

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61687 A1** (51) Cl. internationale : **C01G 53/00; H01M 10/0525; C01G 53/006; H01M 4/505**
- (43) Date de publication : **29.12.2023**

-
- (21) N° Dépôt : **61687**
- (22) Date de Dépôt : **29.12.2021**
- (30) Données de Priorité : **01.04.2021 CN 202110354586.1**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2021/142502 29.12.2021**
- (71) Demandeur(s) :
- **Guangdong Brunp Recycling Technology Co., Ltd, No. 6 Zhixin Avenue Leping Town Shanshui District Foshan, Guangdong 528137 (CN)**
 - **Hunan Brunp Recycling Technology Co., Ltd., No. 018 Jinsha E. Road Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**
 - **HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO., LTD., No. 018, Jinsha East Road, Jinzhou New District, Changsha City, Hunan 410600 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **RUAN, Dingshan ; LI, Changdong ; LI, Weiquan ; LIU, Genghao ; LIN, Hongjia**
- (74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)**

-
- (54) Titre : **PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UN PRÉCURSEUR TERNAIRE À HAUTE TENEUR EN NICKEL ET UTILISATION ASSOCIÉE**
- (57) Abrégé : Sont divulgués un procédé de préparation d'un précurseur ternaire à haute teneur en nickel et l'utilisation associée. Le procédé de préparation comprend : dans certaines conditions, l'introduction simultanée d'une liqueur alcaline et d'une solution de sel métallique pour une réaction de précipitation pour obtenir des particules ayant un D50 allant de 7,0 à 15,0 µm, puis l'introduction de germes cristallins, le réglage du D10 des particules allant de 2,0 à 7,0 µm, puis l'arrêt de l'introduction des germes cristallins, l'introduction continue de la liqueur alcaline et de la solution de sel métallique, la collecte de la substance de trop-plein et, lorsque la taille des particules augmente jusqu'à D50 allant de 7,0 à 15,0 µm, la répétition de l'opération d'ajout des germes cristallins, de collecte continue de la substance de trop-plein et enfin, le lavage, le séchage et le tamisage de la substance

collectée de façon à obtenir un précurseur ternaire à haute teneur en nickel. Dans la présente invention, les germes cristallins sont utilisés pour ajuster la taille des particules, de façon que la taille des particules soit maintenue dans une large distribution appropriée, la masse volumique apparente du précurseur est améliorée ; et un procédé de production continue-intermittente par addition intermittente de germes cristallins et décharge continue est utilisé, de façon à assurer la constance de hauteur d'un environnement de croissance de particules dans le processus de production et les défauts provoqués par la fluctuation environnementale dans les grains cristallins sont réduits.

طريقة تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل (Ni) واستخدامها)

الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بالكشف عن طريقة تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية-بالنيكل واستخدامها. تتضمن طريقة التحضير الخطوات التالية: في ظل ظروف محددة، التغذية بمحلول قلوي ومحلول ملح معدني في وقت واحد لإحداث تفاعل ترسيب للحصول على جسيمات بمتوسط حجمي للجسيم D50 يتراوح من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر ؛ تغذية بلورة بذرية بشكل مستمر، وبعد المتوسط الحجمي للجسيم D10 يتم ضبط حجم الجسيمات من 2.0 ميكرو متر إلى 7.0 ميكرو متر، يتم إيقاف تغذية البلورة البذرية؛ ويتم تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني على نحو مستمر، وجمع مادة فائضة؛ وعندما ينمو حجم الجسيم إلى المتوسط الحجمي للجسيم D50 أي من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر مرة أخرى، يتم تكرار العملية المذكورة أعلاه الخاصة بإضافة بلورة بذرية، وجمع مادة فائضة بشكل مستمر؛ وغسل وتجهيف وغرلة المواد المجمعة للحصول على المادة المنتجة لغيرها ثلاثية العناصر الغنية-بالنيكل. في الكشف الحالي، يتم استخدام بلورة بذرية لضبط حجم للجسيم، بحيث يتم الاحتفاظ بحجم الجسيم عند توزيع واسع مناسب ويتم تحسين الكثافة الظاهرية للمادة المنتجة لغيرها؛ وقد تم اعتماد عملية الإنتاج المستمر على دفعات لتغذية بلورة بذرية على دفعات والتفريغ المستمر لضمان بيئة نمو عالية الثبات للجسيمات في عملية إنتاج وتقليل العيوب داخل الحبيبات البلورية التي تسببها التقلبات البيئية.

(طريقة تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل (Ni) واستخدامها)

الوصف الكامل

المجال التقني:

[0001] ينتمي الكشف الحالي إلى المجال التقني لمواد كاثود بطارية الليثيوم أيون (LIB)، ويتعلق

5 تحديدًا بطريقة تحضير المادة المنتجة لغيرها ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل واستخدامها.

الخلفية التقنية:

[0002] في السنوات الأخيرة، مع تعميم المركبات الجديدة بالطاقة الكهربائية، هناك متطلبات

أعلى وأعلى لنطاق الترحال الخاص بالمركبات الكهربائية. تعتبر الطريقة الأساسية لزيادة نطاق

الترحال هو زيادة كثافة الطاقة لبطارية قدرة محمولة بواسطة سيارة ذاتية الحركة. في الوقت الذي لا

10 يوجد فيه تَقْدُّم كبير بنظام البطارية، فإن زيادة سعة البطارية لكل وحدة حجم هي محور البحث

الحالي واتجاه التطوير. بناءً على ذلك، هناك متطلبات أعلى وأعلى تتعلق بالكثافة المضغوطة (CD)

لمادة كاثود نشطة ببطارية، وترتبط الكثافة المضغوطة الخاصة بمادة الكاثود ارتباطاً مباشراً بالكثافة

المضغوطة للمادة المنتجة لغيرها. لذلك، يجب أن تحتوي المادة المنتجة لغيرها على كثافة مضغوطة

عالية، ويجب أن تتمتع الجسيمات الموجودة في المادة المنتجة لغيرها بقوة هيكلية عالية عند الحاجة

15 إلى تحمل ضغط مرتفع، وبالتالي منع الجسيمات من السحق وفقدان النشاط. بالإضافة إلى ذلك،

فإن مواد الكاثود الغنية بالنيكل تكون أكثر عرضة للتمزق والتدهور أثناء عمليات الدفنة والدوران

مقارنة بالمواد التقليدية. أظهرت الدراسات أن صدع جسيم المادة بسبب التفاعلات الفيزيائية

والكيميائية يرتبط أيضاً بالقوة الفيزيائية للمادة المنتجة لغيرها، وبالتالي يمكن أن يساعد تحسين الأداء

الفيزيائي المضاد لتكسير المادة المنتجة لغيرها أيضاً في تحسين مشكلة صدع هذه المواد.

