

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61513 A1** (51) Cl. internationale : **C01G 49/06; C01G 53/10; C01G 53/003; C01G 49/06; C01G 49/02**
- (43) Date de publication : **29.12.2023**

-
- (21) N° Dépôt : **61513**
- (22) Date de Dépôt : **16.05.2022**
- (30) Données de Priorité : **25.08.2021 CN 202110981602.X**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/093097 16.05.2022**
- (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) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **H&H IP LAW**

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE SULFATE DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL**

- (57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de préparation de sulfate de nickel à partir de ferronickel. Le procédé comprend : dans un environnement d'oxygène à haute pression, le mélange d'un matériau broyé de ferronickel avec de l'acide sulfurique, l'introduction de monoxyde de carbone gazeux pour la réaction, et la réalisation d'une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration ; l'ajout d'un oxydant au filtrat, puis l'ajout d'un précipitant, la régulation du pH du filtrat, et la réalisation d'une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde ferrique ; et la réalisation d'une extraction et d'une réextraction sur le filtrat contenant du nickel pour obtenir une solution de sulfate de nickel. Dans la présente invention, sous une condition acide à haute pression, du monoxyde de carbone gazeux

est introduit, de sorte que le monoxyde de carbone génère d'abord du tétracarbonyle de nickel et du pentacarbonyle de fer avec du ferronickel, puis le tétracarbonyle de nickel et le pentacarbonyle de fer sont oxydés par de l'oxygène pour réagir de manière uniforme avec de l'acide sulfurique pour former du sulfate de ferronickel, de manière à obtenir une fonction d'oxydation catalytique. L'ensemble de la réaction est relativement rapide, le sulfate de nickel de qualité batterie est directement préparé à partir de ferronickel sans libérer de gaz toxique, le procédé est court, ce qui permet d'améliorer considérablement le rendement en nickel et de réduire les coûts d'investissement, pendant le processus de réaction, il y a une faible consommation d'énergie, la consommation de matériaux auxiliaires est faible, et le procédé est ainsi approprié pour une production industrielle.

ABRÉGÉ

La présente divulgation divulgue un procédé de préparation de sulfate de nickel à partir de ferronickel, comprenant les étapes suivantes : S1 : dans un environnement d'oxygène à haute pression, le mélange de ferronickel broyé avec de l'acide sulfurique, l'introduction d'un gaz de monoxyde de carbone pour permettre une réaction, et la réalisation d'une séparation solide-liquide (SLS) pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration ; S2 : l'ajout successivement d'un agent oxydant et d'un agent précipitant au filtrat, le contrôle du pH du filtrat et la réalisation d'une SLS pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde de fer ; et S3 : la soumission du filtrat contenant du nickel à une extraction et à une rétro-extraction pour obtenir une solution de sulfate de nickel. Dans la présente divulgation, le gaz de monoxyde de carbone est introduit dans des conditions acides à haute pression pour réagir d'abord avec le nickel et le fer afin de former un tétracarbonyle de nickel et un pentacarbonyle de fer, et le tétracarbonyle de nickel et le pentacarbonyle de fer sont oxydés par oxygène et réagissent ensuite en douceur avec l'acide sulfurique pour former du sulfate de nickel et du sulfate de fer, jouant ainsi un rôle d'oxydation catalytique. Le procédé implique un processus de réaction relativement rapide et un flux de processus court, et peut préparer du sulfate de nickel de qualité batterie directement à partir de ferronickel sans dégagement de gaz toxique, ce qui améliore considérablement le rendement en nickel, réduit le coût d'investissement, a une faible consommation d'énergie et de matériaux auxiliaires, et convient à une production industrialisée.

PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE SULFATE DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL

DOMAINE TECHNIQUE

[0001] La présente divulgation appartient au domaine technique de la métallurgie et concerne spécifiquement un procédé de préparation de sulfate de nickel à partir de ferronickel.

CONTEXTE

[0002] Le nickel est un métal non ferreux important, dont les réserves sont abondantes sur terre. Les minerais de nickel comprennent principalement les minerais de sulfure de cuivre-nickel et les minerais d'oxyde de nickel, et les processus d'enrichissement et de fusion sont complètement différents pour les deux. Différents procédés d'enrichissement sont adoptés en fonction des différentes qualités de minerais de sulfure de cuivre-nickel, et ensuite la fusion est effectuée. Les procédés de fusion et d'enrichissement des minerais d'oxyde de nickel peuvent être divisés en deux catégories : le procédé par le feu et le procédé par voie humide.

