

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61723 A1** (51) Cl. internationale : **C22B 21/00; H01M 10/54; C22B 7/00**
- (43) Date de publication : **28.06.2024**

- 
- (21) N° Dépôt : **61723**
- (22) Date de Dépôt : **29.12.2021**
- (30) Données de Priorité : **17.04.2021 CN 202110373899.1**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2021/142524 29.12.2021**
- (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 VEHICLES RECYCLING CO., LTD., No. 018, Jinsha East Road, Jinzhou New District, Changsha City, Hunan 410600 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; ZHONG, Yingsheng ; LI, Changdong**
- (74) Mandataire : **H&H IP LAW**

---

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE RECYCLAGE POUR RÉGULER LA TAILLE DE PARTICULE DE LAITIER D'ALUMINIUM ET APPLICATION DU PROCÉDÉ DE RECYCLAGE**

(57) Abrégé : La présente invention se rapporte au domaine technique du recyclage de batteries. L'invention concerne un procédé de recyclage pour réguler la taille de particule de laitier d'aluminium et une application du procédé de recyclage. Le procédé de recyclage comprend les étapes suivantes consistant à : broyer et tamiser une électrode plane positive d'une batterie d'alimentation usée, puis ajouter de l'azote liquide à des fins de broyage pour obtenir des matières particulaires ; réaliser le frittage, le refroidissement, le concassage, l'ajout d'eau, l'oscillation et la stratification sur les matières particulaires pour obtenir une couche de particules de laitier d'aluminium, une couche de transition et une couche de poudre active d'électrode positive ; et réaliser une oscillation et une stratification secondaires sur la couche de particules de laitier d'aluminium et la couche de transition pour

obtenir des particules de laitier d'aluminium et une poudre active d'électrode positive. Selon la présente invention, lorsqu'un broyage fin à basse température est réalisé en ajoutant l'azote liquide, les performances de liaison d'un liant sont réduites, la substance active d'électrode positive et le liant sont dans un état de fragilisation et sont faciles à casser, et le laitier d'aluminium présente encore une certaine ténacité ; le broyage sélectif à basse température est obtenu en raison d'une différence entre des températures de fragilisation de différentes substances, les tailles de particule des particules actives d'électrode positive broyées et des particules de liant, et la taille de particule des particules de laitier d'aluminium sont respectivement plus étroites en termes de plages, et les conditions sont créées pour une séparation et un recyclage ultérieurs.

### ABRÉGÉ

La présente divulgation appartient au domaine technique du recyclage des batteries, et divulgue un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée, et son utilisation. Le procédé comprend les étapes suivantes : le concassage et le tamisage d'une feuille d'électrode positive d'une batterie de puissance usagée, puis le concassage entre -198 °C et -196 °C avec ajout d'azote liquide pour obtenir un matériau granulaire ; le grillage, le refroidissement, et le concassage du matériau granulaire, l'ajout d'eau, l'agitation, le dépôt en couches et la séparation des couches pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium ; et l'agitation de la couche de particules de résidus d'aluminium et de la couche de transition pour la deuxième fois, le dépôt en couches et la collecte des particules de résidus d'aluminium et d'une poudre active d'électrode positive. Dans la présente divulgation, lorsque de l'azote liquide est ajouté pour réaliser un concassage fin à basse température, les performances de liaison d'un liant sont considérablement réduites, et les substances actives d'électrode positive et le liant sont dans un état cassant et se brisent facilement, mais un résidu d'aluminium présente encore une certaine dureté. Différentes températures de fragilisation des différents matériaux permettent un concassage sélectif à basse température. Les particules actives d'électrode positive, les particules de liant, et les particules de résidus d'aluminium obtenues après le concassage ont chacune une plage de taille de particules étroite, ce qui crée des conditions pour une séparation et une récupération ultérieures.

## PROCÉDÉ DE RECYCLAGE POUR RÉGULER LA TAILLE DE PARTICULE DE LAITIER D'ALUMINIUM ET APPLICATION DU PROCÉDÉ DE RECYCLAGE

### DOMAINE TECHNIQUE

[0001] La présente divulgation appartient au domaine technique du recyclage des batteries, et concerne spécifiquement un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium à taille de particules contrôlée, et son utilisation.

### CONTEXTE

[0002] Les déchets de feuilles d'électrode positive de batterie comprennent des collecteurs de courant à base d'aluminium, des substances actives telles que le phosphate de fer et de lithium (LFP,  $\text{LiFePO}_4$ ) et l'oxyde de lithium, nickel, manganèse et cobalt (LNMCO,  $\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y}\text{O}_2$ , où  $x + y = 1$ ,  $0 < x < 1$ ,  $0 < y < 1$ ), des liants, des additifs conducteurs, etc., où Ni, Mn, Co, Li, Al, etc. sont des métaux avec une valeur potentielle de recyclage.