20 [0003] في السابق، لم تجذب الكثافة المضغوطة للمادة المنتجة لغيرها الكثير من الاهتمام في

الصناعة ولم يتم استخدامها أيضاً كمؤشر جودة لتوريد المنتج. في الوقت الحالي، من أجل تلبية

الهدف عالي السعة، يتم وضع متطلبات أعلى وأعلى على الكثافة المضغوطة والأداء المضاد لتكسير المادة المنتجة لغيرها الغنية بالنيكل أثناء استخدام المادة ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل. لم تعد المنتجات التي يتم إنتاجها بالطرق التقليدية قادرة على تلبية متطلبات المواد المنتجة لغيرها الغنية بالنيكل في هذا الجانب.

- 5 [0004] يمكن اعتبار جسيم واحد لمادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر كجسيم ثانوي كروي متعدد البلورات تكون من خلال تكديس حبيبات بلورية أولية متعددة. يشكل سطح التلامس المباشر بين الحبيبات البلورية الأولية حدودًا للحبة، وتشكل منطقة عدم التلامس مسامًا. عندما يتم تطبيق ضغط متزايد على جسيم مادة منتجة لغيرها، يزداد الإجهاد بعد ضغط الجسيم، ويتركز الضغط باستمرار عند عيب شبكي في حبة بلورية؛ عندما يتم الوصول إلى حد الإجهاد، يتم تشكيل الخلاع؛ وعندما يتم تطبيق الضغط بشكل مستمر، ينزلق الخلاع في الحبة البلورية، مما يتسبب في انتشار الخلاع والنمو ليشكل نطاق للانزلاق. يعد حد حبيبة واحداً من أكبر العوائق التي تحول دون حركة الخلاع، وبالتالي لا يمكن لنطاق انزلاقي بالحبة البلورية أن ينتقل عبر حدود حبيبة إلى حبيبة بلورية مجاورة. لنقل الخلاع إلى حبيبة بلورية مجاورة، يجب بدء مصدر الخلاع في حبيبة بلورية مجاورة لتوليد نطاق انزلاقي جديد. يؤدي انتشار نطاق انزلاقي بين الحبيبات البلورية في النهاية إلى صدع الجسيم متعدد البلورات. يمكن ملاحظة أن زيادة عدد حدود الحبيبة هي وسيلة مهمة لتحسين الأداء المضاد لتكسير المادة. علاوة على ذلك، فإن المسام المناسبة داخل جسيمات المواد ستوفر حيز عازل معين للجسيمات بحيث تخضع لتشوه مرن تحت ضغط. ومع ذلك، عندما يستمر الضغط في الزيادة ويتجاوز حد المرونة، تخضع المادة لتشويه لدن حتى يحدث الخلاع، مما يؤدي أيضًا إلى صدع الجسيمات. يمكن ملاحظة أن المسامية المناسبة يمكن أن توفر تأثيرًا عازلاً معينًا عندما يكون الجسيم تحت ضغط، ولكن ليس ذلك هو الخيار الأفضل. من ناحية أخرى، مع زيادة المسام، ينخفض وزن الجسيم، مما يقلل بشكل مباشر من الكثافة المضغوطة للمادة. من ناحية أخرى، يكون
- 10
- 15
- 20

الحجم الداخلي للجسيم محدودًا، وعندما تزداد المسام، سينخفض عدد حدود الحبيبة وفقًا لذلك، مما يجعل الجسيم أكثر عرضة للصدع.

[0005] بالنسبة للعديد من الجسيمات متعددة البلورات الثانوية، فإن توزيع حجم الجسيم خاصتها لا يكون مركزًا قدر الإمكان، لأن الجسيمات المنتظمة يصعب تكوينها بشكل كثيف التراص وسيكون للجسيمات مسام كبيرة. من ناحية أخرى، سيتم زيادة الحجم العياني للمسحوق، وهو ما لا يفضي إلى تحسين الكثافة المضغوطة. من ناحية أخرى، بعد ضغط المسحوق، هناك عدد قليل من نقاط التلامس بين الجسيمات، مما يؤدي بسهولة إلى تركيز الإجهاد ولا يؤدي إلى تحسين مقاومة انضغاط الجسيمات.

الكشف عن الاختراع:

[0006] يهدف الكشف الحالي إلى حل واحدة على الأقل من المشاكل الفنية الموجودة في الحالة التقنية الصناعية السابقة. في ضوء ذلك، يوفر الكشف الحالي طريقة لتحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية-بالنيكل واستخدامها، والتي يمكن أن تفي بمتطلبات المادة المنتجة لغيرها الغنية-بالنيكل من حيث كثافتها المضغوطة وتزيد أيضًا من الأداء المضاد لتكسير جسيمات المادة المنتجة لغيرها.

[0007] وفقًا لأحد جوانب الكشف الحالي، يتم توفير طريقة لتحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية-بالنيكل، تتضمن الخطوات التالية:

[0008] خطوة 1: تحضير ملح النيكل وملح الكوبالت وملح المنغنيز في محلول ملح معدني؛

[0009] خطوة 2: في جو خامل، تسخين وتغذية ماء الأمونيا، وتغذية محلول قلوي لضبط الرقم الهيدروجيني، وتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لتفاعل ترسيب للحصول على جسيمات بمتوسط حجمي للجسيم D50 يتراوح من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر؛

[0010] خطوة 3: التغذية المستمرة لبلورة بذريّة، وبعد المتوسط الحجمي للجسيم D10 يتم ضبط الجسيمات إلى 2.0 ميكرو متر إلى 7.0 ميكرو متر، مع إيقاف تغذية البلورة البذريّة؛ التغذية المستمرة للمحلول القلوي ومحلول الملح المعدني، وجمع المواد الفائضة؛ وعندما ينمو حجم الجسيم إلى متوسط حجمي للجسيم D50 من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر مرة أخرى، تُكرر العملية المذكورة أعلاه الخاصة بإضافة البلورة البذريّة، وجمع المادة الفائضة باستمرار؛ 5

[0011] خطوة 4: غسل وتجفيف وغرلة المواد التي تم جمعها للحصول على مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية-بالنيكل.

[0012] في بعض التطبيقات المفضلة للكشف الحالي، في خطوة 2، قد يكون للجسيمات التي تم الحصول عليها حجم للجسيم عند D50 يتراوح من 8.0 ميكرو متر إلى 12.0 ميكرو متر؛ في خطوة 3، يمكن تغذية البلورة البذريّة لضبط الجسيمات عند متوسط حجمي للجسيم D10 يتراوح من 2.0 ميكرو متر إلى 5.0 ميكرو متر؛ وفي خطوة 3، عندما ينمو حجم الجسيم إلى المتوسط الحجمي للجسيم D50 من 8.0 ميكرو متر إلى 12.0 ميكرو متر مرة أخرى، يمكن تكرار العملية المذكورة أعلاه لإضافة بلورة بذريّة.

