

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 63528 A1** (51) Cl. internationale : **B01F 29/64**
- (43) Date de publication : **31.05.2024**

-
- (21) N° Dépôt : **63528**
- (22) Date de Dépôt : **15.07.2022**
- (30) Données de Priorité : **19.05.2022 CN 202210556124.2**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/106003 15.07.2022**
- (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)**
- (72) Inventeur(s) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **Mohamed SABIHI**

(54) Titre : **DISPOSITIF DE TRAITEMENT DE MATÉRIAU D'ÉLECTRODE POSITIVE DE BATTERIE AU LITHIUM**

- (57) Abrégé : Est divulgué dans la présente invention un dispositif de traitement de matériau d'électrode positive de batterie au lithium, comprenant une base, des corps de cylindre étant fixés à la base au moyen de cadres, un manchon étant serré en rotation entre les deux corps de cylindre, un ensemble d'agitation étant inséré transversalement dans les intérieurs des corps de cylindre et du manchon dans un mode de pénétration, un mécanisme d'alimentation étant en outre installé sur la base, et le mécanisme d'alimentation mettant en rotation de manière séparée le manchon et l'ensemble d'agitation. Au moyen de la coopération des corps de cylindre, du manchon et de l'ensemble d'agitation, l'ensemble d'agitation peut racler efficacement des matériaux fixés aux parois internes des corps de cylindre ; et en combinaison avec la coopération de premières pales d'agitation dans le manchon et de secondes pales d'agitation dans l'ensemble d'agitation, des matériaux sont

agités, rassemblés, puis dispersés et mélangés, de sorte que les matériaux puissent être mélangés plus de manière plus uniforme pendant le mélange.

- أ -

(طريقة تحضير مادة أنود صلبة من الكربون واستخدامها)الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بالكشف عن المجال التقني لمواد بطاريات أيون الصوديوم، ويكشف عن طريقة تحضير مادة أنود صلبة من الكربون واستخدامها. تتضمن طريقة التحضير الخطوات التالية: إجراء تلييد أول على النشا، وسحقه، وإدخال الهواء والنيروجين للتلييد الثانوي للحصول على حبيبات بكتلة صلبة مسامية؛ وإجراء تلييد ثالث على الحبيبات ذات الكتلة الصلبة المسامية، ومن ثم التسخين على نحو المستمر لإجراء تلييد رابع للحصول على مادة أنود صلبة من الكربون. تتمتع مادة الأنود الصلبة من الكربون التي تم تحضيرها من خلال الكشف بسعة عكسية لا تقل عن 330 مللي أمبير ساعة/جرام، ودرجة ثبات ممتازة للدورات وكفاءة كولوم أولية.

(سيتم نشره مع الشكل 1)

(طريقة تحضير مادة أنود صلبة من الكربون واستخدامها)

الوصف الكامل

المجال التقني:

ينتمي الكشف الحالي إلى المجال التقني لمواد بطاريات أيون الصوديوم، ويتعلق بشكل خاص بطريقة تحضير مادة أنود صلبة من الكربون واستخدامها. 5

الخلفية التقنية:

مع انتشار مركبات الطاقة الجديدة، زاد استهلاك بطاريات أيون الليثيوم بشكل حاد. وبناء على ذلك، فإن النيكل والكوبالت والمنغنيز، التي تعتبر موارد مهمة في بطاريات الليثيوم، غير متوفرة بالقدر الكاف تدريجيًا، وترتفع أسعارها تدريجيًا. من أجل تخفيف ضغط تعدين الموارد المعدنية، جذبت بطاريات أيونات الصوديوم ذات آليات الشحن والتفريغ المماثلة لبطاريات الليثيوم انتباه الناس مرة أخرى. يتم توزيع أملاح الصوديوم في جميع أنحاء العالم، والتي يمكن أن تخفف بشكل فعال الضغط الناجم عن نقص موارد النيكل والكوبالت والمنغنيز. ومع ذلك، فإن أنود الجرافيت المستخدم عادة في بطاريات أيونات الليثيوم، يكون غير مناسب لبطاريات أيونات الصوديوم، لأن قطر أيونات الصوديوم يكون أكبر من قطر أيونات الليثيوم، مما يجعل من المستحيل إزالة التداخل بين طبقات الجرافيت. بالإضافة إلى ذلك، لا يمكن لأيونات الصوديوم أن تشكل بنية طور مستقرة مع الجرافيت. تمت أيضًا دراسة مواد الأنود الأخرى لبطاريات أيونات الصوديوم في نفس الوقت، بما في ذلك الكربون الصلب المعالج بالجرافيت والسبائك والأكاسيد والمركبات العضوية. ومع ذلك، في الوقت الحاضر، سيكون لمعظم مواد الأنود توسع كبير في الحجم في عملية إقحام أيونات الصوديوم، مما يؤدي إلى اضمحلال القدرة بشكل لا رجعة فيه.

الكشف عن الاختراع:

20

يهدف الكشف الحالي إلى حل مشكلة واحدة على الأقل من المشكلات الفنية المذكورة أعلاه في التقنية السابقة. لذلك، يوفر الكشف الحالي طريقة تحضير مادة أنود كربونية صلبة واستخدامها. حيث تتمتع مادة الأنود الكربونية الصلبة المحضرة بطريقة التحضير بسعة عكسية لا تقل عن 350 مللي أمبير ساعة/جرام، ودرجة ثبات ممتازة للدورات وكفاءة كولوم أولية.