[0003] Actuellement, le recyclage des déchets de feuilles d'électrode positive de batterie comprend principalement : la soumission des déchets de feuilles d'électrode positive à une série de traitements tels qu'un concassage grossier, un tamisage physique, et un concassage fin pour obtenir un matériau granulaire de déchets de feuilles d'électrode positive ; et la soumission du matériau granulaire à une extraction acide, une extraction alcaline et une récupération de métaux précieux. Cependant, les particules de déchets de feuilles d'électrode positive comprennent une petite quantité de particules de résidus d'aluminium et d'autres particules d'impuretés qui ont une petite taille de particules, et le mélange des particules d'impuretés avec la substance active et les particules de liant des déchets de feuilles d'électrode positive conduit à une difficulté de recyclage élevée. Par conséquent, le taux de récupération des particules de résidus d'aluminium dans les particules de déchets de feuilles d'électrode positive doit être augmenté autant que possible pour réduire la génération d'hydrogène inflammable et explosif à partir de l'aluminium lors d'un processus de récupération ultérieur de métaux précieux et améliorer la pureté des métaux récupérés tels que Ni, Co et Li et la sécurité lors de l'extraction.

### RÉSUMÉ

[0004] 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 divulgue un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée, et son utilisation. Dans la présente divulgation, lorsqu'un concassage fin est effectué à basse température, les performances de liaison d'un liant sont considérablement réduites, et les substances actives d'électrode positive et le

liant sont dans un état cassant et se brisent facilement, mais un résidu d'aluminium présente encore une certaine dureté. Différentes températures de fragilisation des différents matériaux permettent un concassage sélectif à basse température. Les particules actives d'électrode positive, les particules de liant, et les particules de résidu d'aluminium obtenues après concassage ont chacune une plage de taille de particules étroite, ce qui améliore le taux de récupération du résidu d'aluminium dans les particules de raclage de la feuille d'électrode positive et la sécurité durant un processus de récupération de métaux à partir d'un poudre de raclage pour électrode positive.

**[0005]** Pour atteindre l'objectif susmentionnés, la présente divulgation adopte les solutions techniques suivantes :

**[0006]** La présente divulgation fournit un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée, comprenant les étapes suivantes :

**[0007]** (1) la récupération, le concassage et le tamisage d'une feuille d'électrode positive d'une batterie d'énergie usagée, puis le concassage entre -198 °C et -196 °C avec addition d'azote liquide pour obtenir un matériau granulaire ;

**[0008]** (2) le grillage du matériau granulaire et la collecte d'un liant gazeux produit à partir du grillage avec une solution alcaline ; et le refroidissement et le broyage du résidu pour obtenir une poudre de feuille d'électrode positive usagée ;

**[0009]** (3) l'ajout d'eau à la poudre de feuille d'électrode positive usagée, l'agitation, le dépôt en couches, et la séparation des couches pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium ; et

**[0010]** (4) l'agitation de la couche de particules de résidus d'aluminium et de la couche de transition une deuxième fois, le dépôt en couches et la collecte des particules de résidus d'aluminium et d'une poudre active d'électrode positive.

**[0011]** De préférence, à l'étape (1), le matériau granulaire peut avoir une taille de particule entre 0,01 µm et 500 µm.

**[0012]** De préférence, à l'étape (1), l'azote liquide peut être ajouté en une quantité entre 5 % et 30 % de la masse de la feuille d'électrode positive de la batterie de puissance usagée.

**[0013]** De préférence, à l'étape (2), le grillage peut être réalisé dans une atmosphère de gaz inerte ; et en outre de préférence, un gaz inerte de l'atmosphère de gaz inerte peut être un gaz du groupe constitué de He, Ne et Ar.

**[0014]** De préférence, à l'étape (2), le grillage peut être réalisé entre 350 °C et 500 °C pendant 30 min à 60 min.

**[0015]** De préférence, à l'étape (2), une vitesse de chauffage pour le grillage peut être contrôlée entre 10 °C/min et 20 °C/min ; et en outre de préférence, la vitesse de chauffage pour le grillage peut être contrôlée entre 10 °C/min et 15 °C/min.

[0016] De préférence, à l'étape (2), la solution alcaline peut être au moins une solution du groupe constitué de  $Mg(OH)_2$ , NaOH et  $Ca(OH)_2$ .

[0017] De préférence, à l'étape (2), le liant gazeux peut être du fluorure de polyvinylidène (PVDF) ou du polytétrafluoroéthylène (PTFE).

[0018] De préférence, à l'étape (2), un concasseur utilisé lors du concassage peut avoir une capacité de traitement  $< 100$  kg/h et une vitesse de rotation entre 120 tr/min et 180 tr/min.

[0019] De préférence, dans les étapes (3) et (4), un agitateur utilisé pour l'agitation peut avoir une fréquence d'agitation entre 5 Hz et 20 Hz et une amplitude d'agitation entre 0,5 cm et 2 cm, et l'agitation peut être réalisée pendant 5 min à 10 min.

[0020] De préférence, dans les étapes (3) et (4), durant l'agitation, la poudre de feuille d'électrode positive usagée peut être maintenue immergée dans l'eau dans un récipient.

[0021] De préférence, dans les étapes (3) et (4), l'eau peut être de l'eau désionisée.

[0022] De préférence, les étapes (3) et (4) peuvent être répétées 1 à 10 fois jusqu'à ce que les particules de résidus d'aluminium et la poudre active d'électrode positive dans les particules soient complètement séparées et collectées.

[0023] La présente divulgation fournit également l'utilisation du procédé décrit ci-dessus pour la récupération de métaux précieux.