[0013] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، قد تتضمن طريقة التحضير أيضًا عملية لتحضير البلورة البذريّة: إضافة الماء إلى مفاعل البلورة البذريّة، وإدخال غاز حامل، وبدء التقليب والتسخين؛ والتغذية بماء الأمونيا، والتغذية بمحلول قلوي لضبط الرقم الهيدروجيني، وتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لتفاعل الترسيب؛ واستمرار التغذية، وبعد أن ينمو حجم الجسيم من 2 ميكرو متر إلى 7 ميكرو متر وعلى نحو مفضل من 2 ميكرو متر إلى 5 ميكرو متر، يتم إيقاف التغذية للحصول على البلورة البذريّة، والتي يتم خلالها ترشيح مادة طافية في مفاعل البلورة البذريّة للحفاظ على ثبات مستوى السائل، ويتم تركيز المادة باستمرار، وتستمر الجسيمات في النمو. 20

[0014] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، أثناء عملية تحضير البلورة البذريّة، يمكن إجراء التقليل بسرعة تتراوح من 150 دورة في الدقيقة إلى 300 دورة في الدقيقة؛ حيث يمكن إجراء التسخين عند 50 درجة مئوية إلى 80 درجة مئوية؛ قد يكون لماء الأمونيا في مفاعل البلورة البذريّة تركيز من 0 جم / لتر إلى 10 جم / لتر؛ ويمكن تعديل الرقم الهيدروجيني من 11.0 إلى 13.0.

5 [0015] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، بعد تعديل الرقم الهيدروجيني، يمكن أولاً إضافة البلورة البذريّة، ومن ثم يمكن تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في نفس الوقت لتفاعل الترسيب؛ وقد يتراوح حجم جسيم البلورة البذريّة من 2 ميكرو متر إلى 7 ميكرو متر. يمكن تحضير المادة المنتجة لغيرها عن طريق نمو البلورة البذريّة.

10 [0016] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 1، قد يكون للمادة المنتجة لغيرها ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل بصيغة هيكلية عامة هي $Ni_xCo_yMn_{1-x-y}(OH)_2$ ، حيث $x > 0.6$ و $x > 1$ ، $y > 0.4$ و $x + y < 1$.

15 [0017] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 4، قد يكون للمادة المنتجة لغيرها ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل بحجم للجسيم D10 يتراوح من 2.0 ميكرو متر إلى 7.0 ميكرو متر، وحجم جسيم D50 من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر، وحجم للجسيم D90 من 12.0 ميكرو متر إلى 20.0 ميكرو متر.

[0018] في بعض التطبيقات المفضلة للكشف الحالي، قد يكون للمادة المنتجة لغيرها ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل بحجم للجسيم D10 من 2.0 ميكرو متر إلى 5.0 ميكرو متر، وحجم للجسيم D50 من 8.0 ميكرو متر إلى 12.0 ميكرو متر، وحجم للجسيم D90 من 18.0 ميكرو متر إلى 20.0 ميكرو متر.

20 [0019] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، يمكن إجراء التقليل المستمر أثناء العملية الكاملة لتفاعل الترسيب بسرعة من 150 دورة في الدقيقة إلى 250 دورة في الدقيقة.

[0020] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، يمكن إجراء التقليل بسرعة 150 دورة في الدقيقة إلى 250 دورة في الدقيقة.

[0021] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، يمكن إجراء التسخين عند 50 درجة مئوية إلى 80 درجة مئوية.

5 [0022] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، قد يحتوي ماء الأمونيا على تركيز من 0 جم / لتر إلى 10 جم / لتر.

[0023] في بعض تطبيقات الكشف الحالي، في خطوة 2، يمكن تعديل الرقم الهيدروجيني من 11.0 إلى 13.0.

[0024] يوفر الكشف الحالي أيضًا استخدام طريقة التحضير الموصوفة أعلاه في تحضير بطاريات الليثيوم أيون LIBs . 10

[0025] وفقًا لتطبيق مفضل بالكشف الحالي، يكون للكشف الحالي التأثيرات المفيدة التالية على الأقل:

[0026] 1. يعتمد الكشف الحالي بلورة بذريّة لضبط حجم للجسيم، بحيث يتم الاحتفاظ بحجم الجسيم في توزيع واسع مناسب، مما يحسن الكثافة الظاهرية للمادة المنتجة لغيرها ويعزز الأداء المقاوم للتكسير. علاوة على ذلك، تتجنب بلورة بذريّة لها حجم منتظم للجسيم أيضًا توليد مسحوق دقيق بسبب تعديل حجم الجسيم في عملية الإنتاج المستمرة التقليدية. 15

[0027] 2. يعتمد الكشف الحالي عملية إنتاج مستمرة على دفعات لتغذية بلورة بذريّة على دفعات وتفرغ مستمر لضمان بيئة نمو عالية الثبات للجسيمات في عملية إنتاج وتقليل العيوب داخل الحبيبات البلورية التي تسببها التقلبات البيئية.

[0028] 3. يستخدم الكشف الحالي نطاق لرقم هيدروجيني أعلى من النطاق التقليدي لتنقية الحبيبات البلورية الأولية للمادة المنتجة لغيرها، مما يزيد من عدد حدود الحبيبة ويحسن الأداء المقاوم لتكسير جسيمات المادة المنتجة لغيرها.

[0029] 4. يعتمد الكشف الحالي على التقليب عالي السرعة لتقليل إنتاج المسام داخل الجسيمات وزيادة كثافة الجسيمات. علاوة على ذلك، يعمل التقليب عالي السرعة على تحسين كروية الجسيمات، كما تساعد كروية عالية على زيادة منطقة التلامس بين الجسيمات تحت الضغط وتقليل تركيز الإجهاد.

وصف مختصر للأشكال

[0030] يتم وصف الكشف الحالي بشكل أكبر أدناه بالإشارة إلى الرسومات والأمثلة المرافقة.

[0031] شكل 1 هو مخطط انسيابي للعملية وفقاً للكشف الحالي؛

[0032] شكل 2 هو رسم بياني يوضح الكثافة المضغوطة للمادة المنتجة لغيرها في المثالين 1 و 2 والأمثلة المقارنة 1 و 2؛

[0033] شكل 3 هو صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) للمادة المنتجة لغيرها في المثال 1؛ و

[0034] شكل 4 هو صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح SEM لمقطع عرضي للمادة المنتجة لغيرها في المثال 1.