[0003] Avec la croissance rapide de la production et des ventes mondiales de véhicules à énergie nouvelle, la proportion de batteries d'énergie ternaires augmente, et la voie de la technologie à haute teneur en nickel est devenue un consensus dans l'industrie. Sous l'action combinée des facteurs susmentionnés, la consommation de sulfate de nickel dans le domaine des batteries électriques connaîtra certainement une croissance rapide à l'avenir.

[0004] Dans le processus traditionnel de production de sulfate de nickel, un minerai de sulfure de nickel est soumis à une fusion pyrométallurgique pour produire de la matte de nickel, et ensuite, un procédé par voie humide est adopté pour produire du sulfate de nickel. Cependant, à l'heure actuelle, les minerais de sulfure de nickel ont de petites réserves, nécessitent des conditions d'extraction relativement élevées et ont une teneur en minerai réduite, ce qui entraîne une réduction progressive de la production de minerais de sulfure de nickel. Dans un contexte d'insuffisance des ressources en minerai de sulfure de nickel, un nouveau processus doit être mis au point pour que l'offre de minerais latéritiques de nickel, au potentiel de ressources important, corresponde à la croissance accélérée de la demande de sulfate de nickel.

[0005] À l'heure actuelle, le procédé de production d'un produit à base de nickel à partir d'un minerai de latérite de nickel comprend principalement deux types : le procédé par le feu et le procédé par voie humide. Le procédé par le feu comprend un procédé de fusion réductrice par four rotatif-four électrique (RKEF), un procédé de fusion réductrice par four à cuve-four électrique (NST), le procédé de fusion Dajiangshan et un procédé de four à sole tournante (RHF) qui n'a pas encore été industrialisé. En raison de son rendement élevé, le procédé RKEF a été largement utilisé ces dernières années, et le nickel produit par ce procédé est un ferronickel contenant

diverses impuretés.

[0006] Dans l'industrie, le ferronickel est généralement mélangé à un matériau contenant du soufre, et ensuite soumis à un soufflage de convertisseur pour produire une matte de nickel, et ensuite un procédé par voie humide est adopté pour produire du sulfate de nickel. Dans ce procédé, la matte de nickel doit d'abord être préparée à partir du ferronickel, et ensuite, le sulfate de nickel est préparé par lixiviation, ce qui implique un long processus, une forte consommation de matières premières, un coût d'investissement élevé et un faible rendement en nickel dans la préparation du sulfate de nickel par voie humide.

[0007] Dans l'état de la technique, certains fabricants apparentés utilisent également le ferronickel pour préparer directement le sulfate de nickel comme suit : on laisse le ferronickel réagir avec l'acide sulfurique et l'acide nitrique pour obtenir une solution, et ensuite, une purification graduelle est effectuée pour préparer le sulfate de nickel. Le processus est compliqué, nécessite une consommation élevée d'agent d'extraction et d'agent de précipitation, libère le gaz toxique d'oxyde nitrique durant la réaction et ne permet pas d'atteindre l'objectif de production propre.

[0008] La technique apparentée divulgue un procédé de séparation sélective des métaux précieux dans un alliage cobalt-nickel-cuivre-fer, où l'alliage cobalt-nickel-cuivre-fer est fondu entre 1300 °C et 1600 °C, puis atomisé et réduit en poudre par un dispositif d'atomisation à haute pression pour obtenir une poudre d'alliage cobalt-nickel-cuivre-fer ; la poudre d'alliage est ajoutée à un système d'acide sulfurique, et un gaz oxydant ou un agent oxydant est introduit, où le débit du gaz ou la quantité d'agent oxydant ajouté est ajusté pour obtenir une lixiviation sélective à potentiel contrôlé pour obtenir un résidu de Cu et un lixiviat mixte contenant du Co, du Ni et du Fe ; le résidu de Cu est en outre soumis à une lixiviation par oxydation améliorée et à une purification pour obtenir un produit chimique à base de Cu ; et le lixiviat mixte contenant du Co, du Ni et du Fe est ajouté à un réservoir de lixiviation de la corrosion spécialement conçu pour la séparation de la corrosion pour obtenir une solution mixte d'un résidu de rouille de fer, de sulfate de nickel et de sulfate de cobalt. Le procédé de préparation est nouveau et non polluant, et implique un processus court. Cependant, l'étape de prétraitement nécessite une fusion à haute température, et ensuite une atomisation et une réduction en poudre, ce qui requiert une consommation d'énergie élevée et rend l'industrialisation difficile.