[0024] Principe de la présente divulgation :

[0025] Dans la présente divulgation, les impuretés de particules de résidus d'aluminium dans un matériau granulaire de feuille d'électrode positive usagée ont encore une certaine ductilité et dureté à basse température ( $-196$  °C) ou à haute température ( $350$  °C à  $500$  °C), tandis que les substances actives d'électrode positive dans les particules d'électrode positive usagées se détachent et ont une très faible adhérence après avoir été traitées à basse température ou à haute température. Les particules de substance active d'électrode positive, les particules de liant, et les particules de résidus d'aluminium obtenues après un concassage fin à basse température ont chacune une plage de taille particules étroite, ce qui crée des conditions pour une séparation et une récupération ultérieures. Durant un processus de chauffage, le liant est volatilisé sous forme gazeuse et récupéré, et un résidu est ensuite refroidi et concassé par un concasseur sous une pression appropriée, où les particules actives d'électrode positive sont facilement concassées en une poudre active d'électrode positive avec une taille de particules plus petite, mais la taille de particules de la plupart des particules de résidus d'aluminium reste inchangée. L'effet noix du Brésil est utilisé : durant un processus d'agitation, les petites particules s'infiltrèrent progressivement à travers les interstices entre les grosses particules vers une partie inférieure, de sorte que les petites particules sont faciles à remplir dans une couche inférieure sous les grosses particules et que les grosses particules s'accumulent dans une couche supérieure. Lorsque la poudre active d'électrode positive et les particules de résidus d'aluminium

avec différentes tailles de particules dans le récipient sont agitées à une fréquence d'agitation spécifiée, les particules de résidus d'aluminium avec une grande taille de particules flottent dans une couche superficielle, et la poudre active de feuille d'électrode positive coule vers une couche inférieure ; et ensuite les matériaux granulaires de feuille d'électrode positive usagée dans les couches intermédiaire et supérieure sont collectés et agités pour la deuxième fois pour séparer et collecter les résidus d'aluminium et la poudre active d'électrode positive, séparant et collectant ainsi efficacement la poudre active d'électrode positive et les résidus d'aluminium à gros grains dans le matériau granulaire de la feuille d'électrode positive usagée.

**[0026]** Par rapport à l'art de la technique, la présente divulgation a les effets bénéfiques suivants.

**[0027]** 1. Dans la présente divulgation, lorsqu'un concassage fin est réalisé à basse température, les performances de liaison d'un liant sont considérablement réduites, et les substances actives d'électrode positive et le liant sont dans un état cassant et se brisent facilement, mais un résidu d'aluminium présente encore une certaine dureté. Différentes températures de fragilisation des différents matériaux permettent un concassage sélectif à basse température. Les particules actives d'électrode positive, les particules de liant, et les particules de résidus d'aluminium obtenues après le concassage ont chacune une plage de taille de particules étroite, ce qui crée des conditions pour une séparation et une récupération ultérieures.

**[0028]** 2. Durant le processus de grillage à haute température de la présente divulgation, le liant gazeux généré est adsorbé par la solution alcaline, ce qui peut non seulement réaliser le recyclage du liant, mais également éliminer immédiatement le liant dans les particules de feuille d'électrode positive usagé pour éviter l'interférence du liant pour les processus de récupération ultérieurs.

**[0029]** 3. Dans la présente divulgation, après le grillage à haute température, les particules actives d'électrode positive sont facilement concassées en une poudre active d'électrode positive, et la taille de particules de la plupart des particules de résidus d'aluminium reste inchangée ; et ensuite l'effet de noix du Brésil est utilisé pour séparer et récupérer avec précision une couche de particules de résidus d'aluminium et une couche de poudre active d'électrode positive à travers deux fois l'agitation et la stratification, ce qui évite le tamisage avec un tamis à mailles et l'inclusion de particules de résidus d'aluminium dans un poudre active d'électrode positive obtenue après le tamisage, améliorant ainsi l'efficacité de séparation et de récupération.

**[0030]** 4. Dans la présente divulgation, lors de la première agitation et de la deuxième agitation, de l'eau désionisée est ajoutée dans le récipient principalement pour les raisons suivantes : l'eau a une force de poussée spécifiée, qui peut compenser partiellement la gravité de la poudre active d'électrode positive et les particules de résidus d'aluminium, accélérant ainsi le flux d'infiltration entre les deux particules. L'ajout d'eau peut éviter la génération de poussière dans le récipient durant l'agitation, de sorte qu'il n'y aura pas de conséquences néfastes telles qu'une diffusion de poussière et

une explosion de poussière.

**[0031]** 5. Dans la présente divulgation, la fréquence d'agitation, l'amplitude d'agitation et la durée d'agitation d'un agitateur utilisé lors de la première agitation et de la deuxième agitation, et le volume d'un matériau rempli dans le récipient et le volume d'eau désionisée ajoutée lors de la première agitation, peut être définie en tant que valeurs fixes, de sorte qu'une épaisseur d'une couche de contact entre la couche de particules de résidu d'aluminium et la couche de poudre active d'électrode positive dans le récipient après la première agitation et une épaisseur d'une couche critique entre la couche de particules de résidu d'aluminium et la couche de poudre active d'électrode positive après la deuxième agitation sont toutes des valeurs fixes, ce qui évite la re-détermination d'une épaisseur de couche lorsque les étapes (4) à (5) sont répétées.

### **BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS**

**[0032]** La figure 1 est un organigramme du procédé de récupération d'un résidu d'aluminium à taille de particules contrôlée selon un exemple de la présente divulgation.