الوصف التفصيلي

[0035] يتم وصف المفاهيم والتأثيرات التقنية للكشف الحالي بشكل واضح وكامل أدناه بالاقتراح مع الأمثلة، وذلك للسماح بفهم أهداف وميزات وتأثيرات الكشف الحالي بشكل كامل. على ما يبدو، فإن الأمثلة الموصوفة هي مجرد بعض وليس كل أمثلة الكشف الحالي. يجب أن تندرج جميع

5

10

15

20

الأمثلة الأخرى التي حصل عليها المتمرسون في المجال بناءً على أمثلة الكشف الحالي دون جهود إبداعية ضمن نطاق الحماية بالكشف الحالي.

[0036] مثال 1

[0037] في هذا المثال، تم تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل، وكانت عملية التحضير المحددة على النحو التالي: 5

[0038] خطوة 1: وفقاً لنسبة المعدن المولية وهي 0.82:0.12:0.06، تم تحضير كبريتات النيكل وكبريتات الكوبالت وكبريتات المنغنيز في محلول ملح معدني 1.6 مول / لتر للاستخدام لاحقاً.

[0039] خطوة 2: تحضير بلورة بذريّة: تمت إضافة الماء النقي إلى مفاعل بلورة بذريّة، وتم إدخال النيتروجين، وبدأ التقليب والتسخين بسرعة 220 دورة في الدقيقة وعند درجة حرارة 65 درجة مئوية؛ تمت تغذية ماء الأمونيا للحصول على تركيز للأمونيا بلغ 7.0 جم / لتر في المفاعل، وتم تغذية محلول قلوي لضبط الرقم الهيدروجيني إلى 11.6، وتم تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لتفاعل الترسيب، حيث تم الحفاظ على بيئة المفاعل ثابتة أثناء التغذية وتم ترشيح مادة طافية في المفاعل من خلال جهاز ترشيح دقيق المسام لجعل مستوى السائل في المفاعل ثابتاً بدرجة عالية؛ استمرت التغذية حتى نما حجم الجسم إلى 3.0 ميكرو متر للحصول على البلورة البذريّة، حيث تم تركيز مادة في المفاعل على نحو مستمر ونمت الجسيمات باستمرار؛ وأضيفت البلورة البذريّة للمادة المنتجة لغيرها المحضرة في خزان بلورة بذريّة لاستخدامها لاحقاً. 10

[0040] خطوة 3: نمو المادة المنتجة لغيرها (إضافة بلورة بذريّة للنمو): تمت إضافة ماء نقي إلى مفاعل بحجم ثلثي حجم المفاعل، وتم إدخال النيتروجين، وبدأ التقليب والتسخين بسرعة 180 دورة في الدقيقة ودرجة حرارة 65 درجة مئوية؛ تمت تغذية ماء الأمونيا لجعل تركيز الأمونيا في المفاعل يصل إلى 6.0 جم / لتر، ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي لضبط الرقم الهيدروجيني في 20

المفاعل إلى 11.5 ؛ تم تغذية المفاعل ببلورة بذريّة بحجم ثلث حجم المفاعل، ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد، حيث أدى تفاعل ترسيب أيونات المعدن على البلورة البذريّة إلى جعل جسيمات البلورة البذريّة تنمو؛ مع الاستمرار بالتغذية، حيث يتم الحفاظ على ثبات الرقم الهيدروجيني في المفاعل وتركيز الأمونيا وسرعة التقليب ودرجة الحرارة في المفاعل؛ وبعد ملء المفاعل، تدفقت المادة عبر منفذ الفائض، حيث تم التخلص من المادة الفائضة كمنتج غير مؤهل واستمرت الجسيمات في المفاعل في النمو.

[0041] خطوة 4: تعديل حجم الجسيم وجمع المواد: عندما تنمو الجسيمات في المفاعل إلى حجم للجسيم D50 بلغ 10.5 ميكرو متر، بدأت تغذية البلورة البذريّة، بعد انخفاض حجم جسيم المادة في المفاعل إلى D10 بمقدار 4.0، تم إيقاف تغذية البلورة البذريّة؛ نظرًا لتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني بشكل مستمر، استمرت البلورة البذريّة والجسيمات السابقة في النمو، وتم جمع المواد الفائضة في خزان للتعتيق؛ عندما نما حجم جسيم الي المتوسط الحجمي للجسيم D50 من الجسيمات في المفاعل إلى 10.5 ميكرو متر مرة أخرى، تم تغذية البلورة البذريّة مرة أخرى لتقليل حجم الجسيم؛ تكررت العملية المذكورة أعلاه باستمرار، وتم جمع المواد الفائضة وغسلها وتخفيفها وغربلتها باستمرار للحصول على منتج نهائي من مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل وغربلتها باستمرار للحصول على منتج نهائي من مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل وهي $Ni_{0.82}Co_{0.12}Mn_{0.06}(OH)_2$. تم الحفاظ على حجم للجسيم بجسيمات المفاعل في توازن ديناميكي من خلال تغذية البلورة البذريّة على دفعات، وتم الحفاظ دائمًا على حجم الجسيم ضمن النطاق المستهدف. تم الاحتفاظ بحجم الجسيم عند D50 أي عند حوالي 10.0 ميكرو متر في هذا المثال.

[0042] مثال 2

[0043] في هذا المثال، تم تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل، وكانت عملية التحضير المحددة على النحو التالي:

[0044] خطوة 1: وفقاً لنسبة المعدن المولية وهي 0.90:0.07:0.03، تم تحضير كبريتات النيكل وكبريتات الكوبالت وكبريتات المنغنيز في محلول ملح معدني تركيز 1.8 مول / لتر للاستخدام لاحقاً.

[0045] خطوة 2: تحضير بلورة بذريّة: تمت إضافة الماء النقي إلى مفاعل بلورة بذريّة، وتم إدخال النيتروجين، وبدأ التقليب والتسخين بسرعة 240 دورة في الدقيقة ودرجة حرارة 70 درجة مئوية؛ تمت التغذية بماء الأمونيا للحصول على تركيز للأمونيا بلغ 5.0 جم / لتر في المفاعل، وتم تغذية محلول قلوي لضبط الرقم الهيدروجيني إلى 12.0، وتم التغذية بالمحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لإحداث تفاعل ترسيب، حيث تم الحفاظ على بيئة المفاعل ثابتة أثناء التغذية وتم ترشيح مادة طافية في المفاعل من خلال جهاز ترشيح دقيق المسام لجعل مستوى السائل في المفاعل ثابتاً بدرجة عالية؛ استمرت التغذية حتى نما حجم الجسم إلى 4.0 ميكرو متر للحصول على البلورة البذريّة، حيث تم تركيز مادة في المفاعل على نحو مستمر ونمت الجسيمات باستمرار؛ وأضيفت البلورة البذريّة للمادة المنتجة لغيرها المحضرة في خزان بلورة بذريّة لاستخدامها لاحقاً.

