

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 62708 A1** (51) Cl. internationale : **C22B 21/0023; C22B 3/20**

(43) Date de publication :
31.05.2024

(21) N° Dépôt :
62708

(22) Date de Dépôt :
28.04.2022

(30) Données de Priorité :
28.09.2021 CN 202111144865.1

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/CN2022/090070 28.04.2022

(71) Demandeur(s) :

- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
- **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**

(72) Inventeur(s) :
RUAN, Dingshan ; LI, Changdong ; CHEN, Ruokui ; QIAO, Yanchao ; CAI, Yong ; OUYANG, Shibao

(74) Mandataire :
SABA & CO., TMP

(54) Titre : **PROCÉDÉ D'ÉLIMINATION EFFICACE DU FLUOR D'UNE BATTERIE AU LITHIUM USAGÉE**

(57) Abrégé : La divulgation concerne un procédé d'élimination efficace du fluor d'une batterie au lithium usagée. Le procédé consiste à : mélanger de l'aluminium et une solution d'hydroxyde de sodium en vue de provoquer une réaction pour obtenir une solution de méta-aluminate de sodium ; introduire de l'acide sulfurique dans la solution de méta-aluminate de sodium et agiter en vue de provoquer une réaction à une certaine température pour obtenir un agent d'élimination de fluor ; ajouter un germe cristallin de fluoroaluminate de sodium et l'agent d'élimination de fluor dans une solution de lixiviation de poudre de batterie exempte d'impuretés, introduire une solution de carbonate de sodium en même temps, provoquer une réaction à une certaine température, réguler la valeur de pH d'un

point limite de réaction et effectuer une séparation solide-liquide après que la réaction a été achevée pour obtenir un liquide exempt de fluor et des résidus de filtre ; et ajouter la solution d'hydroxyde de sodium dans les résidus de filtre en vue de provoquer une réaction et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du fluor et de l'aluminium, ainsi que des résidus insolubles. Selon la présente invention, l'élimination du fluor est induite par l'ajout du germe cristallin de fluoroaluminate de sodium ; et pendant l'élimination du fluor, le fluoroaluminate de sodium de germe cristallin est d'abord ajouté à la solution de lixiviation de batterie, et par induction du germe cristallin, la combinaison de fluor et d'aluminium dans la solution peut être accélérée pour générer de l'hexafluoroaluminate de sodium, le temps de réaction est raccourci, l'efficacité d'élimination du fluor est améliorée et le fluor présent dans la solution peut être éliminé pour atteindre un taux inférieur à 20 mg/L, ce qui permet d'atteindre l'objectif d'élimination profonde du fluor.

ABRÉGÉ

La présente invention concerne un procédé permettant d'éliminer efficacement le fluor d'une batterie au lithium usagée. Le procédé comprend :

5 le mélange d'aluminium et d'une solution d'hydroxyde de sodium pour la réaction afin d'obtenir une solution de méta-aluminate de sodium ; l'introduction d'acide sulfurique dans la solution de méta-aluminate de sodium, et l'agitation pour la réaction à une certaine température afin d'obtenir un agent d'élimination du fluor ; l'ajout d'un cristal de semence de

10 fluoroaluminate de sodium et de l'agent d'élimination du fluor dans une solution de lixiviation de poudre de batterie débarrassée de ses impuretés, l'introduction simultanée d'une solution de carbonate de sodium, la réalisation d'une réaction à une certaine température, le contrôle de la valeur pH d'un point final de réaction et la réalisation d'une séparation

15 solide-liquide après la fin de la réaction pour obtenir un liquide débarrassé du fluor et des résidus de filtrage ; et l'ajout de la solution d'hydroxyde de sodium dans les résidus de filtrage en vue d'une réaction et la réalisation d'une séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du fluor et de

20 l'aluminium, et des résidus insolubles. Selon la présente invention, l'élimination du fluor est induite par l'ajout d'un cristal de semence de fluoroaluminate de sodium. Au cours de l'élimination du fluor, le cristal de semence de fluoroaluminate de sodium est d'abord ajouté à la solution de lixiviation de la batterie. Ainsi, grâce à l'induction du cristal de semence, la combinaison du fluor et de l'aluminium dans la solution peut être accélérée

25 pour générer de l'hexafluoroaluminate de sodium, le temps de réaction est raccourci, l'efficacité de l'élimination du fluor est améliorée et le fluor dans la solution peut être éliminé à une concentration inférieure à 20 mg/L, ce qui permet d'atteindre l'objectif d'une élimination profonde du fluor.

PROCÉDÉ D'ÉLIMINATION EFFICACE DU FLUOR D'UNE BATTERIE AU LITHIUM USAGÉE

5 **DOMAINE DE L'INVENTION**

[0001] L'invention concerne le domaine technique de la récupération des batteries au lithium usagées, et plus particulièrement un procédé permettant d'éliminer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées.

10 **ÉTAT DE LA TECHNIQUE**

[0002] La batterie au lithium est une batterie de stockage d'énergie propre prometteuse, à présent principalement utilisée dans l'électronique grand public et les véhicules à énergie nouvelle. Avec le développement considérable des téléphones mobiles, des ordinateurs portables, des appareils photo numériques, des véhicules électriques, des outils électriques, des véhicules à énergie nouvelle et d'autres industries en Chine, la demande de batteries au lithium va continuer à augmenter. Cependant, les batteries au lithium ont une durée de vie. La durée de vie des piles au lithium est généralement de 5 à 8 ans, et la durée de vie effective est de 4 à 6 ans. Par conséquent, le nombre de batteries au lithium usagées augmentera fortement, et leur recyclage est devenu un problème urgent à résoudre.