[0009] C'est pourquoi Il existe un besoin urgent de développer un procédé de préparation directe du sulfate de nickel à partir du ferronickel en une seule étape, avec un processus court, un faible coût et un rendement élevé.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

[0010] La présente divulgation vise à résoudre au moins un des problèmes techniques existant dans l'art de la technique. Compte tenu de cela, la présente divulgation fournit un procédé de préparation du sulfate de nickel à partir du ferronickel. Ce procédé permet d'obtenir du sulfate de nickel de qualité batterie et a les avantages d'un processus court, d'une faible consommation de matériaux auxiliaires, d'un rendement élevé en nickel, et analogues.

[0011] Selon un aspect de la présente divulgation, un procédé de préparation de sulfate de nickel à partir de ferronickel est fourni, comprenant les étapes suivantes :

[0012] S1 : dans un environnement d'oxygène à haute pression, le mélange du ferronickel broyé avec de l'acide sulfurique, l'introduction d'un gaz de monoxyde de carbone pour permettre une réaction, et la réalisation d'une séparation solide-liquide (SLS) pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration ;

[0013] S2 : l'ajout d'un agent oxydant au filtrat, et ensuite, l'ajout d'un agent précipitant, le contrôle du pH du filtrat et la réalisation d'une SLS pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde de fer ; et

[0014] S3 : la soumission du filtrat contenant du nickel à une extraction et à une rétro-extraction pour obtenir une solution de sulfate de nickel.

[0015] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S1, la réaction peut être réalisée dans un espace fermé, le gaz de monoxyde de carbone peut être introduit par un fond du ferronickel broyé, et une concentration volumique du gaz de monoxyde de carbone dans l'espace fermé peut être contrôlée à $\leq 2,5$ %. La concentration et le mode d'introduction du monoxyde de carbone dans l'environnement fermé sont contrôlés afin de prévenir des explosions instantanées et d'éviter les accidents de sécurité.

[0016] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S1, la réaction peut être réalisée entre 40 °C et 200 °C. La température de réaction est contrôlée de sorte que le gaz de monoxyde de carbone puisse réagir avec le ferronickel pour obtenir une décomposition et une oxydation rapides, c'est-à-dire une oxydation catalytique.

[0017] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S1, l'acide sulfurique peut avoir une concentration de 3 mol/L à 8 mol/L. Étant donné que le nickel tétracarbonyle est sujet à une réaction d'explosion avec de l'acide sulfurique concentré, la concentration d'acide sulfurique doit être contrôlée.

[0018] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S1, la réaction peut être conduite à une pression de 3,0 MPa à 6,5 MPa. Sous ces conditions de pression, la réaction d'oxydation peut être accélérée.

[0019] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S1, le résidu du filtre peut être renvoyé à la procédure précédente pour réagir davantage, évitant ainsi le gaspillage de matériaux.

[0020] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S2, l'agent oxydant peut être un ou plusieurs parmi le groupe constitué du peroxyde d'hydrogène, de l'air comprimé, du chlore et du chlorate de sodium. L'agent oxydant oxyde le fer ferreux dans le filtrat pour faciliter la précipitation ultérieure.

[0021] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S2, l'agent précipitant peut être un ou plusieurs parmi le groupe constitué de l'ammoniaque, de l'hydroxyde de sodium, du carbonate de sodium et du bicarbonate de sodium.

[0022] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S2, le pH peut être entre 3 et 3,5. À ce pH, l'hydroxyde de fer peut être complètement précipité et les ions de nickel peuvent être retenus.

[0023] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S2, l'hydroxyde de fer peut être lavé et chauffé pour produire du rouge de fer.