[0046] خطوة 3: نمو المادة المنتجة لغيرها (النمو المباشر): تمت إضافة ماء نقي إلى مفاعل بحجم ثلثي حجم المفاعل، وتم إدخال النيتروجين، وبدأ التقليب والتسخين بسرعة 220 دورة في الدقيقة ودرجة حرارة 70 درجة مئوية؛ تمت تغذية ماء الأمونيا لجعل تركيز الأمونيا في المفاعل يصل إلى 5.0 جم / لتر، ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي لضبط الرقم الهيدروجيني في المفاعل إلى 12.2؛ ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لإحداث تفاعل ترسيب، مع الاستمرار بعملية التغذية، تم الحفاظ على ثبات الرقم الهيدروجيني في المفاعل وتركيز الأمونيا وسرعة التقليب ودرجة الحرارة في المفاعل؛ وبعد ملء المفاعل، تدفقت المادة عبر منفذ الفائض، حيث تم التخلص من المادة الفائضة كمنتج غير مؤهل واستمرت الجسيمات في المفاعل في النمو.

[0047] خطوة 4: تعديل حجم الجسيم وجمع المواد: عندما تنمو الجسيمات في المفاعل إلى حجم للجسيم D50 بلغ 10.0 ميكرو متر، بدأت تغذية البلورة البذريّة، بعد انخفاض حجم جسيم المادة في المفاعل إلى D10 بمقدار 4.0، تم إيقاف تغذية البلورة البذريّة؛ نظرًا لتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني بشكل مستمر، استمرت البلورة البذريّة والجسيمات السابقة في النمو، وتم جمع المواد الفائضة في خزان للتعتيق؛ عندما نما حجم جسيم الي المتوسط الحجمي للجسيم D50 من الجسيمات في المفاعل إلى 10.0 ميكرو متر مرة أخرى، تم تغذية البلورة البذريّة مرة أخرى لتقليل حجم الجسيم؛ تكررت العملية المذكورة أعلاه باستمرار، وتم جمع المواد الفائضة وغسلها وتخفيفها وغربلتها باستمرار للحصول على منتج نهائي من مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل وهي $Ni_{0.90}Co_{0.07}Mn_{0.03}(OH)_2$. تم الحفاظ على حجم للجسيم للجسيمات في المفاعل في توازن ديناميكي من خلال تغذية البلورة البذريّة على دفعات، وتم الحفاظ دائمًا على حجم الجسيم ضمن النطاق المستهدف. تم الاحتفاظ بحجم الجسيم D50 أي عند حوالي 9.8 ميكرو متر في هذا المثال.

[0048] مثال مقارن 1

[0049] في هذا المثال المقارن، تم تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل، والذي يختلف عن المثال 2 حيث لم تتم إضافة بلورة بذرية لضبط حجم الجسيم. كانت عملية التحضير المحددة على النحو التالي:

[0050] خطوة 1: وفقًا لنسبة المعدن المولية التي تبلغ 0.90 : 0.07 : 0.03، تم تحضير كبريتات النيكل وكبريتات الكوبالت وكبريتات المنغنيز في 1.8 مول / لتر من محلول ملح معدني للاستخدام لاحقًا.

[0051] خطوة 2: تم إضافة الماء النقي إلى مفاعل بحجم يمثل ثلثي حجم المفاعل، ويتم إدخال النيتروجين، ويبدأ التقليب والتسخين بسرعة 220 دورة في الدقيقة وعند درجة حرارة 70 ؛ تمت

تغذية ماء الأمونيا لجعل تركيز الأمونيا في المفاعل يصل إلى 5.0 جم / لتر، ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي لضبط الرقم الهيدروجيني في المفاعل إلى 12.2؛ ومن ثم تمت تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد بغرض احداث تفاعل الترسيب؛ تم الاستمرار بعملية التغذية، حيث يتم الحفاظ على ثبات الرقم الهيدروجيني في المفاعل وتركيز الأمونيا وسرعة التقلب ودرجة الحرارة في المفاعل؛ وبعد ملء المفاعل، تدفقت المادة عبر منفذ الفائض، حيث تم التخلص من مادة الفائض كمنتج غير مؤهل واستمرت الجسيمات في المفاعل في النمو.

[0052] خطوة 3: عندما ينمو حجم جسيم الجسيمات في المفاعل إلى D50 بمقدار 10.0 ميكرو متر، تمت زيادة الرقم الهيدروجيني أو سرعة التقلب لإنتاج جسيمات صغيرة من المادة في المفاعل وذلك لتقليل حجم الجسيم، والذي يتحكم في حجم الجسيم D50 عند حوالي 10.0 ميكرو متر؛ وتدفقت المادة الموجودة داخل المفاعل في خزان للتعتيق، ومن ثم تم غسلها وتخفيفها وغربلتها للحصول على منتج نهائي من مادة منتجة لغيرها ثلاثية العناصر غنية بالنيكل $.Ni_{0.90}Co_{0.07}Mn_{0.03}(OH)_2$

[0053] مثال مقارنة 2

[0054] كان هذا المثال المقارن للمادة المنتجة لغيرها التجارية 811 التي تنتجها شركة .Guangdong Brunp recycling Technology Co., Ltd 15

[0055] مثال الاختبار

[0056] في مثال الاختبار هذا، تم اختبار حجم الجسيم وكثافة المادة المرصوفة (TD) والكثافة المضغوطة للمواد المنتجة لغيرها بالأمثلة 1 و 2 والأمثلة المقارنة 1 و 2، وتم عرض النتائج في الجدول 1 أدناه.

[0057] جدول 1 20

CD	TD	D90	D50	D10	عينة
----	----	-----	-----	-----	------

(جم / سم ³)	(جم / سم ³)	(ميكرو متر)	(ميكرو متر)	(ميكرو متر)	
3.46	2.12	18.57	10.05	4.35	مثال 1
3.49	2.15	19.02	9.86	4.23	مثال 2
3.12	1.98	16.52	10.10	6.33	مثال مقارنة 1
3.18	2.07	16.02	10.28	5.85	مثال مقارنة 2

[0058] وفقاً للبيانات الواردة في الجدول 1، يبلغ المتوسط الحجمي للجسيم عند D50 بالمثالين 1 و 2 والأمثلة المقارنة 1 و 2 حوالي 10 ميكرو متر؛ وكان المتوسط الحجمي للجسيم عند D10 لكل من الأمثلة 1 و 2 أصغر من الأمثلة المقارنة من 1 إلى 2، وكان المتوسط الحجمي للجسيم عند D90 أكبر من الأمثلة المقارنة من 1 إلى 2؛ وكانت توزيعات حجم الجسيم بالأمثلة أوسع من الأمثلة المقارنة. يعتبر كل من TD و CD للمثال أكبر بكثير من ما هي عليه بالمثال المقارن، مما يشير إلى أن توزيع حجم الجسيم وقوة جسيم المادة المنتجة لغيرها بالكشف الحالي يمكن أن يحسن بشكل كبير من TD و CD للجسيمات.