### **DESCRIPTION DÉTAILLÉE**

**[0033]** 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.

#### **[0034] Exemple 1**

**[0035]** Un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée a été fournie, comprenant les étapes spécifiques suivantes :

**[0036]** (1) préparation de particules de feuille d'électrode positive usagée : une feuille d'électrode positive usagée produite dans un processus de production de batterie de puissance a été récupérée, et ensuite grossièrement concassée mécaniquement et tamisée ; et 9 % d'azote liquide ont été ajoutés, et ensuite un concassage fin a été réalisé pour obtenir des particules de feuille d'électrode positive usagée avec des impuretés, qui avaient une taille de particule entre 0,01 µm et 500 µm ;

**[0037]** (2) grillage : 113 kg de particules de feuille d'électrode positive usagée ont été placés dans un four à résistance électrique ; le four à résistance électrique a été rempli d'He, la température du four à résistance électrique a été augmentée et contrôlée à 360 °C, et le grillage a été réalisé de manière stable pendant 55 minutes, où la vitesse de chauffage pour le four à résistance électrique était contrôlée à 15 °C /min ; et le gaz produit durant le grillage a été collecté à travers une solution



alcaline  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ;

**[0038]** (3) refroidissement et concassage : sur la base de l'étape (2), les particules de feuille d'électrode positive usagée dans le four à résistance électrique ont été refroidies à température ambiante, et ensuite les particules de feuille d'électrode positive refroidies ont été concassées sur un concasseur à disque pendant environ 1,5 h pour obtenir une poudre de feuille d'électrode positive usagée, où le concasseur avait une quantité de décharge d'environ 80 kg/h et une vitesse de rotation de 160 tr/min ;

**[0039]** (4) première agitation : sur la base de l'étape (3), 30 kg de poudre de feuille d'électrode positive usagée ont été transférés dans un récipient cuboïde en acier inoxydable, et de l'eau désionisée a été ajoutée pour simplement immerger la poudre de feuille d'électrode positive usagée dans le récipient ; et le récipient cuboïde a été fixé sur un agitateur horizontal et agité pendant 6 minutes pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium, où l'agitateur horizontal avait une fréquence d'agitation de 8 Hz et une amplitude d'agitation de 1,0 cm ;

**[0040]** (5) deuxième agitation : sur la base de l'étape (4), la couche de poudre active d'électrode positive dans le récipient a été transférée dans un autre récipient, et la couche de particules de résidus d'aluminium et la couche de transition ont été collectées et transférées dans un récipient cuboïde en acier inoxydable propre, et agitées pendant 6 min pour obtenir une couche de particules de résidus d'aluminium et une couche de poudre active d'électrode positive, où un agitateur avait une fréquence d'agitation de 8 Hz et une amplitude d'agitation de 1,0 cm, et durant l'agitation, la poudre de feuille d'électrode positive usagée a été conservée immergée dans de l'eau désionisée dans le récipient ;

**[0041]** (6) les étapes (4) et (5) ont été répétées 3 fois de sorte que les particules de résidus d'aluminium et la poudre active d'électrode positive dans 118 kg de particules de feuille d'électrode positive usagée ont été complètement récupérées.

**[0042] Exemple 2**

**[0043]** Un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée a été fournie, comprenant les étapes spécifiques suivantes :

**[0044]** (1) préparation de particules de feuille d'électrode positive usagée : une feuille d'électrode positive usagée produite dans un processus de production de batterie de puissance a été récupérée, et ensuite grossièrement concassée mécaniquement et tamisée ; et 15 % d'azote liquide ont été ajoutés, et ensuite un concassage fin a été réalisé pour obtenir un matériau granulaire avec une taille de particules entre 0,01  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$  ;

**[0045]** (2) grillage : 261 kg de matériau granulaire ont été placés dans un four à résistance électrique ; le four à résistance électrique a été rempli d'He, la température du four à résistance électrique a été augmentée et contrôlée à 420 °C, et le grillage a été réalisé de manière stable pendant

40 minutes, où la vitesse de chauffage pour le four à résistance électrique était contrôlée à 15 °C /min ; et le gaz produit durant le grillage a été collecté à travers une solution alcaline  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ;

**[0046]** (3) refroidissement et concassage : sur la base de l'étape (2), les particules de feuille d'électrode positive usagée dans le four à résistance électrique ont été refroidies à température ambiante, et ensuite les particules de feuille d'électrode positive refroidies ont été concassées sur un concasseur à disque pendant environ 1,5 h pour obtenir une poudre de feuille d'électrode positive usagée, où le concasseur avait une quantité de décharge d'environ 80 kg/h et une vitesse de rotation de 160 tr/min ;

**[0047]** (4) première agitation : sur la base de l'étape (3), 30 kg de poudre de feuille d'électrode positive usagée ont été transférés dans un récipient cuboïde en acier inoxydable, et de l'eau désionisée a été ajoutée pour simplement immerger la poudre de feuille d'électrode positive usagée dans le récipient ; et le récipient cuboïde a été fixé sur un agitateur horizontal et agité pendant 6 minutes pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium, où l'agitateur horizontal avait une fréquence d'agitation de 8 Hz et une amplitude d'agitation de 1,0 cm ;

