

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 62186 A1** (51) Cl. internationale : **C01B 32/19; H01M 10/54; C01B 32/225; C01B 32/198**
- (43) Date de publication : **31.01.2024**

- 
- (21) N° Dépôt : **62186**
- (22) Date de Dépôt : **31.08.2022**
- (30) Données de Priorité : **16.12.2021 CN 202111540314.7**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/116252 31.08.2022**
- (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)**
  - **YICHANG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., Room 6013, Innovation and Entrepreneurship Service Center, Development Avenue No. 57-5, Yichang Zone, China (Hubei) Free Trade Zone, Yichang , Hubei 443000 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **RUAN, Dingshan ; LI Changdong ; LI, Qiang ; ZHOU, You ; CAI, Yong ; ZHANG, Linshao**
- (74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)**

---

(54) Titre : **GRAPHITE EXPANSÉ ET SA MÉTHODE DE PRÉPARATION**

(57) Abrégé : L'invention concerne un graphite expansé et sa méthode de préparation. La méthode de préparation comprend les étapes suivantes consistant à : (1) dans une atmosphère protectrice, mélanger une poudre de graphite avec un peroxyde de métal et/ou un superoxyde de métal alcalin, et les laisser reposer pour obtenir un matériau composite mixte de peroxyde de métal-graphite et/ou de superoxyde de métal alcalin-graphite ; (2) mettre le matériau composite préparé à l'étape (1) dans un milieu liquide, qui peut réagir avec le peroxyde de métal et/ou le superoxyde de métal alcalin, pour une réaction pour obtenir du graphite intercalé ; et (3) chauffer le graphite intercalé préparé à l'étape (2) pour préparer le graphite expansé. La méthode de préparation peut éviter efficacement la

génération d'impuretés nocives telles que le soufre et les sulfures pendant le processus de préparation du graphite expansé, ce qui permet de réduire la pollution environnementale.

- أ -

(الجرافيت الممدد وطريقة تحضيره)الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بتوفير جرافيت ممدد وطريقة تحضيره. حيث تشمل طريقة التحضير على الخطوات التالية: (1) في غلاف جوي واقٍ، يتم خلط مسحوق جرافيت مع فوق أكسيد فلزي و/أو أكسيد فائق فلزي قلوي، وترك الخليط في مكانه للحصول على فوق أكسيد فلزي مختلط من الجرافيت و/أو مادة مركبة من الأكسيد الفائق الفلزي القلوي من الجرافيت؛ (2) وضع المادة المركبة المحضرة في الخطوة (1) في وسط سائل، حيث يمكن أن تتفاعل مع فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي، للتفاعل للحصول على الجرافيت المقحم؛ و (3) تسخين الجرافيت المقحم المحضر في الخطوة (2) لتحضير الجرافيت الممدد. يمكن لطريقة التحضير أن تتجنب بشكل فعال توليد شوائب ضارة مثل الكبريت والكبريتيدات أثناء عملية تحضير الجرافيت الممدد، وبالتالي تقليل التلوث البيئي.

5

10

(سيتم نشره مع الشكل 1)

## (الجرافيت الممدد وطريقة تحضيره)

### الوصف الكامل

#### المجال التقني:

ينتمي الاختراع الحالي إلى المجال التقني لمواد الكربون، وبشكل أكثر تحديداً، يتعلق بالجرافيت الممدد وطريقة تحضيره. 5

#### الخلفية التقنية:

يكون الجرافيت الممدد (EG) عبارة عن مادة كربونية وظيفية جديدة، تتميز بخاصية موصليّة حرارية عالية، ويمكن استخدامها كمادة للتوصيل الحراري وكمادة موصلة. يعد الجرافيت الممدد مقاوم لدرجة الحرارة العالية والضغط العالي والتآكل، ويمكن استخدامه لتحضير مادة مانعة للتسرب متقدمة. 10 يمكن للجرافيت الممدد أن يمتص الزيوت والجزيئات العضوية والمواد الكارهة للماء بسهولة، ويمكن استخدامه كمواد امتصاص لها أداء ممتاز. في الوقت الحاضر، يتم استخدام الجرافيت الممدد على نطاق واسع في أكثر من 20 مجالاً، مثل الصناعة الكيميائية ومواد البناء والحماية البيئية، مع طلب كبير، وهو نقطة بحثية ساخنة في مجال المواد.