5

[0059] الشكل 1 عبارة عن مخطط انسيابي للعملية بالكشف الحالي، حيث يتم تحضير بلورة بذرية لمادة منتجة لغيرها في مفاعل بلورة بذرية ومن ثم إضافتها إلى خزان البلورة البذرية لاستخدامها لاحقاً؛ تُستخدم البلورة البذرية للمادة المنتجة لغيرها بشكل أساسي لضبط حجم جسيم المادة المنتجة لغيرها في مفاعل؛ حيث تنمو المادة المنتجة لغيرها في المفاعل ويتم ضبط حجم للجسيم من خلال البلورة البذرية؛ وبعد الوصول إلى حجم الجسيم المستهدف، حيث يتم جمع مادة فائضة في خزان للتعتيق، ومن ثم يتم ترشيحها وغسلها وتجفيفها وغربلتها للحصول على المنتج النهائي للمادة المنتجة لغيرها.

10

[0060] الشكل 2 عبارة عن رسم بياني يوضح الكثافة المضغوطة للمواد المنتجة لغيرها في المثالين 1 و 2 وفي الأمثلة المقارنة. من أجل التحقق من الأداء المضاد لتكسير المواد، خضعت المواد المنتجة لغيرها لاختبار التكسير بالضغط على آلة قياس الكثافة المضغوطة، مع أقصى مقاومة للخضوع محددة إلى 380 ميغا باسكال. يمكن ان يتضح من الشكل 2 أنه، تحت نفس الضغط، تحتوي المواد المنتجة لغيرها التي تم الحصول عليها في المثالين 1 و 2 على كثافة مضغوطة أعلى من عينة المادة المنتجة لغيرها التقليدية، مما يشير إلى أن جسيمات المادة المنتجة لغيرها في المثالين 1 و 2 لها كثافة ظاهرية أكبر ومقاومة أفضل للضغط. إن نقاط انتقال الانضغاط بالمثالين 1 و 2 هي 18.04 ميغا باسكال و 16.08 ميغا باسكال، وهي أعلى بكثير من نقطة انتقال الانضغاط بالمثال المقارن (13.20 ميغا باسكال)، مما يشير إلى أن الأداء المضاد للتكسير بالضغط في الأمثلة 1 و 2 يكون كبير جدًا مما هو عليه بالمادة المنتجة لغيرها بالمثال المقارن.

[0061] يمثل الشكل 3 صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لمادة منتجة لغيرها بالمثال 1، ويمكن أن نرى من الشكل أن جسيمات المادة المنتجة لغيرها عبارة عن جسيمات كروية منتظمة، وأن البلورات الصفحية تكون موزعة بالتساوي وبشكل كثيف على سطح الجسيمات.

[0062] الشكل 4 عبارة عن صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لمقطع عرضي للمادة المنتجة لغيرها في المثال 1، ويمكن أن نرى من الشكل أن الجزء الداخلي للجسيم يتكون من حبيبات بلورية أولية دقيقة، مع العديد من حدود الحبيبة الموزعة بالتساوي والمسام المناسبة. إن هذه البنية الداخلية ذات العديد من الحدود للحبيبة والمسام المناسبة والتوزيع الواسع لحجم الجسيم هي السبب الرئيسي للأداء البارز المضاد للتكسير.

[0063] تم وصف أمثلة الكشف الحالي بالتفصيل بالإشارة إلى الرسومات المصاحبة، لكن الكشف الحالي لا يقتصر على الأمثلة المذكورة أعلاه. في نطاق المعرفة التي يمتلكها أصحاب المهارة العادية في المجال التقني، يمكن أيضًا إجراء تغييرات مختلفة دون الخروج عن الغرض من الكشف

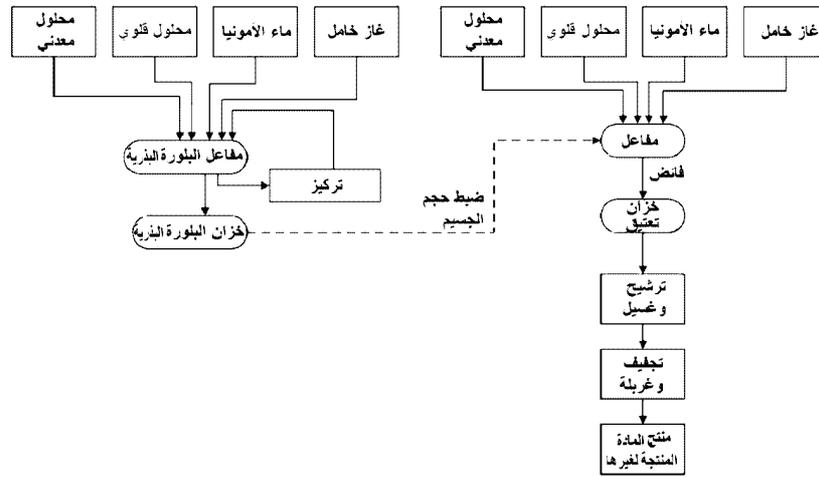
الحالي. بالإضافة إلى ذلك، يمكن دمج الأمثلة الموجودة في الكشف الحالي أو السمات الموجودة في الأمثلة مع بعضها البعض في حالة عدم التضارب.