[0003] Le recyclage et le traitement des batteries au lithium usagées comprennent principalement le procédé pyrogène et le procédé hydrique. A l'heure actuelle, la plupart des batteries au lithium usagées sont principalement traitées par le processus de recyclage par voie hydrique. Le processus de recyclage par voie hydrique comprend les étapes de décharge, de broyage, de tri et de tamisage des batteries au lithium usagées pour obtenir la poudre de batterie, puis la lixiviation de la poudre de batterie avec de l'acide et un agent réducteur pour obtenir des métaux tels que le nickel, le cobalt, le manganèse, le lithium, l'ajout de réactifs pour éliminer les impuretés, et l'obtention d'une solution de sulfate de nickel, de cobalt et de manganèse raffinée après extraction, qui est ensuite utilisée pour synthétiser des matériaux précurseurs. Étant donné que les batteries au lithium usagées contiennent elles-mêmes de l'hexafluorophosphate de lithium comme électrolyte et que du fluorure de sodium est introduit lors de l'élimination des impuretés, la teneur en fluor dans la solution de lixiviation de la poudre de batterie est de 1-3g/L. La présence de fluor ne provoque pas seulement la

corrosion des équipements, mais affecte également les produits précurseurs synthétisés. A l'heure actuelle, il existe peu de rapports publics sur le procédé d'élimination du fluor de la solution de lixiviation de la poudre de batterie qui se concentrent principalement sur l'élimination du fluor du système de sel de calcium. Par exemple, des technologies connexes ont mis au point un processus d'élimination du fluor pour les batteries au lithium usagées. Tout d'abord, de l'oxyde de calcium est ajouté à la solution de lixiviation des batteries usagées pour éliminer le fluor, puis l'adsorption sur résine est utilisée pour éliminer à nouveau le fluor afin de réduire la concentration de fluor dans la solution de lixiviation. Dans ce processus, l'ajout d'oxyde de calcium pour éliminer le fluor provoque non seulement la précipitation du nickel, du cobalt et du manganèse, mais introduit également des ions de calcium, et il est nécessaire d'ajouter une étape ultérieure d'élimination du calcium. Compte tenu de certains des problèmes susmentionnés liés à l'élimination du fluor des batteries au lithium usagées, il est urgent de développer de nouveaux procédés visant à l'éliminer.

RÉSUMÉ DE L'INVENTION

[0004] La présente invention vise à résoudre au moins l'un des problèmes techniques susmentionnés existant dans l'art antérieur. En conséquence, la présente invention propose un procédé permettant d'éliminer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées.

[0005] Selon un aspect de la présente invention, un procédé permettant d'éliminer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées est proposé, comprenant les étapes suivantes :

Étape 1 : le mélange d'aluminium avec une solution d'hydroxyde de sodium pour obtenir une solution de méta-aluminate de sodium;

Étape 2 : l'introduction d'acide sulfurique dans la solution de méta-aluminate de sodium, l'agitation et la réaction à une certaine température pour obtenir un agent de défluoration;

Étape 3 : l'ajout de cristaux de semences de fluoroaluminate de sodium et de l'agent de défluoration à la solution de lixiviation de poudre de batterie débarrassée de ses impuretés, et l'introduction simultanée d'une solution de carbonate de sodium, la réaction à une certaine température et le contrôle du pH à la fin de la réaction, l'exécution d'une séparation solide-liquide après la fin de la réaction pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; étant donné qu'une petite quantité d'ions

d'aluminium est dissoute au cours de la réaction, le carbonate de sodium peut être utilisé pour ajuster le pH de la solution afin de s'assurer que les ions d'aluminium dans la solution sont très faibles, de manière à éviter l'introduction d'aluminium impur au cours de l'élimination du fluor;

5 Étape 4: l'ajout d'une solution d'hydroxyde de sodium au résidu de filtration pour la réaction, et la séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du fluor d'aluminium et un résidu insoluble.

[0006] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, l'aluminium est une poudre de résidus d'aluminium récupérée à partir de
10 batteries au lithium usagées. Plus précisément, l'aluminium est de la poudre de résidus d'aluminium obtenue en désassemblant, en écrasant, en triant, en tamisant et en cassant finement la batterie au lithium usagée. Le matériau résiduel obtenu par réaction de la poudre de résidus d'aluminium avec la
15 solution d'hydroxyde de sodium peut être ajouté à la réaction de lixiviation acide de la poudre de batterie. Le résidu d'aluminium obtenu par le démantèlement et le broyage de la batterie au lithium usagée est utilisé pour préparer l'agent de défluoration. Le résidu d'aluminium obtenu par le démantèlement et le broyage de la batterie au lithium usagée est finement cassé et tamisé pour obtenir la poudre de résidu d'aluminium. Après avoir
20 ajouté une solution d'hydroxyde de sodium pour la réaction, on filtre pour obtenir une solution de méta-aluminate de sodium, puis on ajoute de l'acide sulfurique pour préparer l'agent de défluoration à base d'aluminium, qui a non seulement un bon effet d'élimination du fluorure, mais qui réduit également considérablement le coût d'élimination du fluor.

25 [0007] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 1, le rapport solide-liquide de l'aluminium à la solution d'hydroxyde de sodium est de 1:(2-5) g/ml, et la concentration massique de l'hydroxyde de sodium est de 10-30 %.

[0008] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape
30 1, la température de réaction est de 50-80° C, et le temps de réaction est de 30-60 min.

[0009] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, la température de réaction est de 80-95° C, et la vitesse d'agitation est de 150-300 tr/min.

35 [0010] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, la concentration massique de l'acide sulfurique est de 10 à 20 %, et le débit de l'acide sulfurique est de 1,0 à 2,5 ml/min.

[0011] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 2, une quantité appropriée d'eau est évaporée pour concentrer la solution de réaction pendant la réaction, jusqu'à ce que la concentration d'ions aluminium dans la solution de réaction soit ajustée à 0,8-1,5 g/L, et que le pH à la fin de la réaction soit ajusté à 2,0-3,0.