[0024] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S3, un processus d'extraction et de rétro-extraction peut comprendre : l'ajout d'un agent d'extraction au filtrat contenant du nickel pour l'extraction du nickel afin d'obtenir une phase organique contenant du nickel, et l'ajout d'une solution d'acide sulfurique à la phase organique contenant du nickel pour la rétro-extraction du nickel afin d'obtenir la solution de sulfate de nickel.

[0025] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S3, l'agent d'extraction peut être un ou plusieurs parmi le groupe constitué de P204, P507, DEHPA et Cyanex272.

[0026] Dans certains modes de réalisation de la présente divulgation, en S3, une phase organique obtenue après la rétro-extraction peut être re-saponifiée et recyclée.

[0027] Selon un mode de réalisation préféré de la présente divulgation, la présente divulgation a au moins les effets bénéfiques suivants :

[0028] Dans la présente divulgation, le monoxyde de carbone gazeux est introduit sous conditions acides à haute pression pour réagir d'abord avec le nickel dans le ferronickel afin de former un tétracarbonyle de nickel, et le tétracarbonyle de nickel est oxydé par oxygène et réagit ensuite en douceur avec l'acide sulfurique pour former du sulfate de nickel, ce qui favorise la lixiviation du nickel par oxydation catalytique. Le procédé implique un processus de réaction relativement rapide et un flux de processus court, et permet de préparer du sulfate de nickel de qualité batterie directement à partir de ferronickel dans un environnement fermé, de sorte qu'aucun gaz toxique n'est libéré et que la pollution de l'environnement est évitée, ce qui améliore

considérablement le rendement en nickel, réduit le coût d'investissement, a une faible consommation d'énergie et de matériaux auxiliaires, et convient à une production industrialisée.

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

[0029] La présente divulgation est décrite plus en détail ci-dessous en référence aux dessins et exemples qui l'accompagnent.

[0030] La figure 1 est un diagramme schématique illustrant un flux de processus de l'exemple 1 de la présente divulgation.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE DES EXEMPLES ILLUSTRÉS

[0031] Les concepts et les effets techniques de la présente divulgation sont décrits clairement et complètement ci-dessous, en conjonction avec des exemples, afin de permettre que les objectifs, caractéristiques et effets de la présente divulgation soient pleinement compris. Apparemment, les exemples décrits ne sont que quelques-uns plutôt que tous les exemples de la présente divulgation. Tous les autres exemples obtenus par l'homme du métier sur la base des exemples de la présente divulgation sans effort créatif doivent relever de la portée de protection de la présente divulgation.

[0032] Exemple 1

[0033] Dans cet exemple, le sulfate de nickel a été préparé à partir de ferronickel. Le ferronickel avait la composition suivante : nickel : 16,79 %, fer : 75,10 %, silicium : 1,96 %, carbone : 1,46 %, soufre : 0,233 % et chrome : 0,24 %. Comme le montre la figure 1, le processus de préparation spécifique était comme suit :

[0034] (1) Prétraitement de la matière première : 100 g de ferronickel ont été broyés en une matière poudreuse ou granuleuse.

[0035] (2) Oxydation catalytique : dans un environnement fermé à haute pression d'oxygène, le matériau broyé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique, et un gaz de monoxyde de carbone a été introduit à partir d'un fond du matériau broyé pour catalyser une réaction, où une concentration volumique du gaz de monoxyde de carbone dans l'espace fermé a été contrôlée à $\leq 2,5$ %, la réaction a été menée entre 40 °C à 50 °C et 6,5 MPa pendant 3,5 h, et l'acide sulfurique avait une concentration de 3 mol/L.

[0036] (3) Filtration : après l'achèvement de la réaction à l'étape (2), une SLS a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration.

[0037] (4) Précipitation : du peroxyde d'hydrogène a été ajouté au filtrat obtenu à l'étape (3) pour oxyder le fer ferreux dans le filtrat, puis de l'ammoniaque a été ajouté, et le pH du filtrat a été contrôlé entre 3 et 3,5 ; et le mélange résultant a été filtré pour obtenir un filtrat contenant du

nickel et un précipité d'hydroxyde de fer, et le précipité d'hydroxyde de fer a été lavé et chauffé pour obtenir du rouge de fer.

[0038] (5) Extraction : un agent d'extraction P204 a été ajouté au filtrat contenant du nickel collecté à l'étape (4) pour l'extraction du nickel, un mélange résultant a été décanté en couches, et les couches ont été séparées pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés.