**[0048]** (5) deuxième agitation : sur la base de l'étape (4), la couche de poudre active d'électrode positive dans le récipient a été transférée dans un autre récipient, et la couche de particules de résidus d'aluminium et la couche de transition ont été collectées et transférées dans un récipient cuboïde en acier inoxydable propre, et agitées pendant 6 min pour obtenir une couche de particules de résidus d'aluminium et une couche de poudre active d'électrode positive, où un agitateur avait une fréquence d'agitation de 8 Hz et une amplitude d'agitation de 1,0 cm, et durant l'agitation, la poudre de feuille d'électrode positive usagée a été conservée immergée dans de l'eau désionisée dans le récipient ;

**[0049]** (6) les étapes (4) et (5) ont été répétées 3 fois de sorte que les particules de résidus d'aluminium et la poudre active d'électrode positive dans 118 kg de particules de feuille d'électrode positive usagée ont été complètement récupérées.

**[0050] Exemple 3**

**[0051]** Un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée a été fournie, comprenant les étapes spécifiques suivantes :

**[0052]** (1) préparation de particules de feuille d'électrode positive usagée : une feuille d'électrode positive usagée produite dans un processus de production de batterie de puissance a été récupérée, et ensuite grossièrement concassée mécaniquement et tamisée ; et 22 % d'azote liquide un matériau granulaire avec une taille de particule entre 0,01  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$  ;

**[0053]** (2) grillage : 387 kg de particules de matériau granulaire ont été placés dans un four à résistance électrique ; le four à résistance électrique a été rempli d'He, la température du four à résistance électrique a été augmentée et contrôlée à 460 °C, et le grillage a été réalisé de manière

stable pendant 35 minutes, où la vitesse de chauffage pour le four à résistance électrique était contrôlée à 18 °C /min ; et le gaz produit durant le grillage a été collecté à travers une solution alcaline  $Mg(OH)_2$  ;

**[0054]** (3) refroidissement et concassage : sur la base de l'étape (2), les particules de feuille d'électrode positive usagée dans le four à résistance électrique ont été refroidies à température ambiante, et ensuite les particules de feuille d'électrode positive refroidies ont été concassées sur un concasseur à disque pendant environ 4,8 h pour obtenir une poudre de feuille d'électrode positive usagée, où le concasseur avait une quantité de décharge d'environ 80 kg/h et une vitesse de rotation de 120 tr/min ;

**[0055]** (4) première agitation : environ 80 kg de poudre de feuille d'électrode positive usagée ont été transférés dans un récipient cuboïde en acier inoxydable, et de l'eau désionisée a été ajoutée pour simplement immerger la poudre de feuille d'électrode positive usagée dans le récipient ; et le récipient cuboïde a été fixé sur un agitateur horizontal et agité pendant 10 minutes pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium, où l'agitateur horizontal avait une fréquence d'agitation de 15 Hz et une amplitude d'agitation de 0,5 cm ;

**[0056]** (5) deuxième agitation : sur la base de l'étape (4), la couche de poudre active d'électrode positive dans le récipient a été transférée dans un autre récipient, et la couche de particules de résidus d'aluminium et la couche de transition ont été collectées et transférées dans un récipient cuboïde en acier inoxydable propre, et agitées pendant 10 min pour obtenir une couche de particules de résidus d'aluminium et une couche de poudre active d'électrode positive, où un agitateur avait une fréquence d'agitation de 15 Hz et une amplitude d'agitation de 0,5 cm, et durant l'agitation, la poudre de feuille d'électrode positive usagée a été conservée immergée dans de l'eau désionisée dans le récipient ;

**[0057]** (6) les étapes (4) et (5) ont été répétées 4 fois de sorte que les particules de résidus d'aluminium et la poudre active d'électrode positive dans 387 kg de particules de feuille d'électrode positive usagée ont été complètement récupérées.

**[0058] Exemple comparatif 1**

**[0059]** Un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium a été fourni, comprenant les étapes spécifiques suivantes :

**[0060]** Cet exemple comparatif était différent de l'exemple 1 en ce que l'agitation dans les étapes (4) et (5) n'a pas été réalisée et que les particules de feuille d'électrode positive usagée ont été directement concassées et tamisées pour obtenir une poudre active d'électrode positive et des particules de résidu d'aluminium.

**[0061] Exemple comparatif 2**

**[0062]** Un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée

a été fournie, comprenant les étapes spécifiques suivantes :

**[0063]** Cet exemple comparatif était différent de l'exemple 1 en ce que, dans l'étape (1), l'opération d'ajout d'azote liquide pour réaliser un concassage fin n'a pas été réalisée.

**[0064]** Analyse comparative des exemples 1, 2 et 3 avec les exemples comparatifs :

**[0065]** Le tableau 1 montre les pourcentages massiques de résidu d'aluminium dans les poudres actives d'électrode positive récupérées dans les exemples 1, 2 et 3 et les exemples comparatifs 1 et 2 et les pourcentages de distribution de taille de particules de résidu d'aluminium dans 0 µm à 10 µm, 10 µm à 50 µm, 50 µm à 100 µm et 100 µm à 500 µm. Dans les exemples comparatifs 1 et 2, les traitements à l'azote liquide et par agitation n'ont pas été adoptés, et seul le tamisage a été réalisé avec un tamis à mailles classique pour obtenir une poudre active d'électrode positive et des particules de résidus d'aluminium. Pourcentage massique de résidu d'aluminium dans la poudre active d'électrode positive = masse de résidu d'aluminium dans une poudre active d'électrode positive récupérée/masse de la poudre active d'électrode positive récupérée \* 100 %. L'aluminium dans la poudre active d'électrode positive a été déterminé par spectrométrie d'absorption atomique à flamme (FAAS), et la taille des particules du résidu d'aluminium a été déterminée avec un granulomètre à laser.