[0012] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la solution de lixiviation de poudre de batterie débarrassée des impuretés est préparée par le procédé suivant : dépulpage de la poudre de batterie usagée avec de l'eau, lixiviation avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène, et élimination des impuretés.

[0013] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la quantité d'ajout du cristal de semence de fluoroaluminate de sodium est de 1-3g/L ; de préférence, la quantité d'ajout de l'agent d'élimination du fluor est déterminée sur la base du rapport molaire de l'aluminium dans l'agent de défluoration au fluor dans la solution de lixiviation de la poudre de batterie comme (1-1,5) : 6.

[0014] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la concentration massique de la solution de carbonate de sodium est de 10 à 15 %, et le débit de la solution de carbonate de sodium introduite est de 0,5 à 2,0 ml/min.

[0015] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 3, la température de réaction est de 40-60° C, et le temps de réaction est de 60-90 min ; le pH à la fin de la réaction est contrôlé à 5,0-5,5.

[0016] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, l'étape 4 comprend en outre la transformation du filtrat contenant de l'aluminium-fluor en fluoroaluminate de sodium : introduction d'acide sulfurique dilué dans le filtrat contenant de l'aluminium-fluor, agitation à une certaine température et contrôle du pH à la fin de la réaction, arrêt de l'agitation lorsque le pH de la solution est stable, vieillissement de la solution pendant un certain temps, puis filtrage et lavage du résidu de filtrage avec de l'eau, et séchage pour obtenir du fluoroaluminate de sodium. De préférence, la concentration massique de l'acide sulfurique dilué introduit est de 5-12%, le débit de l'acide sulfurique dilué est de 0,5-2,0 ml/min, la température de réaction est de 40-60°C, la vitesse d'agitation est de 150-200 rpm, et le pH à la fin de la réaction est de 6,0-6,5, et le temps de maturation est de 12-18h.

[0017] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 4, la concentration massique de la solution d'hydroxyde de sodium est de 20

à 30 %, la température de réaction après l'ajout de la solution d'hydroxyde de sodium au résidu de filtration est de 80 à 90 °C, et le temps de réaction est de 20 à 40 minutes. La réaction est effectuée sous agitation, à une vitesse comprise entre 200 et 400 tours/minute.

5 [0018] Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape 4, le résidu insoluble peut être ajouté à la réaction de lixiviation de la poudre de batterie.

[0019] Selon un mode de réalisation préféré, les effets bénéfiques de la présente invention sont au moins les suivants :

10 [0020] 1. Grâce au procédé d'élimination du fluor de la présente invention, l'effet d'élimination du fluor est excellent. Le fluor peut être éliminé à moins de 20mg/L, et la concentration d'ions d'aluminium introduits dans la solution défluorée est inférieure à 1mg/L. Il n'est pas nécessaire d'éliminer à nouveau le fluor une fois que la solution défluorée entre dans l'atelier de traitement
15 des eaux usées après avoir récupéré le nickel, le cobalt, le manganèse et le lithium. Le taux d'élimination du fluor peut atteindre 99 %. Le résidu après l'élimination du fluor peut être purifié pour produire du fluoroaluminate de sodium d'une pureté supérieure à 97 %. Il peut être utilisé comme cosolvant dans l'industrie de l'aluminium électrolytique, comme pesticide pour les
20 cultures, comme agent de fusion et opalisateur pour les glaçures émaillées. La valeur potentielle du recyclage est considérable.

[0021] 2. La présente invention utilise l'ajout de cristaux de semences de fluoroaluminate de sodium pour induire l'élimination du fluor. Le cristal de semence de fluoroaluminate de sodium est d'abord introduit dans la solution
25 de lixiviation de la batterie tout en éliminant le fluor. L'induction du cristal de semence permet non seulement d'accélérer la combinaison du fluor et de l'aluminium dans la solution pour former de l'hexafluoroaluminate de sodium, de raccourcir le temps de réaction, d'améliorer l'efficacité de l'élimination du fluorure, mais aussi de rendre le fluor dans la solution inférieur à 20mg/L,
30 afin d'atteindre l'objectif de l'élimination du fluor en profondeur.

[0022] 3. Le résidu de l'élimination du fluor peut être transformé en fluoroaluminate de sodium de haute pureté. Le résidu obtenu après l'élimination du fluor est un mélange de fluoroaluminate de sodium et de carbonate de nickel, de cobalt et de manganèse. Le fluoroaluminate de
35 sodium est dissous par l'ajout d'une solution d'hydroxyde de sodium, tandis que le carbonate de nickel, de cobalt et de manganèse est insoluble. Après filtration, on obtient le filtrat et le résidu de filtration. Le résidu de filtration

peut retourner à l'étape de lixiviation acide de la poudre de batterie pour dissolution. Il est ensuite soumis à un ajustement du pH par l'ajout d'acide sulfurique pour la réaction, la maturation, la filtration, le lavage et le séchage pour obtenir du fluoroaluminat de sodium de grande pureté.

5

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

[0023] La présente invention sera décrite plus en détail ci-dessous en référence aux dessins et exemples qui l'accompagnent, dans lesquels:

10 [0024] La figure 1 est un organigramme du processus de l'exemple 1 de la présente invention.

DESCRIPTION DÉTAILLÉE

15 [0025] Ci-après, le concept de la présente invention et les effets techniques produits seront décrits clairement et complètement en référence aux exemples, afin de comprendre pleinement l'objectif, les caractéristiques et les effets de celle-ci. Il est évident que les exemples décrits ne constituent qu'une partie des exemples de la présente invention, et non la totalité et que d'autres exemples obtenus par les personnes compétentes en la matière sur la base des exemples de la présente invention sans effort créatif entrent dans le

20 champ de protection de celle-ci.