[0039] (6) Rétro-extraction : une solution de H_2SO_4 à 3 mol/L a été ajoutée à la phase organique contenant du nickel obtenue à l'étape (5) pour la rétro-extraction du nickel afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

[0040] Comme déterminé 71,32 g de rouge de fer (calculé sur la base du fer) et 16,73 g de sulfate de nickel (calculé sur la base du nickel) ont été obtenus, ce qui indique un taux de lixiviation du fer de 94,97 % et un taux de lixiviation du nickel de 99,64 %.

[0041] Exemple 2

[0042] Dans cet exemple, le sulfate de nickel a été préparé à partir de ferronickel. Le ferronickel avait la composition suivante : nickel : 18,22 %, fer : 72,03 %, silicium : 1,85 %, carbone : 1,41 %, soufre : 0,362 % et chrome : 0,12 %. Le processus de préparation spécifique était le suivant :

[0043] (1) Prétraitement de la matière première : 100 g de ferronickel ont été broyés en une matière poudreuse ou granuleuse.

[0044] (2) Oxydation catalytique : dans un environnement fermé à haute pression d'oxygène, le matériau broyé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique, et un gaz de monoxyde de carbone a été introduit à partir d'un fond du matériau broyé pour catalyser une réaction, où une concentration volumique du gaz de monoxyde de carbone dans l'espace fermé a été contrôlée à $\leq 2,5$ %, la réaction a été menée entre 100 °C à 120 °C et 4,5 MPa pendant 2,5 h, et l'acide sulfurique avait une concentration de 8 mol/L.

[0045] (3) Filtration : après l'achèvement de la réaction à l'étape (2), une SLS a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration.

[0046] (4) Précipitation : du chlore a été introduit dans le filtrat obtenu à l'étape (3) pour oxyder le fer ferreux dans le filtrat, puis de l'hydroxyde de sodium a été ajouté, et le pH du filtrat a été contrôlé entre 3 et 3,5 ; et le mélange résultant a été filtré pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde de fer, et le précipité d'hydroxyde de fer a été lavé et chauffé pour obtenir du rouge de fer.

[0047] (5) Extraction : Un agent d'extraction P507 a été ajouté au filtrat contenant du nickel collecté à l'étape (4) pour l'extraction du nickel, un mélange résultant a été décanté en couches, et

les couches ont été séparées pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés.

[0048] (6) Rétro-extraction : une solution de H_2SO_4 à 4 mol/L a été ajoutée à la phase organique contenant du nickel obtenue à l'étape (5) pour la rétro-extraction du nickel afin d'obtenir une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

[0049] Comme déterminé, 65,47 g de rouge de fer (calculé sur la base du fer) et 18,10 g de sulfate de nickel (calculé sur la base du nickel) ont été obtenus, ce qui indique un taux de lixiviation du fer de 90,89 % et un taux de lixiviation du nickel de 99,34 %.

[0050] Exemple 3

[0051] Dans cet exemple, le sulfate de nickel a été préparé à partir de ferronickel. Le ferronickel avait la composition suivante : nickel : 18,77 %, fer : 71,65 %, silicium : 0,94 %, carbone : 2,21 %, soufre : 0,136 % et chrome : 0,61 %. Le processus de préparation spécifique était le suivant :

[0052] (1) Prétraitement de la matière première : 100 g de ferronickel ont été broyés en une matière poudreuse ou granuleuse.

[0053] (2) Oxydation catalytique : dans un environnement fermé à haute pression d'oxygène, le matériau broyé obtenu à l'étape (1) a été soumis à une lixiviation acide avec de l'acide sulfurique, et un gaz de monoxyde de carbone a été introduit à partir d'un fond du matériau broyé pour catalyser une réaction, où une concentration volumique du gaz de monoxyde de carbone dans l'espace fermé a été contrôlée à $\leq 2,5$ %, la réaction a été menée entre 150 °C à 200 °C et 3 MPa pendant 1 h, et l'acide sulfurique avait une concentration de 5 mol/L.

[0054] (3) Filtration : après l'achèvement de la réaction à l'étape (2), une SLS a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration.