5 من أجل تحقيق الهدف أعلاه، يتم استخدام الحلول التقنية التالية في الكشف الحالي.

تتضمن طريقة تحضير مادة الأنود الكربونية الصلبة الخطوات التالية:

(1) إجراء تلييد أول على النشا، وسحق، وإدخال الهواء والنيتروجين للتلييد الثانوي للحصول على حبيبات بكتلة صلبة مسامية؛ و

(2) إجراء التلييد الثالث على حبيبات ذات الكتلة الصلبة المسامية، ومن ثم التسخين بشكل مستمر لإجراء التلييد الرابع للحصول على مادة أنود صلبة من الكربون. 10

بالنسبة لخطوة إدخال الهواء والنيتروجين للتلييد الثانوي: يكون تركيز الأوكسجين في الهواء حوالي 20.7%، وبعد ضغطه بضاغط الهواء يكون تركيز الأوكسجين حوالي 16%. في الكشف الحالي، يتم إدخال النيتروجين والهواء في نفس الوقت لتخفيف تركيز الأوكسجين في الهواء، بحيث يمكن التحكم في تركيز الأوكسجين. يكون التحكم في تركيز الأوكسجين في نطاق مناسب، من ناحية،

15 يتم تحسين مشكلة السلامة في عملية التلييد، ومن ناحية أخرى، يتم إدخال جزيئات الأوكسجين

لجعل جزيئات الأوكسجين تتفاعل بشكل كامل. يتفاعل جزء من جزيئات الأوكسجين مع الكربون لتكوين مجموعات وظيفية تحتوي على الأوكسجين كمواقع نشطة، بينما يتفاعل جزء آخر من جزيئات الأوكسجين مع جزء من الكربون لتكوين أحادي أكسيد الكربون وثاني أكسيد الكربون، مما يؤدي إلى تكوين المسام على السطح وعلى المادة من الداخل. تساهم المسام في تخزين أيونات

20 الصوديوم وبالتالي تحسين الأداء الكهروكيميائي للمادة.

على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يكون النشا مكون واحد على الأقل يتم اختياره من المجموعة التي تتكون من نشا الذرة، أو نشا بقول المونج، أو نشا البطاطس، أو نشا القمح، أو نشا التابيوكا، أو نشا جذر اللوتس.

على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الأول في جوّ من غاز النتروجين.

5 على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الأول عند درجة حرارة من 180 درجة مئوية إلى 240 درجة مئوية، ويستمر التلييد الأول لمدة تتراوح من 8 ساعات إلى 48 ساعة.

يتم إجراء التلييد الأول في جوّ من غاز النتروجين لجعل الروابط الهيدروجينية بين سلاسل الجلوكوز في النشا مكسورة لتوليد روابط الأثير وتسبب التفاعل بالارتباط التصالي، مما يجعل البنية الكيميائية للمواد الصلبة القاسية مستقرة، ولا يتم تحليلها حرارياً وتمديدها عند درجة حرارة عالية.

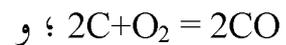
10 على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتراوح محتوى حجم الأكسجين في التلييد الثانوي من 4% إلى 10%.

على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الثانوي عند درجة حرارة تتراوح من 200 درجة مئوية إلى 250 درجة مئوية، ويستمر التلييد الثانوي لمدة من 3 ساعات إلى 12 ساعة.

15 على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتراوح محتوى حجم الأكسجين في التلييد الثانوي من 4% إلى 10%.

على نحو مفضل، في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الثانوي عند درجة حرارة تتراوح من 200 درجة مئوية إلى 250 درجة مئوية، ويستمر التلييد الثانوي لمدة من 3 ساعات إلى 12 ساعة.

يتم إجراء التلييد الثانوي في ظل وجود الأكسجين:



وفي عملية التلييد الثانوية تتفاعل جزيئات الأكسجين بشكل كامل مع المادة لتشكيل المجموعات الوظيفية المحتوية على الأكسجين كالمواقع النشطة، وفي نفس الوقت يتفاعل الأكسجين مع بعض الكربون لتكوين أحادي أكسيد الكربون وثاني أكسيد الكربون مما يؤدي إلى تكوين المسام الموجودة على سطح المادة وداخلها. حيث تساهم المسام في تخزين أيونات الصوديوم وبالتالي تحسين الأداء الكهروكيميائي للمادة. 5

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، قبل التلييد الثالث، تشتمل الطريقة أيضًا على خطوة سحق الحبيبات ذات الكتلة الصلبة المسامية إلى حبيبات ذات حجم للجسيم Dv50 يتراوح من 5 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر.

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، يتم إجراء التلييد الثالث عند درجة حرارة من 400 درجة مئوية إلى 500 درجة مئوية، ويستمر التلييد الثالث لمدة تتراوح من ساعتين إلى 4 ساعات. 10

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، يتم إجراء التلييد الثالث في جوٍّ من غاز النتروجين. في عملية التلييد الثالثة، يتم تحويل المواد الصلبة المسامية الصلبة إلى مركبات حلقة عطرية.

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، يتم إجراء التلييد الرابع عند درجة حرارة من 1200 درجة مئوية إلى 1400 درجة مئوية، ويستمر التلييد الرابع لمدة تتراوح من ساعتين إلى 4 ساعات.