**[0066]** On constate à partir du tableau 1 que, par rapport à celles dans les exemples comparatifs 1 et 2, les poudres actives d'électrode positive préparées dans les exemples 1, 2 et 3 avaient des pourcentages massiques de résidus d'aluminium extrêmement faibles (0,55 %, 0,71 %, et 0,42 %, respectivement), prouvant indirectement que le taux de récupération des résidus d'aluminium après l'agitation était très élevé ; dans les exemples 1, 2 et 3, les pourcentages de distribution de taille de particules des résidus d'aluminium dans de 0 µm à 50 µm n'étaient que de 7,86 %, 6,31 % et 9,43 %, respectivement, mais dans les exemples comparatifs 1 et 2, les pourcentages de distribution de la taille de particules des résidus d'aluminium dans 0 µm à 50 µm étaient de jusqu'à 13,53 % et 19,75 %, respectivement ; dans les exemples 1, 2 et 3, les pourcentages de distribution de taille des particules des résidus d'aluminium dans 100 µm à 500 µm étaient de 73,88 %, 76,82 % et 73,89 %, respectivement (le plus grand), qui était 23,52 %, 26,46 % et 23,53 %. supérieurs aux pourcentages de distribution de taille de particules moyenne de résidus d'aluminium des exemples comparatifs 1 et 2 dans 100 µm à 500 µm, respectivement ; et par rapport aux exemples comparatifs, dans les exemples 1, 2 et 3, les pourcentages de distribution de taille de particules de résidus d'aluminium dans 100 µm à 500 µm étaient supérieurs, indiquant que la taille de particules d'un résidu d'aluminium était efficacement contrôlée pour améliorer l'efficacité de récupération d'un résidu d'aluminium.

**[0067]** Tableau 1 Pourcentages massiques de résidus d'aluminium dans les poudres actives d'électrode positive et pourcentages de distribution de taille de particules de résidus d'aluminium dans différentes plages

Groupe de traitement	Pourcentage massique de résidus d'aluminium dans la poudre active d'électrode positive (%)	Pourcentages de répartition de taille de particules des résidus d'aluminium dans différentes plages (%)			
		0 µm à 10 µm	10 µm à 50 µm	50 µm à 100 µm	100 µm à 500 µm
Exemple 1	0,55	0,14	7,72	18,26	73,88
Exemple 2	0,71	0,07	6,24	16,87	76,82
Exemple 3	0,42	0,06	9,37	16,68	73,89
K1	13,87	0,19	13,34	27,36	59,11
K2	17,55	0,74	19,01	38,64	41,61

**[0068]** La figure 1 est un organigramme du procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée selon un exemple de la présente divulgation, et on constate à partir de la figure que, lors de la préparation de particules de feuille d'électrode positive usagée à partir d'une feuille d'électrode positive usagée, de l'azote liquide est ajouté pour réaliser un concassage fin ; et ensuite les particules de feuille d'électrode positive usée sont soumises à un grillage, un concassage, deux fois d'agitation pour une stratification pour obtenir un résidu d'aluminium et une poudre active d'électrode positive.

**[0069]** Les exemples de la présente divulgation sont décrits en détail en référence aux dessins 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.

**REVENDEICATIONS :**

1. Procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée, comprenant les étapes suivantes :

(1) le concassage et le tamisage d'une feuille d'électrode positive d'une batterie d'énergie usagée, puis le concassage entre -198 °C et -196 °C avec addition d'azote liquide pour obtenir un matériau granulaire ;

(2) le grillage, le refroidissement et le concassage du matériau granulaire pour obtenir une poudre de feuille d'électrode positive usagée ;

(3) l'ajout d'eau à la poudre de feuille d'électrode positive usagée, l'agitation, le dépôt en couches, et la séparation des couches pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive, une couche de transition et une couche de particules de résidus d'aluminium ; et

(4) l'agitation de la couche de particules de résidus d'aluminium et de la couche de transition une deuxième fois, le dépôt en couches et la collecte des particules de résidus d'aluminium et d'une poudre active d'électrode positive.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape (1), l'azote liquide est ajouté en une quantité entre 5 % et 30 % de la masse de la feuille d'électrode positive de la batterie de puissance usagée.

3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape (2), le grillage est réalisé sous atmosphère de gaz inerte ; et un gaz inerte de l'atmosphère de gaz inerte est un gaz parmi le groupe constitué de He, Ne et Ar.

4. Procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape (2), le grillage est réalisé entre 350 °C et 500 °C pendant 30 min à 60 min.

5. Procédé selon la revendication 1, dans lequel une solution alcaline est utilisée pour collecter un liant gazeux généré durant le grillage à l'étape (2), et le liant gazeux est du fluorure de polyvinylidène (PVDF) ou du polytétrafluoroéthylène (PTFE).