تتمثل طريقة تحضير الجرافيت الممدد الموجود فيما يلي: تتم معالجة رقائق الجرافيت الطبيعية باستخدام عامل إقحام ومن ثم يتم تمديدها عند درجة حرارة عالية للحصول على الجرافيت الممدد، حيث يتم اختيار عامل الإقحام في الغالب من حمض الكبريتيك وحمض النيتريك وحمض الفوسفوريك وفوق كبريتات الأمونيوم، مما يؤدي إلى أن الجرافيت الممدد المحضر يحتوي على عناصر ومواد ضارة باقية مثل الكبريت والكبريتيد. 15

#### الكشف عن الاختراع:

يهدف الاختراع الحالي إلى حل واحدة على الأقل من المشكلات التقنية في الحالة التقنية السابقة. لذلك، يوفر الاختراع الحالي جرافيت ممدد وطريقة لتحضيره، ويمكن لطريقة التحضير أن تتجنب 20

بشكل فعال العناصر والمواد الضارة مثل الكبريت والكبريتيد المتولدة أثناء تحضير الجرافيت الممدد، وبالتالي تقليل التلوث البيئي.

يتم تحقيق الهدف التقني للاختراع الحالي أعلاه من خلال الحلول التقنية التالية.

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية: (1) خلط مسحوق الجرافيت مع فوق

أكسيد فلزي و/أو أكسيد فائق فلزي قلوي لوضعه تحت غلاف جوي واقٍ للحصول على فوق 5

أكسيد فلزي مختلط من الجرافيت و/أو مادة مركبة من أكسيد فائق فلزي قلوي من الجرافيت؛ (2)

وضع المادة المركبة المحضرة في الخطوة (1) في وسط سائل قادر على التفاعل مع فوق الأكسيد

الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي للتفاعل للحصول على جرافيت مقحم؛ و (3) تسخين

الجرافيت المقحم المحضر في الخطوة (2) لتحضير الجرافيت الممدد.

على نحو مفضل، يكون فوق الأكسيد الفلزي القلوي واحدًا على الأقل من  $\text{CaO}_2$ ، أو  $\text{K}_2\text{O}_2$ ، 10

أو  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ، أو  $\text{Li}_2\text{O}_2$ .

على نحو مفضل، يكون الأكسيد الفائق الفلزي القلوي واحدًا على الأقل من  $\text{KO}_2$  أو  $\text{NaO}_2$ .

على نحو مفضل، تكون نسبة كتلة مسحوق الجرافيت إلى فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد

الفائق الفلزي القلوي في الخطوة (1) هي (1 إلى 20): 1.

على نحو مفضل، يمكن أن يستمر الوقوف في الخطوة (1) لمدة تتراوح بين 12 ساعة إلى 24 15

ساعة.

على نحو مفضل، تم تنفيذ التسخين في الخطوة (3) عند 1000 درجة مئوية إلى 1500 درجة

مئوية، ويستمر لمدة 15 ثانية إلى 30 ثانية.

على نحو مفضل، يكون الوسط السائل واحدًا على الأقل من الماء، حمض الفورميك، حمض

الأسيتيك، حمض البروبيونيك، حمض الهيدروكلوريك، حمض الكربونيك، حمض الستريك، حمض 20

الهيدروفلوريك، حمض الماليك، حمض الغلوكونيك، حمض اللاكتيك، حمض البنزويك، حمض الأكريليك، حمض الاستياريك، حمض الهدروكبريتيك، حمض الهيبوكلوروز أو حمض البوريك. على نحو مفضل، يتراوح حجم جسيم مسحوق الجرافيت من 80 بمقياس الشبكة إلى 100 بمقياس الشبكة.