عناصر الحماية

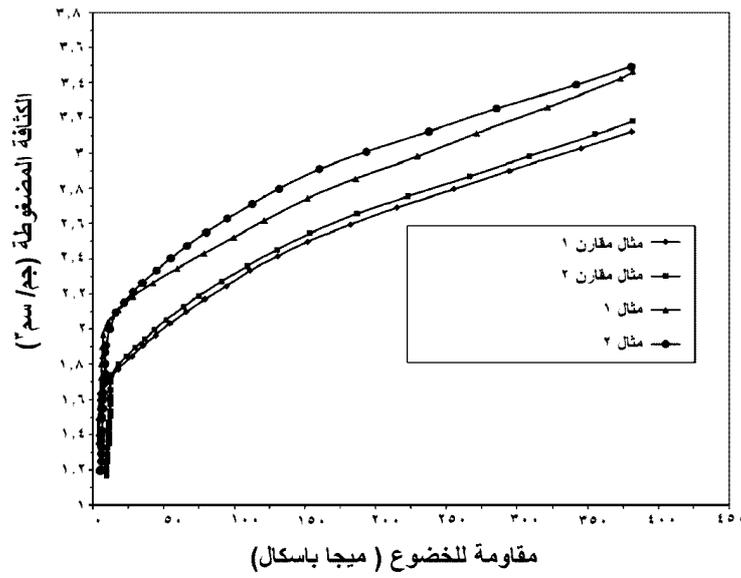
- 1 -1 طريقة تحضير مادة منتجة لغيرها ثلاثية غنية بالنيكل تتضمن الخطوات التالية: 1
- خطوة 1: تحضير ملح النيكل وملح الكوبالت وملح المنغنيز في محلول ملح معدني؛ 2
- خطوة 2: في جو خامل، تسخين وتغذية ماء الأمونيا، وتغذية محلول قلوي لضبط الرقم 3
- الهيدروجيني، وتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في وقت واحد لإحداث تفاعل 4
- ترسيب للحصول على جسيمات بمتوسط حجمي للجسيم عند D50 يتراوح من 7.0 ميكرو 5
- متر إلى 15.0 ميكرو متر؛ 6
- خطوة 3: التغذية المستمرة لبلورة بذريّة، وبعد المتوسط الحجمي للجسيم D10 يتم ضبط 7
- الجسيمات إلى 2.0 ميكرو متر إلى 7.0 ميكرو متر، مع إيقاف تغذية البلورة البذريّة؛ تتم 8
- التغذية المستمرة للمحلول القلوي ومحلول الملح المعدني، وجمع المادة الفائضة؛ وعندما ينمو 9
- حجم الجسيم إلى متوسط حجمي للجسيم D50 من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر 01
- مرة أخرى، تُكرر العملية المذكورة أعلاه الخاصة بإضافة بلورة بذريّة، وجمع المادة الفائضة على 11
- نحو مستمر؛ و 21
- خطوة 4: غسل وتجفيف وغرلة المواد التي تم جمعها للحصول على مادة منتجة لغيرها ثلاثية 31
- العناصر غنية-بالنيكل. 41
- 2 طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، تشتمل أيضاً على عملية تحضير البلورة البذريّة: 1
- إضافة الماء إلى مفاعل بلورة بذريّة، وإدخال غاز خامل، وبدء التقليب والتسخين؛ تغذية ماء 2
- الأمونيا، تغذية محلول قلوي لضبط الرقم الهيدروجيني، وتغذية المحلول القلوي ومحلول الملح 3
- المعدني في وقت واحد لتفاعل الترسيب؛ والاستمرار بالتغذية، وبعد أن ينمو حجم الجسيم إلى 4
- 2.0 ميكرو متر إلى 7.0 ميكرو متر، يتم إيقاف التغذية للحصول على البلورة البذريّة، والتي 5
- 6

- 7 يتم خلالها ترشيح مادة طافية في مفاعل البلورة البذريّة وذلك للحفاظ على مستوى السائل ثابتاً، يتم تركيز مادة على نحو مستمر، وتستمر الجسيمات في النمو.
- 1 3- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 2، بعد تعديل الرقم الهيدروجيني،
- 2 تتم إضافة البلورة البذريّة أولاً، ومن ثم يتم تغذية المحلول القلوي ومحلول الملح المعدني في نفس
- 3 الوقت من أجل تفاعل الترسيب؛ ويكون للبلورة البذرية حجم جسيمي يتراوح من 2.0 ميكرو
- 4 متر إلى 7.0 ميكرو متر.
- 1 4- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 4، يكون للمادة المنتجة لغيرها
- 2 ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل الصيغة البنائية العامة $\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y}(\text{OH})_2$ ، حيث $0.6 >$
- 3 $x > 1$ ، $y > 0.4$ و $x + y < 1$.
- 1 5- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 4، قد يكون للمادة المنتجة
- 2 لغيرها ثلاثية العناصر الغنية بالنيكل حجم للجسيم D10 يتراوح من 2.0 ميكرو متر إلى 7.0
- 3 ميكرو متر، وحجم للجسيم D50 من 7.0 ميكرو متر إلى 15.0 ميكرو متر، وحجم
- 4 للجسيم D90 من 12.0 ميكرو متر إلى 20.0 ميكرو متر.
- 1 6- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 2، يتم إجراء التقليب المستمر
- 2 أثناء العملية الكاملة لتفاعل الترسيب بسرعة 150 دورة في الدقيقة إلى 250 دورة في الدقيقة.
- 1 7- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 2، يتم إجراء التسخين عند 50
- 2 درجة مئوية إلى 80 درجة مئوية.
- 1 8- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 2، يتراوح تركيز ماء الأمونيا من
- 2 0 جم / لتر إلى 10 جم / لتر.

- 9- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في خطوة 2، يتم تعديل الرقم الهيدروجيني 1
- من 11.0 إلى 13.0. 2
- 10- استخدام طريقة التحضير وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 9 في تحضير بطاريات 1
- الليثيوم-أيون (LIBs). 2