6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel la solution alcaline est au moins une solution parmi le groupe constitué de  $Mg(OH)_2$ , NaOH et  $Ca(OH)_2$ .

7. Procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape (2), un concasseur utilisé lors du

concassage a une capacité de traitement < 100 kg/h et une vitesse de rotation de 120 tr/min à 180 tr/min.

8. Procédé selon la revendication 1, dans lequel aux étapes (3) et (4), un agitateur utilisé pour l'agitation a une fréquence d'agitation entre 5 Hz et 20 Hz et une amplitude d'agitation entre 0,5 cm et 2 cm, et l'agitation est réalisée pendant 5 min à 10 min.

9. Procédé selon la revendication 1, dans lequel dans les étapes (3) et (4), durant l'agitation, la poudre de feuille d'électrode positive usagée est maintenue immergée dans de l'eau dans un récipient ; et l'eau est de l'eau désionisée.

10. Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 dans la récupération de métaux précieux.

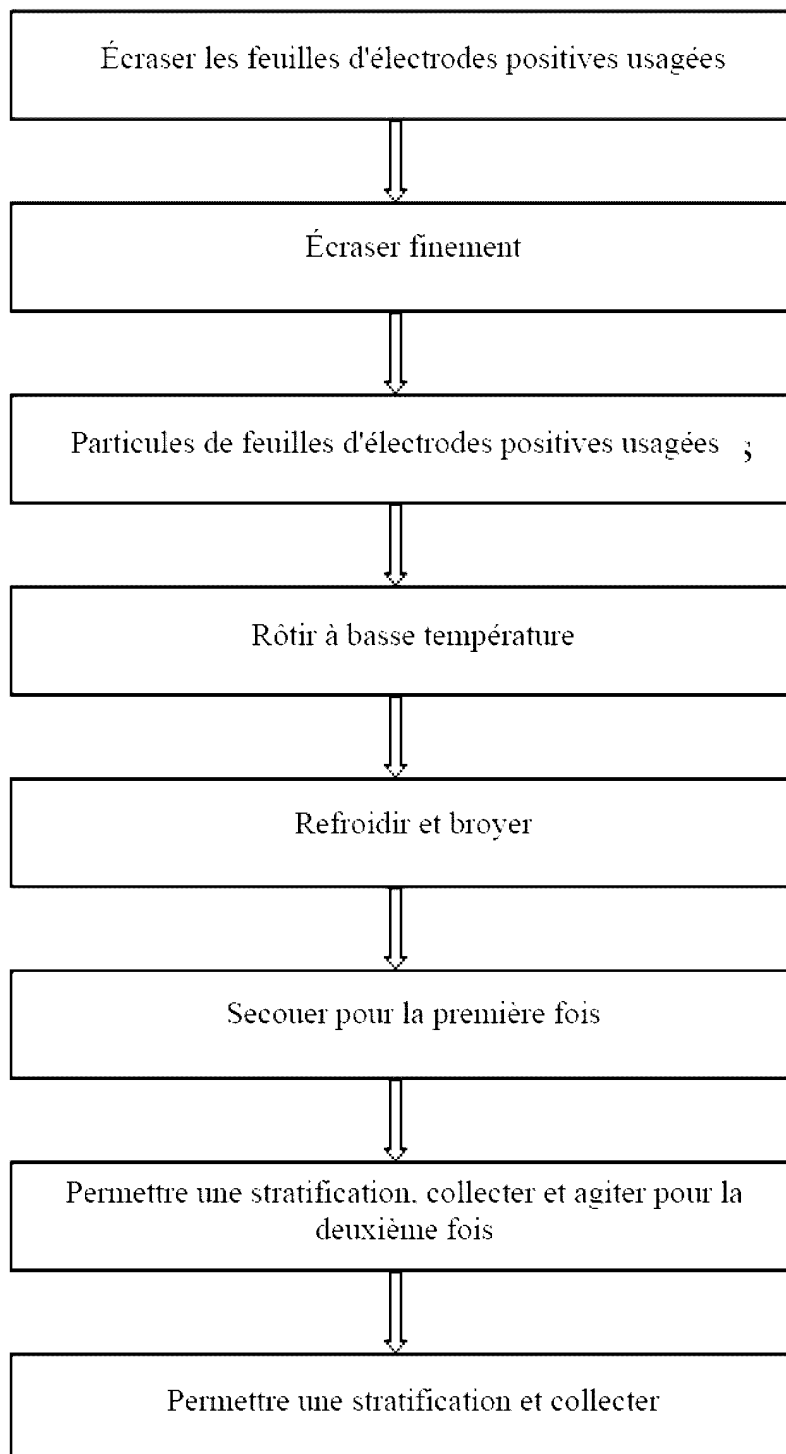
**DESSINS**

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)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 61723	Date de dépôt : 29/12/2021
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. ; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. et HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 25/07/2023
	Date de priorité: 07/04/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE RECYCLAGE POUR RÉGULER LA TAILLE DE PARTICULE DE LAITIER D'ALUMINIUM ET APPLICATION DU PROCÉDÉ DE RECYCLAGE	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site <a href="http://worldwide.espacenet.com">http://worldwide.espacenet.com</a> , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté	
<input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: EL KINANI Mohamed	Date d'établissement du rapport : 27/04/2024
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	