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، يتم إجراء التلييد الرابع في جوٍّ من غاز النتروجين. 15

في عملية التلييد الرابعة، يمكن إزالة المجموعة الوظيفية المحتوية على الأكسجين والماء المرتبط بمادة الكربون الصلبة، بحيث يمكن إعادة ترتيب البنية بشكل أكبر، ويمكن تقليل قطر ومساحة السطح النوعية للمسام الناتجة عن تلييد منخفض الأكسجين. قد تؤدي المسام الزائدة ومساحة السطح النوعية إلى المزيد من الأغشية الرقيقة بالطور البيني للإلكتروليت الصلب SEI وبالتالي تقليل كفاءة الكولوم الأولية. 20

على نحو مفضل، في الخطوة (2)، تحتوي مادة أنود الكربون الصلبة على حجم للجسيم Dv50 يتراوح من 4 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، و Dv90 من 9 ميكرو متر إلى 12 ميكرو متر. مادة أنود كربونية صلبة، يتم تحضيرها بالطريقة المذكورة أعلاه، ولها سعة عكسية لا تقل عن 330 مللي أمبير ساعة/جرام.

5 على نحو مفضل، يكون المكون الرئيسي لمادة أنود صلبة من الكربون هو الكربون C، وهو أحد أنواع الكربون اللا بلوري، ولكن من الصعب أن يتم معالجته بالجرافيت عند درجة حرارة عالية فوق 2500 درجة مئوية. تكون مورفولوجيا مادة الأنود الصلبة من الكربون عبارة عن كتلة حبيبية لها حافة ملساء.

على نحو مفضل، يكون لمادة أنود الكربون الصلبة مساحة سطح نوعية تبلغ 0.8 م²/جم إلى 1.2 م²/جم، وحجم للجسيم Dv50 من 4 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، وحجم للجسيم Dv90 من 9 ميكرو متر إلى 12 ميكرو متر.

تشتمل بطارية أيون الصوديوم على مادة أنود صلبة من الكربون تم تحضيرها من خلال طريقة التحضير أعلاه.

على نحو مفضل، تشتمل بطارية أيون الصوديوم أيضاً على كربوكسي ميثيل سيليلوز الصوديوم، وعامل موصل ومادة رابطة.

على نحو مفضل أيضاً، يكون العامل الموصل هو الأستيلين الأسود.

على نحو مفضل أيضاً، تكون المادة الرابطة عبارة عن ثنائي فلوريد متعدد الفينيلين.

بالمقارنة مع التقنية السابقة، فإن للكشف الحالي التأثيرات المفيدة التالية.

(1) وفقاً للكشف الحالي، يتم استخدام النشا كمادة خام لمادة الأنود الكربونية الصلبة، وبعد

20 أربع مرات من التلييد، يتم كسر الروابط الهيدروجينية بين سلاسل الجلوكوز في النشا لتوليد روابط

الأثير وإحداث تفاعل بالارتباط التصالي. ومن ثم، يتم إجراء التلييد الثانوي في جو يحتوي على

الأكسجين، حيث تتفاعل جزيئات الأكسجين بشكل كامل مع المادة لتشكيل المجموعات الوظيفية المحتوية على الأكسجين كمواقع نشطة، وفي نفس الوقت، يتفاعل الأكسجين مع بعض الكربون لتكوين أحادي أكسيد الكربون وثاني أكسيد الكربون، مما يؤدي إلى تكوين المسام على سطح المادة ودخلها. تساهم المسام في تخزين أيونات الصوديوم وبالتالي تحسين الأداء الكهروكيميائي للمادة. ومن ثم، يتم الاستمرار في عملية التليد الثالثة لجعل المواد الصلبة المسامية الصلبة مركبات حلقيه عطرية. أخيراً، في عملية التليد الرابعة، تتم إزالة المجموعات الوظيفية المحتوية على الأكسجين والمياه المرتبطة بمواد الكربون الصلبة، بحيث يتم أيضاً إعادة ترتيب البنية، ويتم تخفيض القطر ومساحة السطح النوعية للمسام الناتجة عن التليد منخفض الأكسجين، وتحسين كفاءة الكولوم الأولية. تتمتع مادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة بواسطة الكشف الحالي بسعة عكسية لا تقل عن 330 مللي أمبير ساعة/جم، وكفاءة كولوم أولية لا تقل عن 88%.

(2) يمكن لطريقة التليد متعددة المراحل بالكشف الحالي أن تقوم بإعداد مواد كربونية صلبة عالية الأداء، وتتميز طريقة التخليق بالكشف الحالي بأنها بسيطة وسهلة التشغيل. وتكون المادة الخام هي النشا، وهو مصدر واسع النطاق وأرخص من المواد الخام من السكر والسليولوز المستخدمة عادة في الوقت الحاضر.

15 وصف مختصر للأشكال

يمثل الشكل 1 رسم بياني بمجهر إلكتروني ماسح لمادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة في المثال 1 من الكشف الحالي؛

يمثل الشكل 2 رسم بياني لتوزيع الفتحة بمادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة في المثال 1 من الكشف الحالي؛

20 يمثل الشكل 3 رسم بياني بجيود الأشعة السينية لمادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة في المثال 1 من الكشف الحالي؛ و

يمثل الشكل 4 منحى الشحن والتفريغ لمادة الأنود الصلبة من الكربون في المثال 2 من الكشف الحالي.