[0055] (4) Précipitation : du chlorate de sodium a été ajouté au filtrat obtenu à l'étape (3) pour oxyder le fer ferreux dans le filtrat, puis du carbonate de sodium a été ajouté, et le pH du filtrat a été contrôlé entre 3 et 3,5 ; et le mélange résultant a été filtré pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde de fer, et le précipité d'hydroxyde de fer a été lavé et chauffé pour obtenir du rouge de fer.

[0056] (5) Extraction : Un agent d'extraction DEHPA a été ajouté au filtrat contenant du nickel collecté à l'étape (4) pour l'extraction du nickel, un mélange résultant a été décanté en couches, et les couches ont été séparées pour obtenir une phase organique contenant du nickel et un raffinat contenant des impuretés.

[0057] (6) Rétro-extraction : une solution de H_2SO_4 à 5 mol/L a été ajoutée à la phase organique contenant du nickel obtenue à l'étape (5) pour la rétro-extraction du nickel afin d'obtenir

une solution de sulfate de nickel de qualité batterie.

[0058] Comme déterminé, 66,72 g de rouge de fer (calculé sur la base du fer) et 18,65 g de sulfate de nickel (calculé sur la base du nickel) ont été obtenus, ce qui indique un taux de lixiviation du fer de 93,12 % et un taux de lixiviation du nickel de 99,36 %.

[0059] La présente divulgation est décrite en détail en référence aux dessins et exemples qui l'accompagnent, mais la présente divulgation n'est pas limitée aux exemples susmentionnés. Dans le cadre des connaissances que possèdent par l'homme du métier, diverses modifications peuvent également être apportées sans s'écarter de l'objectif de la présente divulgation. En outre, les exemples de la présente divulgation ou les caractéristiques des exemples peuvent être combinés les uns avec les autres dans une situation non conflictuelle.

REVENDICATIONS :

1. Procédé de préparation de sulfate de nickel à partir de ferronickel, comprenant les étapes suivantes :

S1 : dans un environnement d'oxygène à haute pression, le mélange de ferronickel broyé avec de l'acide sulfurique, l'introduction d'un gaz de monoxyde de carbone pour permettre une réaction, et la réalisation d'une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration ;

S2 : l'ajout d'un agent oxydant au filtrat, et ensuite, l'ajout d'un agent précipitant, le contrôle du pH du filtrat et la réalisation d'une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité d'hydroxyde de fer ; et

S3 : la soumission du filtrat contenant du nickel à une extraction et à une rétro-extraction pour obtenir une solution de sulfate de nickel.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel en S1, la réaction est réalisée dans un espace fermé, le gaz de monoxyde de carbone est introduit par un fond du ferronickel broyé, et une concentration volumique du gaz de monoxyde de carbone dans l'espace fermé est contrôlée à $\leq 2,5 \%$.

3. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S1, la réaction est réalisée à une température comprise entre 40 °C et 200 °C.

4. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S1, l'acide sulfurique a une concentration de 3 mol/L à 8 mol/L.

5. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S1, la réaction est réalisée à une pression de 3,0 MPa à 6,5 MPa.

6. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S2, l'agent oxydant est un ou plusieurs agents sélectionnés parmi le groupe constitué du peroxyde d'hydrogène, de l'air comprimé, du chlore et du chlorate de sodium.

7. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S2, l'agent précipitant est un ou plusieurs agents sélectionnés parmi le groupe constitué de l'ammoniaque, de l'hydroxyde de sodium, du carbonate de sodium et du bicarbonate de sodium.

8. Procédé selon la revendication 1, dans laquelle, en S2, le pH est entre 3 et 3,5.

9. Procédé selon la revendication 1, dans lequel, en S3, un processus d'extraction et de rétro-extraction comprend : l'ajout d'un agent d'extraction au filtrat contenant du nickel pour l'extraction du nickel afin d'obtenir une phase organique contenant du nickel, et l'ajout d'une solution d'acide sulfurique à la phase organique contenant du nickel pour la rétro-extraction du nickel afin d'obtenir la solution de sulfate de nickel.

10. Procédé selon la revendication 9, dans laquelle, en S3, l'agent d'extraction est un ou plusieurs sélectionnés parmi le groupe constitué de P204, P507, DEHPA et Cyanex272.

