaction pour obtenir un résidu de filtrage de carbure de tungstène et une solution contenant du cobalt, du nickel et du fer ;
- b) grillage à la soude du résidu de filtration du carbure de tungstène : le résidu de filtration du carbure de tungstène est mélangé avec du carbonate de sodium et du nitrate de sodium et calciné pour obtenir le matériau I ;
- c) récupération du tungstène : immersion du matériau I dans de l'eau chaude pour obtenir une solution contenant du tungstate de sodium ; la solution contenant du tungstate de sodium est concentrée et évaporée pour obtenir des cristaux de tungstate de sodium ;
- d) récupération du cobalt-nickel : la solution contenant du cobalt-nickel-fer obtenue à l'étape a) est ajoutée à l'oxydant II dans des conditions de pH=2~5, et après la réaction, un précipité de fer et une solution contenant du cobalt-nickel sont obtenus ; la solution contenant du cobalt-nickel est extraite. Le nickel est lavé, le cobalt est extrait et le cristal est concentré et cristallisé pour obtenir un cristal de sel de cobalt et un cristal de sel de nickel.

l'agent oxydant I est au moins un agent choisi dans le groupe constitué par le peroxyde d'hydrogène, le chlorate de sodium ou le permanganate de potassium ; et l'agent oxydant II

est choisi dans le groupe constitué par le peroxyde d'hydrogène.

La revendication 1 diffère de la revendication D1 en ce que : 1) les matières premières de traitement sont différentes, la lixiviation est effectuée dans un environnement d'oxygène à haute pression, un filtrat est d'abord additionné d'un agent oxydant et chauffé, puis un précipitant est ajouté.

Le problème technique objectif est la fourniture d'une méthode alternative à celle de D1.

Bien que D1 divulgue la séparation et la récupération des déchets de matériaux de broyage d'alliages durs, le schéma spécifique de séparation du nickel et du fer est donné en raison du fait que les matières premières contiennent du nickel et du fer, et que l'homme du métier aurait été incité à modifier correctement le schéma spécifique de séparation du ferronickel. L'efficacité de la lixiviation acide est améliorée par l'utilisation d'oxygène gazeux à haute pression ; et selon le principe de précipitation du fer, afin de s'assurer que le fer est entièrement séparé, l'homme du métier peut d'abord ajouter un agent oxydant pour s'assurer que les ions de fer deviennent trivalents, puis un agent précipitant est ajouté pour précipiter le fer, et après l'ajout d'un agent oxydant, le chauffage est un moyen technique conventionnel pour éliminer les adjuvants de gravure redondants.

Ainsi, l'objet de la revendication 1 n'implique pas d'activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet de la revendication 10 diffère de D1 en ce que : 1) les matières premières de traitement sont différentes, la lixiviation est effectuée dans un environnement d'oxygène à haute pression, un filtrat est d'abord additionné d'un agent oxydant et chauffé, puis un précipitant est ajouté. ; et 2) le filtrat contenant du nickel obtenu est utilisé pour préparer du sulfate de nickel de qualité batterie.

Le problème technique objectif est la fourniture d'une utilisation alternative du filtrat contenant du nickel.

Le filtrat contenant du nickel obtenu par la méthode est utilisé pour fabriquer du sulfate de nickel de qualité batterie, ce que l'homme du métier concevrait sans exercer une activité inventive.

Ainsi, l'objet de la revendication 10 n'implique pas d'activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications dépendantes 2 à 9 définissent en outre les réactifs, les paramètres de réaction et les autres modes de réaction de chaque étape. Ces caractéristiques techniques supplémentaires sont soit divulguées dans le document D1, soit des techniques

conventionnelles de l'état de la technique, ou peuvent être déterminées au moyen d'essais limités sans l'exercice d'une activité inventive.

Par conséquent, l'objet des revendications 2 à 9 n'implique pas d'activité inventive au sens de 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.