الوصف التفصيلي

سيتم وصف المفاهيم والتأثيرات التقنية الناتجة عن الكشف الحالي بشكل واضح وكامل بالتزامن مع النماذج والرسومات المصاحبة وذلك لفهم أهداف وسمات وتأثيرات الكشف الحالي بشكل كافٍ. 5
ومن الواضح أن النماذج الموصوفة هي مجرد نماذج الكشف الحالي، وليس جميع النماذج. يجب أن تقع جميع النماذج الأخرى التي حصل عليها الأشخاص المتمرسون في المجال دون بذل أي جهد إبداعي ضمن نطاق الحماية بالكشف الحالي.

مثال 1

تشتمل طريقة تحضير مادة الأنود الصلبة من الكربون في هذا المثال على الخطوات التالية. 10
(1) وزن 500 جرام من نشا الذرة، ووضع نشا الذرة في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 220 درجة مئوية تحت جو من غاز النيتروجين للتليد الأول لمدة 8 ساعات لإحداث تفاعل بالارتباط التصالي والحصول على مواد صلبة قاسية؛
(2) سحق المواد الصلبة القاسية، ووضع المواد الصلبة القاسية في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 205 درجة مئوية يتم إدخاله مع النيتروجين والهواء المضغوط للتليد الثانوي لمدة 12 ساعة، 15
والحفاظ على محتوى الأكسجين في الفرن بنسبة 5% للحصول على حبيبات سوداء مسامية؛ و
(3) سحق الحبيبات السوداء المسامية إلى مساحيق بحجم للجسيم Dv50 من 5 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، ووضع المساحيق في جو من غاز النيتروجين للتليد الثالث عند 400 درجة مئوية لمدة ساعتين أولاً، ومن ثم التسخين حتى 1400 درجة مئوية للتليد الرابع لمدة ساعتين للحصول 20
على مادة الأنود الصلبة من الكربون.

في مادة الأنود الصلبة من الكربون في المثال 1، تمت إذابة كربوكسي ميثيل سليولوز الصوديوم، وعامل موصل من الأسيتيلين الأسود ومادة رابطة من PVDF (ثنائي فلوريد متعدد الفينيلدين) في ماء منزوع الأيونات بنسبة كتلة 95:2:1:2 لتحضير ملاط. ومن ثم تم بعد ذلك طلاء الملاط على رقائق نحاسية للحصول على لوحة قطب كهربائي، وبعد ذلك تم تخفيف لوحة القطب الكهربائي في خزانة تخفيف عند درجة حرارة 80 درجة مئوية لمدة 8 ساعات. وأخيراً، تم تجميع بطارية دائرية الشكل في صندوق قفازات مملوء بجو من غاز الأرجون. تم تحضير الإلكتروليت المستخدم عن طريق إذابة NaClO_4 في كربونات الإيثيلين وكربونات البروبيلين بنسبة حجم 1:1، وتم استخدام رقائق فلز الصوديوم كقطب كهربائي عكسي وقطب كهربائي مرجعي.

الشكل 1 هو رسم بياني بمجهر إلكتروني ماسح لمادة الأنود الصلبة من الكربون بالمثال 1. ويمكن أن يتضح من الشكل أن مورفولوجيا المادة كانت عبارة عن كتلة حبيبية ذات حافة ملساء. 10

الشكل 2 هو رسم بياني لتوزيع الفتحة بمادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة في المثال 1. ويمكن ان يتضح من الشكل أن عرض المسام في المادة يتركز تحت 3 نانومتر.

الشكل 3 هو رسم بياني بجيود الأشعة السينية لمادة الأنود الصلبة من الكربون المحضرة في المثال 1. ويمكن أن يتضح من الشكل أن ذروة الحيود (002) لها عرض نصف ذروة أكبر وزاوية أصغر، مما يشير إلى أن درجة الاضطراب في المادة كانت أعلى، وكان التباعد بين الطبقات أكبر. 15

مثال 2

تشتمل طريقة تحضير مادة الأنود الصلبة من الكربون في هذا المثال على الخطوات التالية.

(1) وزن 500 جرام من نشا الذرة، ووضع نشا الذرة في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 220 درجة مئوية تحت جو من غاز النيتروجين للتليد الأول لمدة 8 ساعات لإحداث تفاعل بالارتباط التصالي والحصول على مواد صلبة قاسية؛ 20

(2) سحق المواد الصلبة القاسية، ووضع المواد الصلبة القاسية في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 205 درجة مئوية يتم إدخاله مع النيتروجين والهواء المضغوط للتليد الثانوي لمدة 12 ساعة، والحفاظ على محتوى الأكسجين في الفرن بنسبة 7% للحصول على حبيبات سوداء مسامية؛ و

(3) سحق الحبيبات السوداء المسامية إلى مساحيق بحجم للجسيم Dv50 من 5 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، ووضع المساحيق في جو من غاز النيتروجين للتليد الثالث عند 400 درجة مئوية لمدة ساعتين أولاً، ومن ثم التسخين حتى 1400 درجة مئوية للتليد الرابع لمدة ساعتين للحصول على مادة الأنود الصلبة من الكربون.

في مادة الأنود الصلبة من الكربون في المثال 2، تمت إذابة كربوكسي ميثيل سليولوز الصوديوم، وعامل موصل من الأسيتيلين الأسود ومادة رابطة من PVDF (ثنائي فلوريد متعدد الفينيلدين) في ماء منزوع الأيونات بنسبة كتلة 95:2:1:2 لتحضير ملاط. ومن ثم تم بعد ذلك طلاء الملاط على رقائق نحاسية للحصول على لوحة قطب كهربائي، وبعد ذلك تم تجفيف لوحة القطب الكهربائي في خزانة تجفيف عند درجة حرارة 80 درجة مئوية لمدة 8 ساعات. وأخيراً، تم تجميع بطارية دائرية الشكل في صندوق قفازات مملوء بجو من غاز الأرجون. تم تحضير الإلكتروليت المستخدم عن طريق إذابة NaClO_4 في كربونات الإيثيلين وكربونات البروبيلين بنسبة حجم 1:1، وتم استخدام رقائق فلز الصوديوم كقطب كهربائي عكسي وقطب كهربائي مرجعي.