5 على نحو مفضل، يتم الحصول على مسحوق الجرافيت عن طريق غسيل، وتجفيف، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم. تبقى البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم بقايا مستخلصة بالنض بعد إذابة ونض مادة القطب الكهربائي المعالجة مسبقاً للسماح لفلز ثمين في مادة نشطة بالدخول إلى محلول في شكل أيون، وترشيح المحلول. على نحو مفضل، يشير الغسيل إلى الغسيل ليكون محايداً.

10 على نحو مفضل، يتم إجراء التجفيف عند درجة حرارة 50 درجة مئوية إلى 60 درجة مئوية. جرافيت ممدد، تم تحضيره بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. يكون للاختراع الحالي التأثيرات المفيدة على النحو التالي:

(1) مقارنة بطريقة التحضير الحالية للجرافيت الممدد، لا يحتوي الجرافيت الممدد الذي تم

الحصول عليه من طريقة تحضير الجرافيت الممدد بالاختراع الحالي على أي عناصر ومواد ضارة متبقية مثل الكبريت والكبريتيد، وبالتالي تقليل التلوث البيئي؛

15

(2) وفقاً لطريقة تحضير الجرافيت الممدد بالاختراع الحالي، يتم استخدام الجرافيت كمواد

خام، ويتم استخدام فوق الأكسيد الفلزي النشط للغاية و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي الأخرى كمادة إقحام، ويتم توليد فوق أكسيد الهيدروجين بناءً على تفاعل فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي مع الوسط السائل لأكسدة الجرافيت، يتم توليد شحنات موجبة بين صفائح الجرافيت، وتحت تفاعل متبادل طارد للشحنات الموجبة، يتم زيادة التباعد بين صفائح الجرافيت تدريجياً، و في الوقت نفسه،

20

يتم توليد وإطلاق كمية كبيرة من الأكسجين عندما يتفاعل فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي مع الوسط السائل لزيادة تمدد صفائح الجرافيت، بحيث يكون للجرافيت الممدد المجهز أخيراً حجم كبير ممتدد؛ و

(3) وفقاً لطريقة تحضير الجرافيت الممدد بالاختراع الحالي، يتم استخدام الجرافيت الموجود في

البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم كمادة خام، ويتم إعادة تدويره 5

لتحضير الجرافيت الممدد، وهو بسيط في المعالجة وسهل للإنتاج الصناعي، وفي الوقت

نفسه، يتم إعادة تدوير جرافيت الأنود الموجود في مادة نفايات بطارية أيون الليثيوم

بمهمة عالية، والتي لا يمكنها حل مشكلة تلوث البقايا المستخلصة بالنض فحسب، بل

يمكنها أيضاً استخراج الجرافيت من البقايا المستخلصة بالنض كمواد خام لتحضير

الجرافيت الممدد، وبالتالي تحقيق إعادة استخدام موارد كالبقايا المستخلصة بالنض من 10

نفايات بطارية أيون الليثيوم.

### وصف مختصر للأشكال

الشكل 1 عبارة عن رسم بياني بمجهر إلكتروني ماسح لجرافيت ممدد تم تحضيره في النموذج الأول

من الكشف الحالي.

### الوصف التفصيلي 15

يتم وصف الاختراع الحالي فيما بعد بالإشارة إلى النماذج المحددة.

### نموذج واحد:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

(1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة

بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 20

بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق الجرافيت؛

(2) تحريك و خلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد الكالسيوم  $CaO_2$  بنسبة كتلة 10 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 12 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت-فوق أكسيد الكالسيوم مختلطة بالتساوي؛

5 (3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في محلول حمض البرويونيك، حيث يتفاعل  $CaO_2$  وحمض البرويونيك بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في حمض البرويونيك، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم يتم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخلاص بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و

10 (4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد.

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم قياس أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 250 مليلتر/جم.