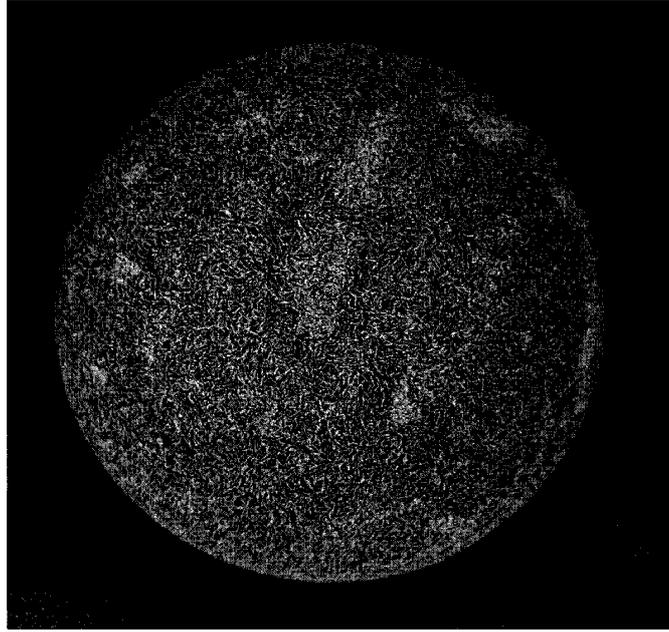


شكل ١

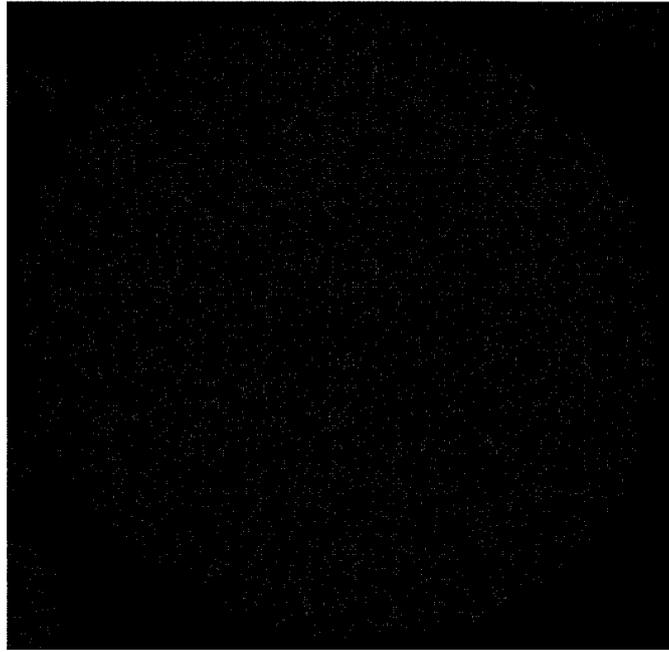


شكل ٢

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



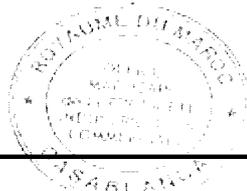
شكل ٣



شكل ٤

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

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 61687	Date de dépôt : 29/12/2021
	Date d'entrée en phase nationale : 06/07/2023
Déposant : Guangdong Brunp Recycling Technology Co., Ltd; Hunan Brunp Recycling Technology Co., Ltd. & HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO., LTD.	Date de priorité: 01/04/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UN PRÉCURSEUR TERNAIRE À HAUTE TENEUR EN NICKEL ET UTILISATION ASSOCIÉE	
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 : 14/12/2023
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
15 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
2 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 01G 53/00, H 01M 4/505, H01M 10/0525

CPC : C01G 53/006, C01P 2004/03, C01P 2004/61, H01M 10/0525, H01M 2004/028, H01M 4/505

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	CN109422297A (HUNAN SHANSHAN ENERGY TECHNOLOGY CO., LTD.) 05 mars 2019 (2019-03-05) Description, paragraphes 4-16	1-10
A	CN 108807968 A (CHINA ENFI ENGINEERING CORPORATION) 13 novembre 2018 (2018-11-13) document entier	1-10
A	CN 109311698 A (XIAMEN XIAWU NEW ENERGY MATERIAL CO., LTD.) 05 février 2019 (2019-02-05) 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 : CN109422297A

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 des revendications 1 à 10, et divulgue (voir description, paragraphes 4 à 16) : une méthode de régulation de la nucléation au cours d'un processus de cristallisation d'un précurseur de nickel-cobalt-manganèse, comprenant : (1) sous la protection de l'azote, la combinaison d'une solution de sel de nickel-cobalt-manganèse, d'une solution d'ammoniaque et d'une solution alcaline et l'ajout de ces solutions dans une cuve de réaction fermée remplie d'une solution de base pour l'agitation et la réaction [3] ;

(2) surveiller le D50 et la valeur de l'intervalle des particules générées dans la cuve de réaction, lorsque l'intervalle < 1 , ajouter une solution d'alimentation de nucléation dans la cuve de réaction pour poursuivre l'agitation et la réaction, surveiller en permanence la valeur de l'intervalle des particules générées dans la cuve de réaction, lorsque la valeur de l'intervalle atteint une valeur prédéfinie, arrêter l'ajout de la solution d'alimentation de nucléation, lorsque la valeur de l'intervalle est inférieure à la valeur prédéfinie, continuer à ajouter la solution d'alimentation de nucléation dans la marmite de réaction, mettre fin à la réaction lorsque le D50 des particules générées dans la marmite de réaction atteint une taille de particule cible et que la valeur de l'intervalle atteint la valeur prédéfinie, collecter les matériaux, puis effectuer un traitement ultérieur, de manière à obtenir un précurseur de nickel, de cobalt et de manganèse. La solution d'alimentation pour la nucléation est une solution mixte de la solution de sel de nickel-cobalt-manganèse et de la solution d'ammoniaque, et l'échelle = $(D90-D10)/D50$. La formule moléculaire du précurseur de

nickel-cobalt-manganèse est $\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Mn}_z(\text{OH})_2$, dans laquelle $x + y + z = 1$, $0,8 \leq x \leq 0,95$. La taille de particule cible pour le D50 est de 9-18 μm . À l'étape (2), lorsque $\text{span} < 1$ et que D50 est de 6-12 μm , la solution d'alimentation de nucléation est ajoutée à la bouilloire de réaction pour poursuivre l'agitation et la réaction.

Au fur et à mesure que la réaction se déroule, les petites particules générées dans la cuve de réaction augmentent progressivement, la sphéricité des particules devient de plus en plus complète, le nombre de petites particules diminue progressivement et le nombre de grosses particules augmente progressivement. Comme la valeur du pH du système de réaction est relativement faible et que la valeur de l'ammoniac est relativement élevée, la vitesse de nucléation est inférieure à la vitesse de croissance des particules, et la valeur de l'intervalle de confiance du système de réaction diminue progressivement. Lorsque l'échelle < 1 , la solution d'alimentation de nucléation est ajoutée dans la bouilloire de réaction pour agitation et réaction. Au fur et à mesure de l'ajout de la solution d'alimentation de nucléation, davantage de noyaux de cristaux sont introduits dans le système de réaction, les petites particules dans le système de réaction augmentent progressivement, et la valeur de l'intervalle de confiance augmente progressivement. Lorsque la valeur de l'intervalle atteint une valeur prédéfinie, l'ajout de la solution d'alimentation de nucléation est arrêté. Lorsque la valeur de l'intervalle de confiance est inférieure à la valeur prédéfinie, l'ajout de la solution d'alimentation de nucléation dans la bouilloire de réaction se poursuit. Le processus est répété jusqu'à ce que le D50 des particules générées dans la marmite de réaction atteigne une taille de particule cible et que la valeur de l'intervalle atteigne la valeur prédéfinie, puis la réaction est terminée. L'ensemble du processus de réaction permet de contrôler la croissance des cristaux et la distribution de la taille des particules dans la cuve de réaction grâce à l'ajout et à l'arrêt de la solution d'alimentation de nucléation, en coopération avec les paramètres du processus dans le réacteur. Dans la présente invention, en contrôlant l'ajout de la solution d'alimentation de nucléation et l'ajout de noyaux de cristaux et la croissance des cristaux dans la bouilloire, la régulation de la distribution de la taille des particules dans la bouilloire peut être réalisée, et la méthode de régulation de la nucléation est simple et efficace.

La revendication 1 diffère de la revendication D1 en ce que : la graine de cristal est ajustée pour réduire D10 à 2,0-7,0 μm , et les autres moyens sont légèrement différents.

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

En ce qui concerne les différences décrites : D1 divulgue l'ajout de grains de cristal externes pour introduire de petites particules et réduire la taille des particules, et donc l'homme du métier aurait été en mesure d'obtenir un D10 approprié au moyen d'ajustements conventionnels, et les autres différences sont des connaissances générales communes. Par conséquent, la revendication 1 n'implique pas d'activité inventive.

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 conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet des revendications 1-10 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.

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.