Exemple 1

[0026] Un procédé permettant d'éliminer et de récupérer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées, se présentant spécifiquement comme suit:

25 (1) Prétraitement : après avoir été déchargée, la batterie au lithium usagée a été désassemblée, morcelée, triée et criblée afin d'obtenir de la poudre de batterie et des résidus d'aluminium;

30 (2) Préparation de l'agent défluorant à base d'aluminium : après avoir été finement broyé, le résidu d'aluminium a été passé à travers un tamis de 100 mesh pour obtenir une poudre de résidu d'aluminium; la poudre de résidu d'aluminium obtenue a été mélangée à une solution d'hydroxyde de sodium à 10 % sur la base d'un rapport solide-liquide de 1 : 5 g/ml, agité et réagissant pendant 60 minutes à 80°C ; la solution a été filtrée pour obtenir un résidu insoluble et une solution de métaaluminat de sodium après

35 réaction ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour la lixiviation acide et la dissolution ; de l'acide sulfurique avec une concentration massique de 10% a été ajouté à la solution de métaaluminat de sodium à

l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 2.5ml/min, la température de réaction étant de 90°C, la vitesse d'agitation de 150rpm ; une quantité appropriée d'eau a été évaporée pour concentrer la solution jusqu'à ce que la concentration d'ions d'aluminium dans la solution soit concentrée à 0,8g/L, et que le pH soit stable à 3,0 ; après que la solution soit devenue claire, l'agitation a été arrêtée pour obtenir un agent de défluoration contenant des ions d'aluminium;

(3) Lixiviation de la poudre de batterie et élimination des impuretés : la poudre de batterie de l'étape (1) a été pulvérisée avec de l'eau pure, puis lixiviée avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène, après élimination des impuretés, on a obtenu une solution purifiée contenant du fluor, dont la teneur en composants est indiquée dans le tableau 1;

Tableau 1 Teneur en composants de la solution purifiée contenant du fluor (g/L)

Ni ²⁺	Co ²⁺	Mn ²⁺	Li ⁺	Na ⁺	F ⁻
35.45	8.54	10.71	2.63	20.35	2.32

15

(4) Ajout de cristaux de semences de fluoroaluminat de sodium pour induire l'élimination du fluorure: 1g/L de cristal de semence de fluoroaluminat de sodium a été ajouté à 0,5L de solution purifiée contenant du fluor à l'avance; puis l'agent de défluoration de l'étape (3) a été ajouté, et la quantité d'agent de défluoration ajoutée a été déterminée sur la base du rapport molaire de l'aluminium dans l'agent de défluoration au fluor dans la solution purifiée contenant du fluor comme étant de 1.1:6 ; et une solution de carbonate de sodium avec une concentration massique de 10% a été introduite par une pompe péristaltique à un débit de 1ml/min dans des conditions de vitesse d'agitation de 100rpm et de température de 40°C ; la réaction s'est déroulée pendant 90 minutes, le pH à la fin de la réaction a été contrôlé à 5.5 ; après la réaction, la solution a été filtrée pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; le résidu de filtration a été lavé deux fois avec de l'eau pure, et l'eau de lavage a été combinée à la solution défluorée pour obtenir un total de 0,725 L de solution défluorée;

(5) Récupération du résidu de filtration pour préparer du fluoroaluminat de sodium de haute pureté : après dépulpage du résidu de filtration à l'étape (4) avec de l'eau pure, une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration massique de 20 % a été ajoutée pour ajuster le pH à 12 et a réagi pendant 40 minutes dans des conditions de vitesse d'agitation de

35

200 tr/min et de température de 80°C ; la solution a été filtrée après réaction pour obtenir un filtrat et un résidu insoluble ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour une lixiviation acide et une dissolution ; l'acide sulfurique avec une concentration massique de 12 % a été ajouté au filtrat à l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 0.5 ml/min ; la réaction a été effectuée à une vitesse d'agitation de 150rpm et à une température de 40°C ; l'agitation a été arrêtée jusqu'à ce que le pH de la solution soit stable à 6,5, la solution a été laissée mûrir pendant 12h, puis filtrée. Le résidu du filtre a été lavé avec de l'eau pure 3 fois, et séché pour obtenir du fluoroaluminat de sodium de haute pureté.

Exemple 2

[0027] Un procédé permettant d'éliminer et de récupérer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées, se présentant spécifiquement comme suit:

(1) Prétraitement : après avoir été déchargée, la batterie au lithium usagée a été désassemblée, morcelée, triée et criblée afin d'obtenir de la poudre de batterie et des résidus d'aluminium;

(2) Préparation de l'agent défluorant à base d'aluminium : après avoir été finement broyé, le résidu d'aluminium a été passé à travers un tamis de 100 mesh pour obtenir une poudre de résidu d'aluminium; la poudre de résidu d'aluminium obtenue a été mélangée à une solution d'hydroxyde de sodium à 10 % sur la base d'un rapport solide-liquide de 1:2 g/ml, agité et réagissant pendant 40 minutes à 50°C ; la solution a été filtrée pour obtenir un résidu insoluble et une solution de métaaluminat de sodium après réaction ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour la lixiviation acide et la dissolution ; de l'acide sulfurique avec une concentration massique de 20% a été ajouté à la solution de métaaluminat de sodium à l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 1.0ml/min, la température de réaction étant de 80°C, la vitesse d'agitation de 200rpm ; une quantité appropriée d'eau a été évaporée pour concentrer la solution jusqu'à ce que la concentration d'ions d'aluminium dans la solution soit concentrée à 1,5g/L, et que le pH soit stable à 2,0 ; après que la solution soit devenue claire, l'agitation a été arrêtée pour obtenir un agent de défluoration contenant des ions d'aluminium;

(3) Lixiviation de la poudre de batterie et élimination des impuretés : la poudre de batterie de l'étape (1) a été pulvérisée avec de l'eau pure, puis lixiviée avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène,

après élimination des impuretés, on a obtenu une solution purifiée contenant du fluor, dont la teneur en composants est indiquée dans le tableau 2;