يمثل الشكل 4 منحني الشحنة والتفريغ لمادة الأنود الصلبة من الكربون في المثال 2 من الكشف الحالي. يمكن أن يتضح من الشكل أن سعة الشحنة النوعية للمادة كانت عالية بقدر 336.7 مللي أمبير ساعة/جرام، وكانت الكفاءة الأولية عالية بقدر 88.19%، مما يشير إلى أن مادة الأنود الصلبة الكربونية التي تم تحضيرها في المثال 2 تتمتع بسعة عكسية وكفاءة أولية عالية.

مثال 3

20

تشتمل طريقة تحضير مادة الأنود الصلبة من الكربون في هذا المثال على الخطوات التالية.

(1) وزن 500 جرام من نشا الذرة، ووضع نشا الذرة في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 220 درجة مئوية تحت جو من غاز النيتروجين للتلييد الأول لمدة 8 ساعات لإحداث تفاعل بالارتباط التصالبي والحصول على مواد صلبة قاسية؛

(2) سحق المواد الصلبة القاسية، ووضع المواد الصلبة القاسية في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 205 درجة مئوية يتم إدخاله مع النيتروجين والهواء المضغوط للتلييد الثانوي لمدة 12 ساعة، والحفاظ على محتوى الأكسجين في الفرن بنسبة 9% للحصول على حبيبات سوداء مسامية؛ و

(3) سحق الحبيبات السوداء المسامية إلى مساحيق بحجم للجسيم Dv50 من 5 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، ووضع المساحيق في جو من غاز النيتروجين للتلييد الثالث عند 400 درجة مئوية لمدة ساعتين أولاً، ومن ثم التسخين حتى 1400 درجة مئوية للتلييد الرابع لمدة ساعتين للحصول على مادة الأنود الصلبة من الكربون.

في مادة الأنود الصلبة من الكربون في المثال 3، تمت إذابة كربوكسي ميثيل سليلوز الصوديوم، وعامل موصل من الأسيتيلين الأسود ومادة رابطة من PVDF (ثنائي فلوريد متعدد الفينيلدين) في ماء منزوع الأيونات بنسبة كتلة 95:2:1:2 لتحضير ملاط. ومن ثم تم بعد ذلك طلاء الملاط على رقائق نحاسية للحصول على لوحة قطب كهربائي، وبعد ذلك تم تجفيف لوحة القطب الكهربائي في خزانة تجفيف عند درجة حرارة 80 درجة مئوية لمدة 8 ساعات. وأخيراً، تم تجميع بطارية دائرية الشكل في صندوق قفازات مملوء بجو من غاز الأرجون. تم تحضير الإلكتروليت المستخدم عن طريق إذابة NaClO_4 في كربونات الإيثيلين وكربونات البروبيلين بنسبة حجم 1:1، وتم استخدام رقائق فلز الصوديوم كقطب كهربائي عكسي وقطب كهربائي مرجعي.

مثال مقارن 1 (بدون التلييد الثالث والرابع)

تشتمل طريقة تحضير مادة الأنود الصلبة من الكربون في هذا المثال المقارن، على الخطوات التالية.

(1) وزن 500 جرام من نشا الذرة، ووضع نشا الذرة في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 220 درجة مئوية تحت جو من غاز النيتروجين للتلييد الأول لمدة 8 ساعات لإحداث تفاعل بالارتباط التصالي والحصول على مواد صلبة قاسية؛

(2) سحق المواد الصلبة القاسية، ووضع المواد الصلبة القاسية في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 205 درجة مئوية يتم إدخاله مع النيتروجين والهواء المضغوط للتلييد الثانوي لمدة 12 ساعة، والحفاظ على محتوى الأكسجين في الفرن بنسبة 5% للحصول على مادة الأنود الصلبة من الكربون.

في مادة الكربون الصلبة بالمثل المقارن 1، تمت إذابة كربوكسي ميثيل سليولوز الصوديوم، وعامل موصل من الأسيتيلين الأسود ومادة رابطة من PVDF (ثنائي فلوريد متعدد الفينيلدين) في ماء منزوع الأيونات بنسبة كتلة 95:2:1:2 لتحضير ملاط. ومن ثم تم بعد ذلك طلاء الملاط على رقائق نحاسية للحصول على لوحة قطب كهربائي، وبعد ذلك تم تجفيف لوحة القطب الكهربائي في خزانة تجفيف عند درجة حرارة 80 درجة مئوية لمدة 8 ساعات. وأخيراً، تم تجميع بطارية دائرية الشكل في صندوق قفازات مملوء بجو من غاز الأرجون. تم تحضير الإلكتروليت المستخدم عن طريق إذابة NaClO_4 في كربونات الإيثيلين وكربونات البروبيلين بنسبة الحجم 1:1، وتم استخدام رقائق فلز الصوديوم كقطب كهربائي عكسي وقطب كهربائي مرجعي.

مثال مقارن 2 (بدون التلييد الهوائي)

تشتمل طريقة تحضير مادة الأنود الصلبة من الكربون في هذا المثال المقارن، على الخطوات التالية.