15 يظهر رسم بياني بالمجهر الإلكتروني الماسح للجرافيت الممدد في الشكل 1، ويمكن أن يتضح من الشكل 1 أن الجرافيت الممدد المحضر بطريقة تحضير الجرافيت الممدد بالاختراع الحالي له بنية متفككة.

### النموذج الثاني:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

(1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 100

20 -بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق الجرافيت؛

(2) تحريك و خلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد الصوديوم  $\text{Na}_2\text{O}_2$  بنسبة كتلة 12 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 15 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت-فوق أكسيد الصوديوم مختلطة بالتساوي؛

5 (3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في الماء، حيث يتفاعل  $\text{Na}_2\text{O}_2$  والماء بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في الماء، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم يتم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخلاص بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و

10 (4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد.

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 270 مليلتر/جم.

### النموذج الثالث:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

15 (1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 - بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق جرافيت؛

(2) تحريك و خلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد البوتاسيوم  $\text{K}_2\text{O}_2$  بنسبة كتلة 15 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ومن ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 20 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت-فوق أكسيد البوتاسيوم مختلطة بالتساوي؛

20

(3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في محلول حمض الهيدروكلوريك تركيز 0.1 مول/لتر، حيث يتفاعل  $K_2O_2$  وحمض الهيدروكلوريك بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في حمض الهيدروكلوريك، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم يتم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخلاص بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و

5

(4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد.

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 260 مليلتر/جم.

#### النموذج الرابع:

10

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

(1) غسل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 - بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق جرافيت؛

(2) تحريك وخلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد البوتاسيوم  $KO_2$  بنسبة كتلة 20 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ومن ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 24 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت -  $KO_2$  مختلطة بالتساوي؛

15

(3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في محلول حمض الكربونيك المشبع، حيث يتفاعل  $KO_2$  وحمض الكربونيك بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في محلول حمض الكربونيك، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة

20

بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخراج بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و

(4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد.

5 تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 320 مليلتر/جم.

### النموذج الخامس:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

(1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 - بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق جرافيت؛ 10

(2) تحريك وخلط مسحوق الجرافيت مع  $\text{NaO}_2$  بنسبة كتلة 20 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ومن ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 24 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت -  $\text{NaO}_2$  مختلطة بالتساوي؛

(3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في الماء، حيث يتفاعل  $\text{NaO}_2$  والماء بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في الماء، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخراج بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و 15

(4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد. 20

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 335 مليلتر/جم.

### النموذج السادس:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

5 (1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 - بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق جرافيت؛

10 (2) تحريك وخلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد الليثيوم  $Li_2O_2$  بنسبة كتلة 20 : 1، مع التقليب ومن ثم طي الخليط بشكل متكرر ولفه حتى يمتزج الخليط بالتساوي، ومن ثم وضع الخليط في الأرجون لمدة 24 ساعة للحصول على مادة مركبة من الجرافيت -  $Li_2O_2$  مختلطة بالتساوي؛

15 (3) أخذ المادة المختلطة أعلاه من الأرجون، ووضع المادة المختلطة في محلول حمض الستريك بنسبة 2%، حيث يتفاعل  $Li_2O_2$  وحمض الستريك بسرعة لتوليد الغاز، وتمدد المادة المركبة بسرعة، وتنتشر في محلول حمض الستريك، وتتم معالجة المحلول بالموجات فوق الصوتية لمدة ساعة واحدة بعد الانتهاء من التفاعل، ومن ثم غسل المادة المركبة بشكل متكرر، وإخضاع المادة المركبة لاستخراج بالترشيح والفصل للحصول على جرافيت مقحم؛ و

(4) نقل الجرافيت المقحم إلى فرن مقاومة عند 1200 درجة مئوية للتسخين لمدة 20 ثانية لتحضير الجرافيت الممدد.

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 320 مليلتر/جم.