Tableau 2 Teneur en composants de la solution purifiée contenant du fluor (g/L)

Ni ²⁺	Co ²⁺	Mn ²⁺	Li ⁺	Na ⁺	F ⁻
25.47	10.45	14.28	2.44	19.36	2.41

5

(4) Ajout de cristaux de semences de fluoroaluminat de sodium pour induire l'élimination du fluorure: 3g/L de cristal de semence de fluoroaluminat de sodium a été ajouté à 0,8L de solution purifiée contenant du fluor à l'avance; puis l'agent de défluoration de l'étape (3) a été ajouté, et la quantité d'agent de défluoration ajoutée a été déterminée sur la base du rapport molaire de l'aluminium dans l'agent de défluoration au fluor dans la solution purifiée contenant du fluor comme étant de 1.3:6 ; et une solution de carbonate de sodium avec une concentration massique de 15% a été introduite par une pompe péristaltique à un débit de 1ml/min dans des conditions de vitesse d'agitation de 50rpm et de température de 60°C ; la réaction s'est déroulée pendant 60 minutes, le pH à la fin de la réaction a été ajusté à 5.5; après la réaction, la solution a été filtrée pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; le résidu de filtration a été lavé deux fois avec de l'eau pure, et l'eau de lavage a été combinée à la solution défluorée pour obtenir un total de 1,6 L de solution défluorée;

(5) Récupération du résidu de filtration pour préparer du fluoroaluminat de sodium de haute pureté : après dépulpage du résidu de filtration à l'étape (4) avec de l'eau pure, une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration massique de 30 % a été ajoutée pour ajuster le pH à 14 et a réagi pendant 20 minutes dans des conditions de vitesse d'agitation de 400 tr/min et de température de 90°C ; la solution a été filtrée après réaction pour obtenir un filtrat et un résidu insoluble ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour une lixiviation acide et une dissolution ; l'acide sulfurique avec une concentration massique de 10 % a été ajouté au filtrat à l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 1.0 ml/min ; la réaction a été effectuée à une vitesse d'agitation de 200rpm et à une température de 60°C ; l'agitation a été arrêtée jusqu'à ce que le pH de la solution soit stable à 6,5, la solution a été laissé murer pendant 18h, puis filtrée. Le résidu du filtre a été lavé avec de l'eau pure 3 fois, et séché pour obtenir du fluoroaluminat de sodium de haute pureté.

35

Exemple 3

[0028] Un procédé permettant d'éliminer et de récupérer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées, se présentant spécifiquement comme suit:

5 (1) Prétraitement : après avoir été déchargée, la batterie au lithium usagée a été désassemblée, morcelée, triée et criblée afin d'obtenir de la poudre de batterie et des résidus d'aluminium;

(2) Préparation de l'agent défluorant à base d'aluminium : après avoir été finement broyé, le résidu d'aluminium a été passé à travers un tamis
10 de 100 mesh pour obtenir une poudre de résidu d'aluminium; la poudre de résidu d'aluminium obtenue a été mélangée à une solution d'hydroxyde de sodium à 20 % sur la base d'un rapport solide-liquide de 1:3 g/ml, agité et réagissant pendant 50 minutes à 65°C ; la solution a été filtrée pour obtenir
15 un résidu insoluble et une solution de métaaluminatate de sodium après réaction ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour la lixiviation acide et la dissolution ; de l'acide sulfurique avec une concentration massique de 15% a été ajouté à la solution de métaaluminatate de sodium à l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 1.5ml/min, la température de réaction étant de 85°C, la vitesse d'agitation de 250rpm ; une
20 quantité appropriée d'eau a été évaporée pour concentrer la solution jusqu'à ce que la concentration d'ions d'aluminium dans la solution soit concentrée à 1,0g/L, et que le pH soit stable à 2,50 ; après que la solution soit devenue claire, l'agitation a été arrêtée pour obtenir un agent de défluoration contenant des ions d'aluminium;

25 (3) Lixiviation de la poudre de batterie et élimination des impuretés : la poudre de batterie de l'étape (1) a été pulvérisée avec de l'eau pure, puis lixiviée avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène, après élimination des impuretés, on a obtenu une solution purifiée contenant du fluor, dont la teneur en composants est indiquée dans le tableau 3;

30 Tableau 3 Teneur en composants de la solution purifiée contenant du fluor (g/L)

Ni ²⁺	Co ²⁺	Mn ²⁺	Li ⁺	Na ⁺	F ⁻
10.32	32.45	8.43	2.54	18.87	2.35

(4) Ajout de cristaux de semences de fluoroaluminatate de sodium pour induire l'élimination du fluorure: 2g/L de cristal de semence de
35 fluoroaluminatate de sodium a été ajouté à 1,0L de solution purifiée contenant

du fluor à l'avance; puis l'agent de défluoration de l'étape (3) a été ajouté, et la quantité d'agent de défluoration ajoutée a été déterminée sur la base du rapport molaire de l'aluminium dans l'agent de défluoration au fluor dans la solution purifiée contenant du fluor comme étant de 1.2:6 ; et une solution de carbonate de sodium avec une concentration massique de 12% a été introduite par une pompe péristaltique à un débit de 1ml/min dans des conditions de vitesse d'agitation de 80rpm et de température de 50°C ; la réaction s'est déroulée pendant 70 minutes, le pH à la fin de la réaction a été ajusté à 5.5; après la réaction, la solution a été filtrée pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; le résidu de filtration a été lavé deux fois avec de l'eau pure, et l'eau de lavage a été combinée à la solution défluorée pour obtenir un total de 1,56 L de solution défluorée;