(1) وزن 500 جرام من نشا الذرة، ووضع نشا الذرة في فرن منخفض الحرارة بدرجة حرارة 220 درجة مئوية تحت جو من غاز النيتروجين للتلييد لمدة 8 ساعات لإحداث تفاعل بالارتباط التصالي والحصول على مواد صلبة قاسية؛

(2) سحق المواد الصلبة القاسية إلى مساحيق بحجم للجسيم Dv50 من 5 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، ووضع المساحيق في جو من غاز النيتروجين للتليد الثانوي عند 400 درجة مئوية لمدة ساعتين أولاً، ومن ثم التسخين حتى 1400 درجة مئوية للتليد الثالث لمدة ساعتين للحصول على مادة الأنود الصلبة من الكربون.

5 في مادة الكربون الصلبة بالمثل المقارن 2، تمت إذابة كربوكسي ميثيل سليولوز الصوديوم، وعامل موصل من الأسيتيلين الأسود ومادة رابطة من PVDF (ثنائي فلوريد متعدد الفينيلدين) في ماء منزوع الأيونات بنسبة كتلة 95:2:1:2 لتحضير ملاط. ومن ثم تم بعد ذلك طلاء الملاط على رقائق نحاسية للحصول على لوحة قطب كهربائي، وبعد ذلك تم تجفيف لوحة القطب الكهربائي في خزانة تجفيف عند درجة حرارة 80 درجة مئوية لمدة 8 ساعات. وأخيراً، تم تجميع بطارية دائرية الشكل في صندوق قفازات مملوء بجو من غاز الأرجون. تم تحضير الإلكتروليت المستخدم عن طريق إذابة NaClO_4 في كربونات الإيثيلين وكربونات البروبيلين بنسبة الحجم 1:1، وتم استخدام رقائق فلز الصوديوم كقطب كهربائي عكسي وقطب كهربائي مرجعي.

الأداء الفيزيائي الكيميائي:

15 أظهر الجدول 1 مقارنة المساحات السطحية النوعية بين العينات المحضرة في الأمثلة 1 و2 و3 والأمثلة المقارنة 1 و2، حيث وجد أنه مع زيادة محتوى الأكسجين في عملية التليد، تزيد مساحة السطح النوعية للمادة قليلاً، في حين أن عملية الكرنبة أعادت ترتيب بنية المادة، وملأت المسام وخفضت مساحة السطح النوعية. كانت مساحة السطح النوعية بالمثل المقارن 1 كبيرة جداً لأن مادة الكربون لم تكن محولة إلى مركب حلقي عطري. كانت مساحة السطح النوعية لمادة الكربون الصلبة في المثال المقارن 2 منخفضة جداً حيث لم يتم إجراء التليد الهوائي.

20 الجدول 1: بيانات اختبار المساحات السطحية النوعية لمواد الكربون الصلبة المحضرة في الأمثلة 1 و2 و3 وفي المثاليين المقارنين 1 و2

المساحة السطحية النوعية (م ² /جم)	عينة
0.83	مثال 1
1.02	مثال 2
1.17	مثال 3
18.16	مثال مقارنة 1
0.15	مثال مقارنة 2

الأداء الكهروكيميائي:

يوضح الجدول 2 مقارنة الأداء الكهروكيميائي بين العينات المحضرة في الأمثلة 1 و2 و3 وفي المثالين المقارنين 1 و2، حيث وجد أنه مع زيادة محتوى الأكسجين في عملية التليد، زادت كل من السعة النوعية والكفاءة الأولية للمواد المحضرة، لكن المساحة السطحية النوعية المفرطة أدت إلى زيادة في الأغشية الرقيقة بالطور البيني للإلكتروليت الصلب SEI على نحو كبير، مما أدى إلى انخفاض السعة النوعية والكفاءة الأولية.

5

الجدول 2: بيانات اختبار الأداء الكهروكيميائي للمواد الكربونية الصلبة المحضرة في الأمثلة 1 و2

و3 وفي المثالين المقارنين 1 و2

كفاءة كولوم (%)	سعة التفريغ النوعية (مللي أمبير ساعة/جم)	عينة
85.75	331.2	مثال 1
88.19	336.7	مثال 2

86.29	337.1	مثال 3
66.12	269.2	مثال مقارنة 1
74.69	285.3	مثال مقارنة 2

لا يقتصر الكشف الحالي على النماذج المذكورة أعلاه، ويمكن إجراء تغييرات مختلفة ضمن نطاق معرفة الأشخاص أصحاب المهارات العادية في المجال دون الخروج عن هدف الكشف الحالي. بالإضافة إلى ذلك، في حالة عدم وجود تعارض، يمكن دمج النماذج الموجودة في الكشف الحالي والسمات الموجودة في النماذج مع بعضها البعض.