### المثال المقارن الأول:

تشتمل طريقة تحضير الجرافيت الممدد على الخطوات التالية:

(1) غسيل البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون الليثيوم، وتجفيف البقايا المستخلصة بالنض في فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض بمنخل 80 - بمقياس الشبكة للحصول على مسحوق جرافيت؛

(2) وضع مسحوق الجرافيت في محلول مختلط من حامض الكبريتيك المركز وحمض النيتريك المركز بنسبة صلبة إلى سائلة 1 جم: 150 مليلتر، حيث تكون نسبة حمض الكبريتيك المركز إلى حمض النيتريك المركز في المحلول المختلط 3: 1، إضافة فوق كبريتات الأمونيوم كعامل إقحام للتفاعل لمدة 10 ساعات تحت التحريك، وترشيح المحلول بعد الانتهاء من التفاعل، وضبط الرقم الهيدروجيني ليكون مساوياً لـ 7 عن طريق الغسيل بالماء لعدة مرات للحصول على جرافيت مقحم؛ و

(3) وضع الجرافيت المقحم في الأرجون، وتحميص الجرافيت المقحم عند درجة حرارة 900 درجة مئوية لمدة 0.5 ساعة للحصول على الجرافيت الممدد.

تم تحضير جرافيت ممدد، بطريقة التحضير المذكورة أعلاه. تم بالقياس توضيح أن حجم تمدد الجرافيت الممدد كان 220 مليلتر/جم.

في المثال المقارن الأول، يتم استخدام حمض الكبريتيك كعامل إقحام ومؤكسد، والذي يتم إخضاعه لإقحام مؤكسد مع محلول مختلط من حمض النيتريك كمؤكسد، بمساعدة فوق كبريتات الأمونيوم

كعامل إقحام، للحصول على الجرافيت الممدد. في المثال المقارن الأول، يلزم إضافة فوق كبريتات الأمونيوم بشكل إضافي كعامل إقحام، ويكون حجم التمدد للجرافيت الممدد الناتج 220 مل/جم فقط.

في الاختراع الحالي، يتم استخدام منتج قلوي من تفاعل فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي مع الوسط السائل كعامل إقحام، بدون إضافة عوامل إقحام أخرى. بالمقارنة

مع المثال المقارن الأول، يكون الجرافيت الممدد المحضر بواسطة الاختراع الحالي أعلى من 250 مليلتر/جم، بحيث يتم الحصول على حجم تمدد أكبر، ويتم تقليل الكميات الإضافية من الشوائب

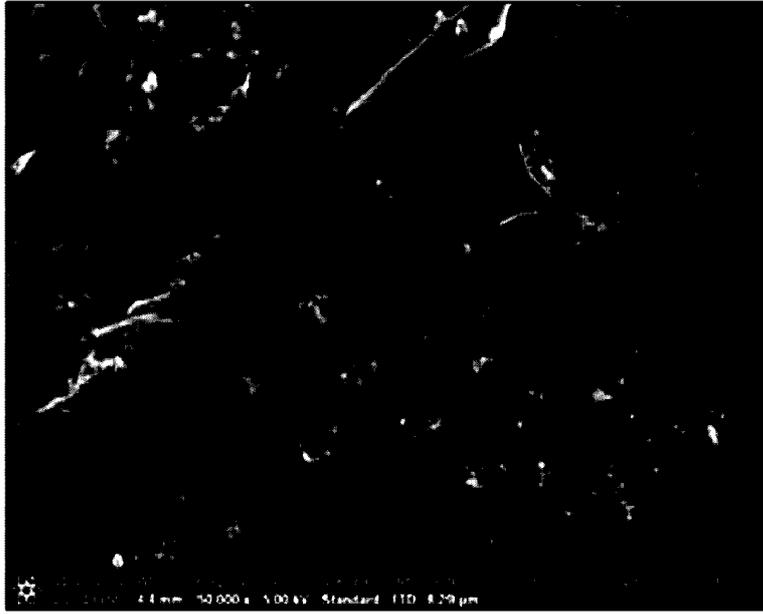
أو الملوثات الأخرى، وبالتالي الحصول على عملية بسيطة وإمكانية تصنيع.