(5) Récupération du résidu de filtration pour préparer du fluoroaluminate de sodium de haute pureté : après dépulpage du résidu de filtration à l'étape (4) avec de l'eau pure, une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration massique de 25 % a été ajoutée pour ajuster le pH à 12 et a réagi pendant 30 minutes dans des conditions de vitesse d'agitation de 300 tr/min et de température de 85°C ; la solution a été filtrée après réaction pour obtenir un filtrat et un résidu insoluble ; le résidu insoluble a été transféré à l'étape (3) pour une lixiviation acide et une dissolution ; l'acide sulfurique avec une concentration massique de 5 % a été ajouté au filtrat à l'aide d'une pompe péristaltique à un taux d'écoulement de 2.0 ml/min ; la réaction a été effectuée à une vitesse d'agitation de 180rpm et à une température de 60°C ; l'agitation a été arrêtée jusqu'à ce que le pH de la solution soit stable à 6,5, la solution a été laissée mûrir pendant 15h, puis filtrée. Le résidu du filtre a été lavé avec de l'eau pure 3 fois, et séché pour obtenir du fluoroaluminate de sodium de haute pureté.

Exemple comparatif 1

[0029] Un procédé pour éliminer le fluor de la solution de lixiviation d'une batterie au lithium usagée, le procédé spécifique étant le suivant:

(1) Prétraitement: après avoir été déchargée, la batterie au lithium usagée a été désassemblée, morcelée, triée et criblée afin d'obtenir de la poudre de batterie et des résidus d'aluminium;

(2) Lixiviation de la poudre de batterie et élimination des impuretés : la poudre de batterie de l'étape (1) a été pulvérisée avec de l'eau pure, puis lixiviée avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène, après élimination des impuretés, on a obtenu une solution purifiée contenant

du fluor, dont la teneur en composants est indiquée dans le tableau 4;

Tableau 4 Teneur en composants de la solution purifiée contenant du fluor (g/L)

Ni ²⁺	Co ²⁺	Mn ²⁺	Li ⁺	Na ⁺	F ⁻
33.29	10.28	12.56	2.45	19.55	2.39

5 (3) Ajout d'hydroxyde de calcium pour éliminer le fluor: 3,0 fois la quantité théorique d'hydroxyde de calcium nécessaire pour réagir avec le fluor ont été ajoutés à 0,5 L de solution purifiée contenant du fluor ; agitation et réaction à 60°C pendant 90 minutes ; de l'acide sulfurique à 15 % a été ajouté pour maintenir le pH de la solution à 5.5; après la réaction, on a filtré
10 pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; le résidu de filtration a été lavé deux fois avec de l'eau pure, et l'eau de lavage a été combinée à la solution défluorée pour obtenir un total de 2,3 L de solution défluorée;

(4) Purification du résidu défluoré : le résidu défluoré de l'étape (3)
15 a été pulvérisé avec de l'eau pure, de l'acide sulfurique à 20 % a été ajouté pour ajuster le pH à 1. Le résidu insoluble a été lavé 3 fois avec de l'eau pure, et l'eau de lavage a été combinée au filtrat, et le filtrat a été transféré à (2) pour la mise en pâte de la poudre de batterie, et le résidu insoluble a été lavé et séché pour obtenir du fluorure de calcium purifié.

20 Exemple d'essai

[0030] Le tableau 5 montre la comparaison des performances d'élimination du fluor entre les exemples 1 à 3 et l'exemple comparatif 1. Les données spécifiques ont été obtenues en testant l'électrode sélective d'ions fluor et l'équipement ICP-AES.

25 Tableau 5: Comparaison des performances d'élimination du fluor de l'agent de défluoration entre les exemples et l'exemple comparatif.

	Concentration en fluor de la solution purifiée contenant du fluor (g/L)	Concentration en fluor de la solution défluorée (g/L)	Concentration en impuretés de la solution défluorée (g/L)	Taux d'élimination du fluor en (%)	Pureté du résidu après purification en (%)
Exemple 1	2.32	0.016	<0.001(Al)	99%	97%

Exemple 2	2.41	0.012	<0.001(Al)	99%	97%
Exemple 3	2.35	0.015	<0.001(Al)	99%	98%
Exemple Comparatif 1	2.39	0.078	0.28(Ca)	85%	81%

[0031] dans lequel, le taux d'élimination du fluor $\eta = \frac{C_1V_1 - C_2V_2}{C_1V_1} \times 100\%$

(C1 et V1 sont la concentration en fluor et le volume de la solution purifiée contenant du fluor, respectivement, et C2 et V2 sont la concentration en fluor et le volume de la solution défluorée).

[0032] Le tableau 5 montre que la concentration en fluor de la solution défluorée dans les exemples était inférieure à 0,02 g/l, que l'ion aluminium introduit après l'élimination du fluor était inférieur à 0,001 g/l et que le taux d'élimination du fluor est de 99 %. Après purification, le résidu défluoré peut être transformé en fluoroaluminate de sodium avec une pureté allant jusqu'à 97 %. Par rapport à l'exemple comparatif, l'effet d'élimination du fluor dans les exemples est manifestement meilleur. Le résidu purifié (par exemple le fluorure de calcium) de l'exemple comparatif 1 dans le tableau a une pureté inférieure. En effet, lorsque l'hydroxyde de calcium est utilisé pour éliminer le fluor, il se forme non seulement du fluorure de calcium mais aussi du sulfate de calcium, ce qui fait que la pureté du fluorure de calcium produit n'est pas élevée.

[0033] Les exemples de la présente invention sont décrits en détail ci-dessus en référence aux dessins qui l'accompagnent, mais cette dernière n'est pas limitée à ceux qui sont décrits. Dans le cadre des connaissances que possède l'homme de l'art ordinaire, diverses modifications peuvent être apportées sans s'écarter de l'objectif de la présente invention. En outre, en l'absence de conflit, les exemples de la présente invention et les caractéristiques des exemples peuvent être combinés entre eux.