**Partie 1 : Considérations générales****Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description  
10 Pages
- Revendications  
1-10
- Planches de dessin  
1 Page

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : H 01M 10/54, C 22B 21/00, C 22B 7/00

CPC C22B 1/005 C22B 1/02 C22B 1/24 C22B 21/0007 C22B 21/0023 C22B 7/005

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 112234272 A ; HUAZHONG UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY ; 15/01/2021 revendication 1	1-10
Y	CN 110289456 A ; JIANGSU UNIVERSITY ; 27/09/2019 revendication 1	1-10
Y	CN 105671316 A ; JIANGXI UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY ; 15/06/2016 revendication 1	1-10
A	CN 108933307 A ; CHINA UNIVERSITY OF MINING AND TECHNOLOGY ; 04/12/2018	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 112234272 A  
D2 : CN 110289456 A  
D3 : CN 105671316 A

**1. Nouveauté**

Aucun document de l'état de la technique mentionné ne décrit un procédé de récupération d'un résidu d'aluminium avec une taille de particules contrôlée tel que décrit dans la revendication 1 de la présente demande.

D'où l'objet de la revendication indépendante 1 est nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Par conséquent, l'objet des revendications 2-10 est également nouveau.

**2. Activité inventive**

Le document D1 considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 de la présente demande divulgue un procédé de récupération d'une feuille d'électrode positive au lithium fer phosphate à faible consommation d'énergie et à faible teneur en Al (voir la revendication 1), comprenant :

S1 : concassage primaire : broyage d'une feuille d'électrode positive à récupérer en un matériau broyé primaire à l'aide d'un concasseur ;

S2 : calcination : chauffage du matériau primaire broyé dans une atmosphère inerte à l'aide d'un four à atmosphère, maintien de la température pendant 0,5 à 2 h lorsque la température est augmentée à 350-500 °C, refroidissement à une température prédéfinie, puis déchargement du four, de manière à obtenir un matériau calciné (c'est-à-dire calcination et refroidissement) ;

S3 : concassage secondaire : broyage du matériau calciné obtenu à l'étape S2 en une poudre à l'aide d'un broyeur ; et

S4 : tri à l'aide d'un trieur à flux d'air pour éliminer Al.

D1 divulgue également implicitement l'utilisation de la récupération d'Al (métal précieux).

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 diffère de ce procédé connu en ce que : le tri est en outre compris après le concassage, de l'azote liquide est ajouté, et le concassage est effectué entre  $-198\text{ °C}$  et  $-196\text{ °C}$  ; et dans les étapes (3) et (4), de l'eau est ajoutée pour l'oscillation, une stratification est effectuée pour collecter des particules de laitier d'aluminium et une poudre active d'électrode positive.

D2 décrit un procédé de récupération sans pollution d'une feuille d'électrode positive/négative d'une batterie au lithium usagée (voir la revendication 1), comprenant : utilisation de différences de fragilité à basse température entre un liant, une feuille d'aluminium/cuivre et des particules actives d'électrode positive/négative dans un matériau en feuille d'électrode positive/négative, pulvériser de l'azote liquide pour un traitement à basse température pendant 2 à 10 min, et lorsque le point de fragilité à basse température ou moins du liant est atteint, utiliser un séparateur à arbre-rouleau pour l'impact de sorte qu'un mélange de particules actives d'électrode positive/négative et le liant sur une couche superficielle de feuille extrêmement fine est fissuré et séparé de la feuille d'aluminium/cuivre.

D3 décrit un procédé de récupération de métaux précieux à partir d'une batterie lithium-ion usagée (voir la revendication 1), comprenant : le broyage d'une batterie lithium-ion usagée grillée, puis l'exécution de plusieurs tris par secoueur humide, de manière à obtenir du métal, de l'aluminium et un poudre d'électrode de cobaltate de lithium.

En ce qui concerne le tri, cette opération est un processus classique après le concassage. D2 décrit un moyen efficace de séparation et de récupération comprenant le refroidissement d'une feuille d'électrode positive/négative d'une batterie de puissance au moyen d'azote liquide et son impact et son écrasement. Afin d'améliorer l'effet de séparation, l'homme du métier aurait été motivé à l'appliquer à D1. De plus, la réalisation d'un broyage au moyen d'azote liquide entre  $-198\text{ °C}$  et  $-196\text{ °C}$  constitue une plage de températures classique dans la technique. D3 décrit le tri de l'aluminium métallique et d'une poudre d'électrode de cobaltate de lithium au moyen d'un agitateur humide. L'homme du métier aurait été motivé à l'appliquer au tri des poudres broyées après torréfaction en D1. De plus, la réalisation d'une stratification après oscillation et la réalisation d'une séparation pour obtenir une couche de poudre active d'électrode positive et un résidu d'aluminium sont des moyens techniques de collecte classiques dans la technique.

D'où l'objet de la revendication indépendante 1 n'est pas considéré comme impliquant une activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Le même raisonnement s'applique à l'objet de la revendication d'utilisation 10.

Les caractéristiques supplémentaires des revendications 2 à 9 définissent en outre les

paramètres de fonctionnement et les substances dans chaque étape. Ces caractéristiques techniques supplémentaires sont soit divulguées dans D1, soit conventionnelles dans la technique.

D'où l'objet des revendications 2-9 n'est pas considéré comme impliquant une 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.