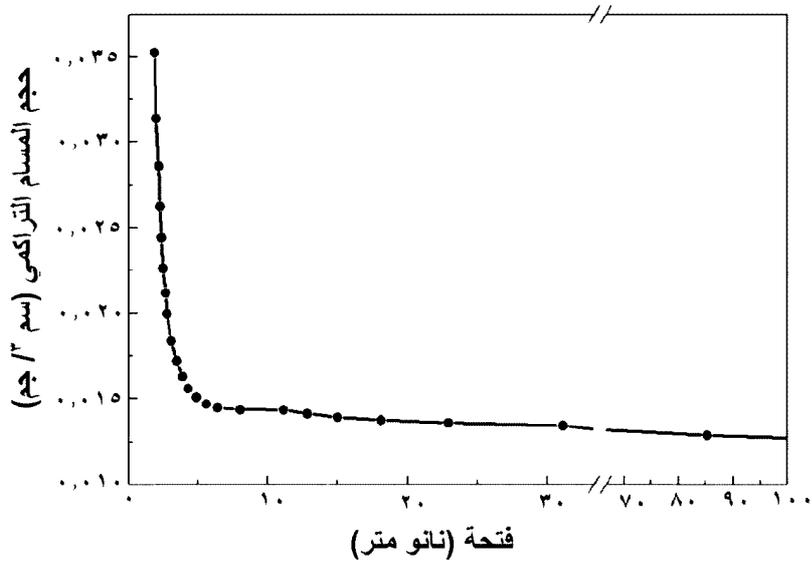
عناصر الحماية

- 1- طريقة تحضير مادة أنود صلبة من الكربون، تتضمن الخطوات التالية: 1
- (1) إجراء تلييد أول على النشا، وسحقه، وإدخال الهواء والنيروجين للتلييد الثانوي للحصول 2
- على حبيبات بكتلة صلبة مسامية؛ و 3
- (2) إجراء التلييد الثالث على حبيبات الكتلة الصلبة المسامية، ومن ثم التسخين على نحو 4
- مستمر لإجراء تلييد رابع للحصول على مادة أنود صلبة من الكربون. 5
- 6
- 2- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (1)، حيث يكون النشا مكون 1
- واحد على الأقل يتم اختياره من المجموعة التي تتكون من نشا الذرة، أو نشا بقول المونج، أو 2
- نشا البطاطس، أو نشا القمح، أو نشا التايوكا، أو نشا جذر اللوتس. 3
- 3- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الأول 1
- عند درجة حرارة تتراوح من 180 درجة مئوية إلى 240 درجة مئوية، ويستمر التلييد الأول 2
- لمدة تتراوح من 8 ساعات إلى 48 ساعة. 3
- 4- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (1)، يتراوح محتوى حجم 1
- الأكسجين في جو التلييد الثانوي من 4% إلى 10%. 2
- 5- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (1)، يتم إجراء التلييد الثانوي 1
- عند درجة حرارة تتراوح من 200 درجة مئوية إلى 250 درجة مئوية، ويستمر التلييد الثانوي 2
- لمدة تتراوح من 3 ساعات إلى 12 ساعة. 3
- 6- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (2)، يتم إجراء التلييد الثالث 1
- عند درجة حرارة تتراوح من 400 درجة مئوية إلى 500 درجة مئوية، ويستمر التلييد الثالث 2
- لمدة ساعتين إلى 4 ساعات؛ ويتم إجراء التلييد الثالث في جو من غاز النيتروجين. 3

- 7- طريقة التحضير وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث في الخطوة (2)، يتم إجراء التليد الرابع 1
عند درجة حرارة تتراوح من 1.200 درجة مئوية إلى 1.400 درجة مئوية، ويستمر التليد 2
الرابع لمدة ساعتين إلى 4 ساعات. 3
- 8- مادة أنود صلبة من الكربون محضرة بواسطة طريقة التحضير وفقاً لأي من عناصر الحماية 1
من 1 إلى 7، حيث يكون لمادة الأنود الصلبة من الكربون سعة عكسية لا تقل عن 330 2
مللي أمبير ساعة / جرام. 3
- 9- مادة الأنود الصلبة من الكربون وفقاً لعنصر الحماية 8، حيث يكون لمادة الأنود الصلبة 1
من الكربون مساحة سطحية نوعية تتراوح من 0.8 م²/جم إلى 1.2 م²/جم، وحجم للجسيم 2
Dv50 يتراوح من 4 ميكرو متر إلى 6 ميكرو متر، وحجم للجسيم Dv90 من 9 ميكرو متر 3
إلى 12 ميكرو متر. 4
- 10- بطارية أيون صوديوم، تشتمل على مادة الأنود الصلبة من الكربون وفقاً لأي من عناصر 1
الحماية من 8 إلى 9. 2