1/1

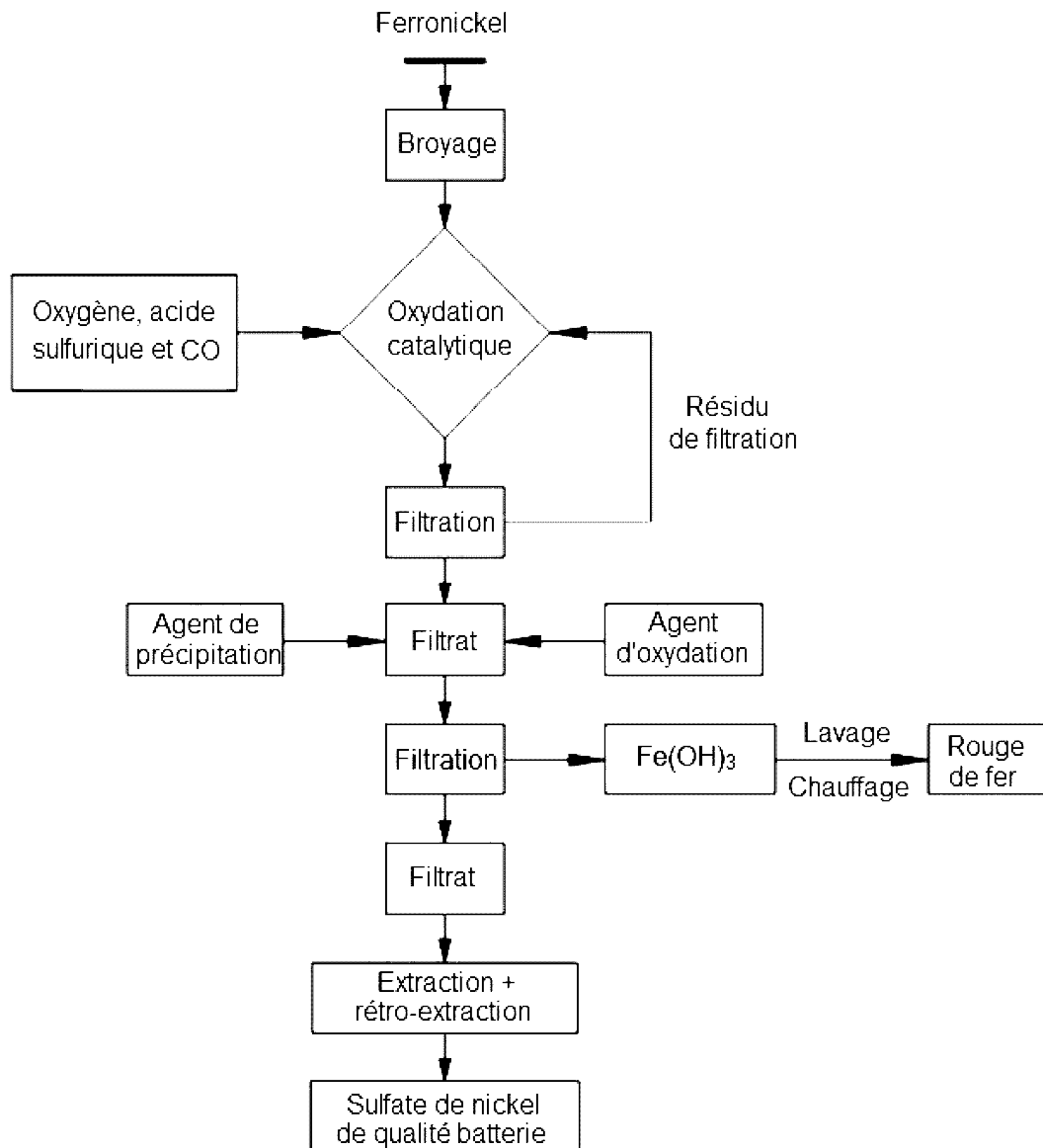
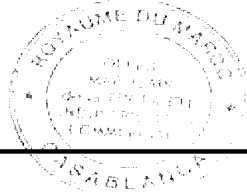


FIG. 1

**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 : 61513	Date de dépôt : 16/05/2022
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 : 27/06/2023
	Date de priorité: 25/08/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE SULFATE DE NICKEL À PARTIR DE FERRONICKEL	
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 : 07/12/2023
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
8 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01G53/10, C01G49/06