REVENDICATIONS

1. Un procédé permettant d'éliminer efficacement le fluor des batteries au lithium usagées est proposé, comprenant les étapes suivantes :

5 Étape 1 : le mélange d'aluminium avec une solution d'hydroxyde de sodium pour obtenir une solution de méta-aluminate de sodium;

 Étape 2 : l'introduction d'acide sulfurique dans la solution de méta-aluminate de sodium, l'agitation et la réaction à une certaine température pour obtenir un agent de défluoration;

10 Étape 3 : l'ajout de cristaux de semences de fluoroaluminate de sodium et de l'agent de défluoration à la solution de lixiviation de poudre de batterie débarrassée de ses impuretés, et l'introduction simultanée d'une solution de carbonate de sodium, la réaction à une certaine température et le contrôle du pH à la fin de la réaction, l'exécution d'une séparation
15 solide-liquide après la fin de la réaction pour obtenir une solution défluorée et un résidu de filtration ; étant donné qu'une petite quantité d'ions d'aluminium est dissoute au cours de la réaction, le carbonate de sodium peut être utilisé pour ajuster le pH de la solution afin de s'assurer que les ions d'aluminium dans la solution sont très faibles, de manière à éviter
20 l'introduction d'aluminium impur au cours de l'élimination du fluor;

 Étape 4 : l'ajout d'une solution d'hydroxyde de sodium au résidu de filtration pour la réaction, et la séparation solide-liquide pour obtenir un filtrat contenant du fluor d'aluminium et un résidu insoluble.

25 2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 1, l'aluminium est une poudre de résidus d'aluminium récupérée à partir de batteries au lithium usagées.

30 3. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 2, la température de réaction est de 80-95° C, et la vitesse d'agitation est de 150-300 tr/min.

35 4. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 2, une quantité appropriée d'eau est évaporée pour concentrer la solution de réaction pendant la réaction, jusqu'à ce que la concentration d'ions aluminium dans la solution de réaction soit ajustée à 0,8-1,5 g/L, et que le pH à la fin de la réaction soit ajusté à 2,0-3,0.

5 5. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 3, la solution de lixiviation de poudre de batterie débarrassée des impuretés est préparée par le procédé suivant : dépulpage de la poudre de batterie usagée avec de l'eau, lixiviation avec de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène, et élimination des impuretés.

10 6. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 3, la quantité d'ajout du cristal de semence de fluoroaluminate de sodium est de 1-3g/L ; de préférence, la quantité d'ajout de l'agent d'élimination du fluor est déterminée sur la base du rapport molaire de l'aluminium dans l'agent de défluoruration au fluor dans la solution de lixiviation de la poudre de batterie comme (1-1,5) : 6.

15 7. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 3, la concentration massique de la solution de carbonate de sodium est de 10 à 15 %, et le débit de la solution de carbonate de sodium introduite est de 0,5 à 2,0 ml/min.

20 8. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 3, la température de réaction est de 40-60° C, et le temps de réaction est de 60-90 min ; le pH à la fin de la réaction est contrôlé à 5,0-5,5.

25 9. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape 4, comprend en outre la transformation du filtrat contenant de l'aluminium-fluor en fluoroaluminate de sodium : introduction d'acide sulfurique dilué dans le filtrat contenant de l'aluminium-fluor, agitation à une certaine température et contrôle du pH à la fin de la réaction, arrêt de l'agitation lorsque le pH de la solution est stable, vieillissement de la solution pendant un certain temps, puis filtrage et lavage du résidu de filtrage avec de l'eau, et séchage pour
30 obtenir du fluoroaluminate de sodium.

35 10. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape 4, la concentration massique de la solution d'hydroxyde de sodium est de 20 à 30 % ; de préférence, la température de réaction après l'ajout de la solution d'hydroxyde de sodium au résidu de filtration est de 80 à 90 °C, et le temps de réaction est de 20 à 40 minutes.