إن النماذج المذكورة أعلاه هي النماذج المفضلة للاختراع الحالي، ولكن لا تقتصر نماذج الاختراع الحالي على النماذج المذكورة أعلاه. يتم إجراء أي تغييرات، أو تعديلات، أو عمليات استبدال، أو توليفات، أو عمليات تبسيط أخرى دون الخروج عن روح ومبدأ الاختراع الحالي ويجب أن تكون في صورة أنماط بديلة مكافئة، ويجب تضمينها في نطاق حماية الاختراع الحالي.

### عناصر الحماية

- 1- طريقة تحضير جرافيت ممدد تشتمل على الخطوات التالية: 1
- (1) خلط مسحوق الجرافيت مع فوق أكسيد فلزي و/أو أكسيد فائق فلزي قلوي لوضعه 2
- تحت غلاف جوي واقٍ للحصول على فوق أكسيد فلزي مختلط من الجرافيت و/أو مادة مركبة 3
- من أكسيد فائق فلزي قلوي من الجرافيت؛ 4
- (2) وضع المادة المركبة المحضرة في الخطوة (1) في وسط سائل قادر على التفاعل مع فوق 5
- الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي للتفاعل للحصول على جرافيت مقحم؛ 6
- و 7
- (3) تسخين الجرافيت المقحم المحضر في الخطوة (2) لتحضير الجرافيت الممدد. 8
- 2- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يكون فوق الأكسيد الفلزي 1
- القلوي واحداً على الأقل من  $CaO_2$ ، أو  $K_2O_2$ ، أو  $Na_2O_2$ ، أو  $Li_2O_2$ . 2
- 3- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يكون الأكسيد الفائق 1
- الفلزي القلوي واحداً على الأقل من  $KO_2$  أو  $NaO_2$ . 2
- 4- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث تكون نسبة كتلة مسحوق 1
- الجرافيت إلى فوق الأكسيد الفلزي و/أو الأكسيد الفائق الفلزي القلوي في الخطوة (1) هي 2
- (1 إلى 20): 1. 3
- 5- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يمكن أن يستمر الوقوف في 1
- الخطوة (1) لمدة تتراوح بين 12 ساعة إلى 24 ساعة. 2
- 6- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يتم تنفيذ التسخين في الخطوة 1
- (3) عند 1000 درجة مئوية إلى 1500 درجة مئوية، ويستمر لمدة 15 ثانية إلى 30 ثانية. 2
- 3

- 7- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يكون الوسط السائل واحداً 1
- على الأقل من الماء، حمض الفورميك، حمض الأسيتيك، حمض البروبيونيك، حمض 2
- الهيدروكلوريك، حمض الكربونيك، حمض الستريك، حمض الهيدروفلوريك، حمض الماليك، 3
- حمض الغلوكونيك، حمض اللاكتيك، حمض البنزويك، حمض الأكريليك، حمض الاستياريك، 4
- حمض الهيدروكبريتيك، حمض الهيوكلوروز أو حمض البوريك. 5
- 8- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يتراوح حجم جسيم مسحوق 1
- الجرافيت من 80 بمقياس الشبكة إلى 100 بمقياس الشبكة. 2
- 9- طريقة تحضير الجرافيت الممدد وفقا لعنصر الحماية 1، حيث يتم الحصول على مسحوق 1
- الجرافيت عن طريق غسيل، وتجفيف، وغرلة البقايا المستخلصة بالنض من نفايات بطارية أيون 2
- الليثيوم. 3
- 10- جرافيت ممدد محضر من خلال طريقة التحضير وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 1
- .9 2