CPC : C01G49/02, C01G49/06, C01G53/003, C01G53/10

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 106829907 A (GUANGDONG JIANA ENERGY TECHNOLOGY CO., LTD. ET AL.) 13 juin 2017 (2017-06-13) les revendications 1 à 9, et la description, le paragraphe [0004]	1-10
Y	(WANG, Yaqin et al.), (Progresses in The Preparation Technologies of Nickel Sulfate for Industrial Use)", (Chemical Industry and Engineering Progress), vol 34, no. 8, 31 décembre 2015 (2015-12-31), pages 3085-3092 et page 3104	1-10
A	CN 109809502 A (JINCHUAN GROUP CO., LTD.) 28 mai 2019 (2019-05-28) document entier	1-10
A	CN 104745821 A (JIANGSU HENGJIA RENEWABLE RESOURCES CO., LTD.) 01 juillet 2015 (2015-07-01) 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 : CN106829907A

D2 : « Progresses in The Preparation Technologies of Nickel Sulfate for Industrial Use »

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 de la revendication 1, divulgue une méthode de préparation d'une solution de sulfate de nickel et de phosphate de fer de qualité batterie à partir de fonte brute contenant du nickel. La méthode comprend les étapes suivantes : séchage, broyage et tamisage de la fonte brute contenant du nickel ; à condition que la valeur du pH du filtrat soit maintenue par l'utilisation d'un précipitant, l'ajout d'un agent oxydant pour oxyder le fer ferreux dans le filtrat en même temps, le contrôle de la valeur du pH à 0,5-2,5, en augmentant la température de 30-80 DEG C, en filtrant et en lavant pour obtenir un filtrat contenant du nickel et un précipité de phosphate de fer ; et extraire le filtrat contenant du nickel, ajouter une solution de H₂ SO₄ et effectuer une rétro-extraction pour obtenir une solution de sulfate de nickel. L'acide mixte est mélangé à l'acide phosphorique et à l'acide chlorhydrique ou mélangé à l'acide phosphorique et à l'acide sulfurique, l'agent précipitant est de l'eau ammoniacale ou de l'hydroxyde de sodium, l'agent oxydant est du peroxyde d'hydrogène, de l'air comprimé ou du chlorate de sodium, et l'agent d'extraction est choisi parmi un ou un mélange de plus de deux P2 O₄, P5 O₇, DEHPA et Cynomex 272 (revendications 1 à 9).

Le document D2 divulgue la production de sulfate de nickel en prenant du nickel carbonyle comme matière première, et divulgue en particulier que le nickel carbonyle a une bonne vitesse de dissolution dans une solution acide diluée sous l'action d'un agent oxydant, et que le sulfate de nickel produit est d'une grande pureté (page 3086, section 1.2).

La revendication 1 diffère de la revendication D1 en ce que : la lixiviation acide est effectuée dans un environnement d'oxygène à haute pression, et du monoxyde de carbone est introduit ; l'acide est utilisé comme acide sulfurique pour la lixiviation acide afin d'obtenir un précipité d'hydroxyde ferrique.

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

L'art antérieur de D1 divulgue en outre que le nickel carbonyle est préparé par contact thermique avec du monoxyde de carbone (description, paragraphe [0004]), et D2 divulgue que le nickel carbonyle est dissous dans une solution acide diluée sous l'action d'un agent oxydant pour préparer le sulfate de nickel. Par conséquent, l'homme du métier concevrait facilement l'introduction de gaz de monoxyde de carbone pour réagir avec le ferronickel de manière à générer d'abord du nickel carbonyle et à réagir ensuite avec un acide dans des conditions d'oxydation pour préparer du sulfate de nickel, et l'effet technique du sulfate de nickel est facilement et raisonnablement escompté, l'environnement d'oxygène à haute pression est un environnement d'oxydation conventionnel, l'homme du métier peut facilement sélectionner le type d'acide en fonction du type de produit cible, l'acide sulfurique est un acide courant dans l'état de la technique, et l'homme du métier peut facilement sélectionner et utiliser l'acide, de sorte que le précipité d'hydroxyde ferrique correspondant est obtenu.

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.

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 et 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.