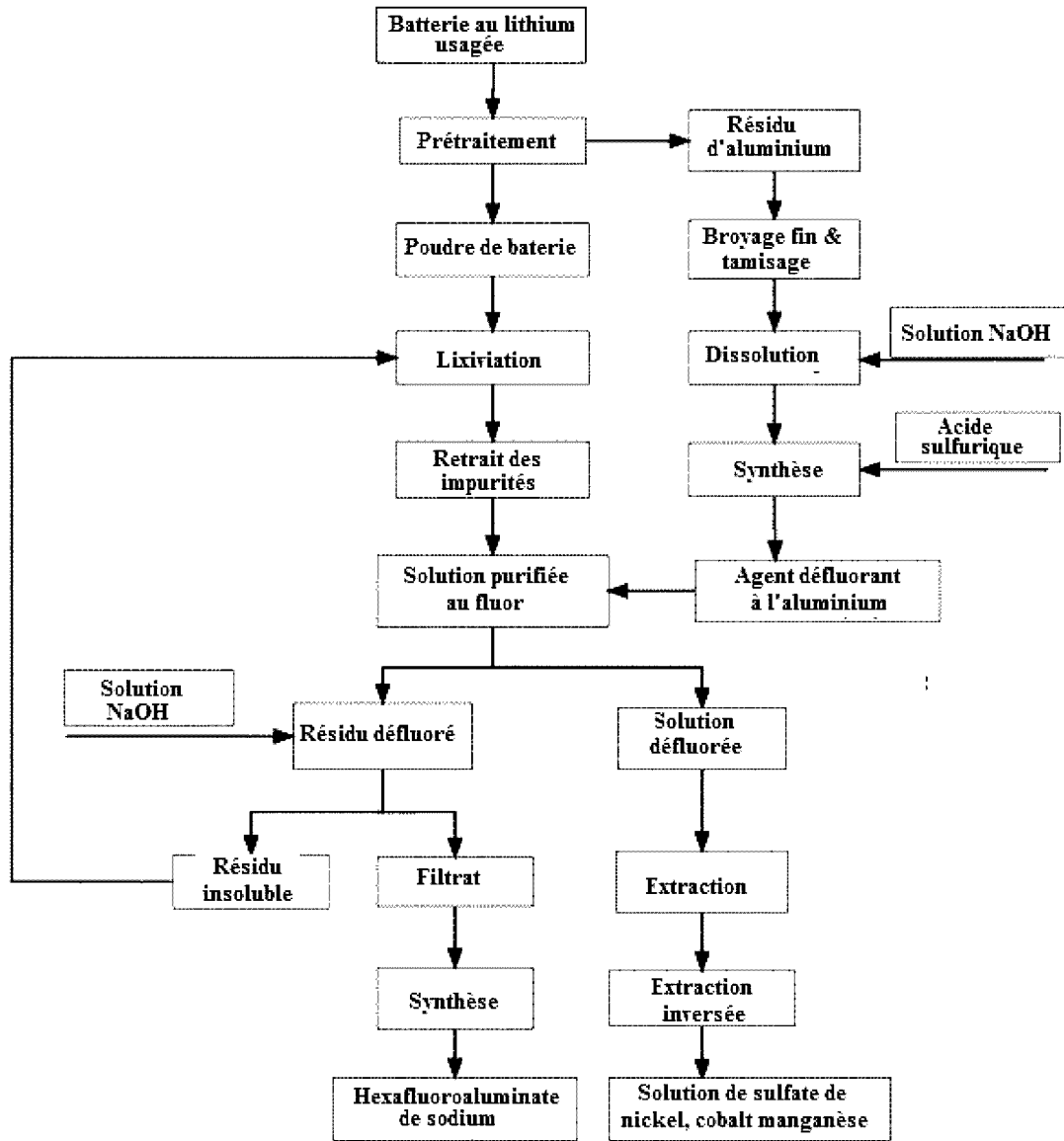


FIG. 1

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

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 62708	Date de dépôt : 28/04/2022
	Date d'entrée en phase nationale : 06/10/2023
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.; HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. and HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.	Date de priorité: 28/09/2021
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ D'ÉLIMINATION EFFICACE DU FLUOR D'UNE BATTERIE AU LITHIUM USAGÉE	
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 : 17/05/2024
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
13 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 22B 3/20

CPC : C01F 7/54, C22B 21/0023, C22B 3/20, C22B 3/44, C22B 7/006, C22B 7/007

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	CN112079371A (HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. ET AL.) (2020-12-15) description, paragraphes [0005]-[0026]	1-10
A	CN111139367A (JIANGXI GANFENG CYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.) (2020-05-12) Document entier	1-10
A	JP2014156649A (JX NIPPON MINING & METALS CORP.) (2014-08-28) 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 : CN112079371A

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 de l'objet de la revendication 1 (voir la description, paragraphes 0005 à 0026) divulgue une méthode de récupération pour éliminer le fluor d'une solution de nickel-cobalt-manganèse, comprenant les étapes suivantes : effectuer une lixiviation acide et une élimination des impuretés sur la poudre de batterie pour obtenir une solution de nickel-cobalt-manganèse contenant du fluor ; mélanger la solution de nickel-cobalt-manganèse contenant du fluor obtenue avec un agent d'élimination du fluor pour obtenir une boue mélangée ; ajuster le pH de la boue mixte obtenue à 2-5 en utilisant un acide dilué, et filtrer pour obtenir un filtrat de première étape d'élimination du fluor et un résidu de filtre de première étape contenant du fluor (le composant principal étant l'hexafluoroaluminate de sodium) ; laver le résidu de filtre de première étape contenant du fluor, l'ajouter à une solution alcaline, le chauffer à 50-80°C, l'agiter pendant 0.5-2 h, et filtrer pour obtenir un filtrat contenant du fluor et un résidu de filtre contenant du nickel-cobalt-manganèse ; renvoyer le résidu de filtre contenant du nickel-cobalt-manganèse obtenu au processus de lixiviation acide ; introduire du dioxyde de carbone dans le filtrat contenant du fluor obtenu pour la réaction, filtrer, laver et sécher pour obtenir un produit cryolithe. La poudre de batterie peut être obtenue par broyage des déchets de batterie. L'agent d'élimination du fluor comprend, sans s'y limiter, un ou plusieurs des éléments suivants : oxyde d'aluminium, hydroxyde d'aluminium et un sel d'aluminium soluble. La solution alcaline comprend, sans s'y limiter, une solution d'hydroxyde de sodium et une solution d'hydroxyde de potassium, et la concentration de la solution alcaline est de 5

à 30 %.

La revendication 1 diffère de D1 en ce qui concerne : la préparation d'un agent d'élimination du fluor (étapes S1 et S2) ; ajout d'un cristal germe d'hexafluoroaluminate de sodium et d'une solution de carbonate de sodium lors de l'élimination du fluor sur le lixiviat de poudre de batterie débarrassé des impuretés.

Le problème technique objectif est la fourniture d'un procédé alternatif élimination du fluor d'une batterie au lithium usagée.

Le document D1 divulgue que l'agent d'élimination du fluor peut comprendre un ou plusieurs des composants principaux oxyde d'aluminium et hydroxyde d'aluminium. De plus, le procédé de préparation spécifique de l'agent d'élimination du fluor dans les différences est un procédé technologique classique pour préparer les principaux composants ci-dessus. L'ajout d'un germe cristallin d'hexafluoroaluminate de sodium et d'une solution de carbonate de sodium pendant l'élimination du fluor est une opération classique permettant de garantir que l'hexafluoroaluminate de sodium est obtenu au moyen d'une réaction et que le processus d'élimination du fluor peut être entièrement réalisé.

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

Les revendications 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.

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.