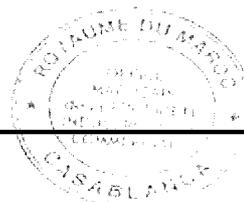


## الشكل ١

أصل			
			اسم الطالب
1	رقم اللوحة	1	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)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 62186	Date de dépôt : 28/08/2023
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & YICHANG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.	Date d'entrée en phase nationale : 28/08/2023
	Date de priorité: 16/12/2021
Intitulé de l'invention : GRAPHITE EXPANSÉ ET SA MÉTHODE DE PRÉPARATION	
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: abdefettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 05/01/2024
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  
11 Pages
- Revendications  
1-10
- Planches de dessin  
1 Page

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 01B 32/19, C 01B 32/225, C 01B 32/198

CPC : C01B 32/225, C01P 2004/03, H01M 10/54, Y02W 30/84

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	CN110357081 A (BEIHANG UNIVERSITY) 22 octobre 2019 (2019-10-22) Description, paragraphes 5-25	1-10
X	CN110364731 A (BEIHANG UNIVERSITY) 22 octobre 2019 (2019-10-22) Description, paragraphes 4-21	1-10
X	CN110357082 A (BEIHANG UNIVERSITY) 22 octobre 2019 (2019-10-22) Description, paragraphes 5-23	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 : CN110357081A

**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 considéré comme l'état de la technique le plus proche et divulgué (voir description, paragraphes 5-25) : une méthode de préparation du graphène au moyen d'une intercalation de métal alcalin, comprenant les étapes suivantes : (1) dans un environnement inerte, mélange d'un matériau graphite et d'un métal alcalin pour obtenir un matériau composite graphite-carbone-métal alcalin uniformément mélangé, et maintien dans un environnement inerte pendant plus de 10 heures, de sorte que la réaction d'intercalation du métal se produise jusqu'à ce que le matériau composite devienne jaune doré à partir du noir ; et (2) introduction du matériau composite obtenu dans un milieu liquide capable de réagir avec le matériau composite pour la réaction, élimination du matériau d'intercalation, et réalisation d'une oscillation, d'un nettoyage et d'une séparation afin d'obtenir le matériau graphène. Le métal alcalin est un ou plusieurs des métaux suivants : lithium, sodium et potassium ; le matériau de graphite peut être de la poudre de graphite ; le rapport de masse entre le matériau de graphite et le métal alcalin est de 1 à 10 : 1 ; le milieu liquide est un ou plusieurs des métaux suivants : eau, méthanol, éthanol, propanol, n-butanol, éthylène glycol, acide formique, acide acétique, acide propionique et acide chlorhydrique.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le peroxyde de métal et/ou le superoxyde de métal alcalin sont adoptés pour remplacer les métaux alcalins, et le graphite intercalé réagissant dans le milieu liquide est chauffé pour préparer le graphite expansé.

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

En ce qui concerne les revendications 1 et 10, le métal alcalin dans D1 réagit dans un milieu liquide pour obtenir de l'hydroxyde de métal alcalin ou un sel de métal alcalin et de l'hydrogène, de sorte que l'expansion de l'intercalation et du gaz vers la couche de feuille est réalisée. L'homme du métier sait que le mécanisme de réaction du peroxyde de métal alcalin ou du superoxyde et du métal alcalin en milieu liquide est similaire, la différence résidant dans le fait que le gaz de génération de la réaction est différent, mais que l'effet d'expansion du gaz est le même, et l'homme du métier concevrait facilement de remplacer le métal alcalin par le peroxyde de métal alcalin ou le superoxyde de métal alcalin. En outre, le chauffage du graphite intercalé pour obtenir du graphite expansé est un procédé conventionnel.

En ce qui concerne les revendications 2 à 5 et 7, le peroxyde de métal spécifique et le superoxyde de métal alcalin sont des choix conventionnels, le rapport de matière et le temps de repos, et le milieu liquide peuvent être obtenus par un ajustement conventionnel sur la base de D1.

En ce qui concerne les revendications 6, 8 et 9, la température et la durée de chauffage du graphite expansé, la taille des particules de la poudre de graphite et la méthode de préparation sont des moyens techniques conventionnels.

Par conséquent, l'objet des revendications 1-10 n'impliquent 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.