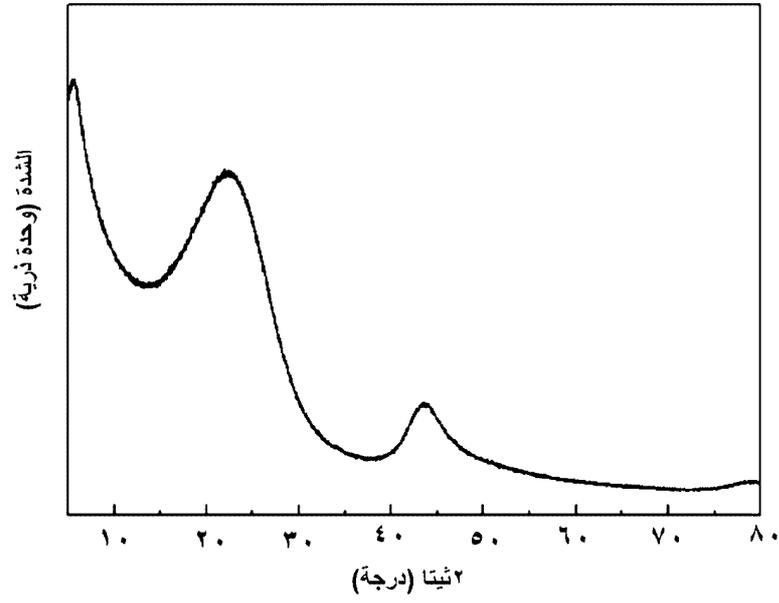


شكل ١

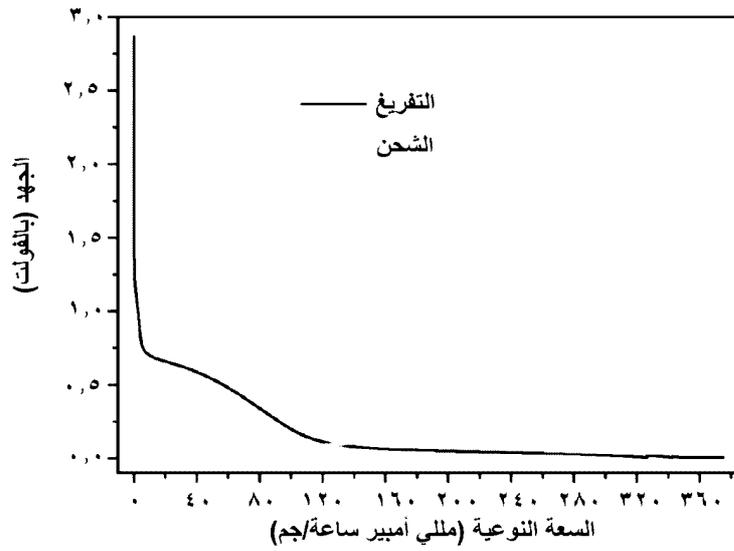


شكل ٢

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



شكل ٣



شكل ٤

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

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

Renseignements relatifs à la demande

N° de la demande : 63528

Date de dépôt : 15/07/2022

Date d'entrée en phase nationale : 21/12/2023

Déposant : GUANGDONG BRUNP
RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. &
HUNAN BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD.

Date de priorité: 19/05/2022

Intitulé de l'invention : DISPOSITIF DE TRAITEMENT DE MATÉRIAU D'ÉLECTRODE POSITIVE
DE BATTERIE AU LITHIUM

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

- Cadre 1 : Base du présent rapport
 Cadre 2 : Priorité
 Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés

Partie 2 : Rapport de recherche

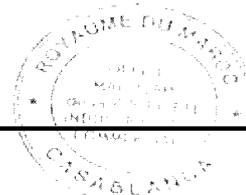
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

- Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté
 Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention
 Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité
 Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Examineur: Abdelfettah EL KADIRI

Date d'établissement du rapport : 23/05/2024

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
14 Pages
- Revendications
1-10
- Planches de dessin
6 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : B01F29/64

CPC : B01F29/64, B01F35/123, B01F35/71775

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	CN 215842675 U (SUZHOU ZHENGHONG POLYMER MATERIAL CO., LTD.) (2022-02-18)	1
Y	description, paragraphes 25-32, et figures 1-7	2- 5, 8-10
Y	CN 207929110 U (ZHOU PENG) (2018-10-02)	2- 5, 8-10
	description, paragraphes 22-23, et figures 1-3	
X	CN209917752U (HUNAN KINGFULI NEW ENERGY CO LTD) (2020-01-10)	1-5, 8, 10
Y	Description, paragraphes [0035] – [0058], figures 1-3	6-7
Y	CN210097606U (HUNAN GUOXIANG FOOD CO LTD) (2020-02-21)	6-7
	Description, paragraphes [0017] – [0018], figures 1-3	

***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 215842675 U
 D2 : CN 207929110 U
 D3 : CN209917752U
 D4 : CN210097606U

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-10. Ainsi l'objet des revendications 1-10 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1, considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue (description, paragraphes 25-32, et fig. 1-7) un mécanisme de mélange rapide (c'est-à-dire un dispositif de traitement des matériaux) pour un mélangeur à grande vitesse, comprenant une boîte d'alimentation 1, un cylindre de mélange 13 et une boîte de déchargement 2 ; le cylindre de mélange 13 est situé entre la boîte d'alimentation 1 et la boîte de décharge 2 (ce qui équivaut à un manchon serré entre les deux corps de boîte), l'extrémité gauche et l'extrémité droite du cylindre de mélange 13 pénètrent respectivement dans la boîte d'alimentation 1 et la boîte de décharge 2 et communiquent avec la boîte d'alimentation 1, le cylindre de mélange 13 et la boîte de décharge 2, plusieurs ensembles de pièces d'agitation 14 réparties de manière à les entourer sont fixés à la paroi extérieure de l'arbre rotatif 19 et situés dans le cylindre de mélange 13 (ce qui équivaut au corps de la boîte et au manchon insérés transversalement avec des ensembles d'agitation), l'extrémité gauche de l'arbre rotatif 19 est reliée à l'extrémité de sortie de puissance du moteur I 4, le moteur I 4 entraîne l'arbre rotatif 19 en rotation, l'arbre rotatif 19 tourne à l'extrémité gauche de la boîte d'alimentation 1, à la pièce de blocage 7 et à l'extrémité droite de la boîte de déchargement 2 respectivement, l'arbre rotatif 19 entraîne la rotation de la lame hélicoïdale d'alimentation 5, de la pièce d'agitation 14 et de la lame hélicoïdale de déchargement 6, l'extrémité gauche et l'extrémité droite de la cuve de mélange 13 sont

reliées en rotation à l'extrémité droite de la boîte d'alimentation 1 et à l'extrémité gauche de la boîte de déchargement 2 respectivement, le moteur II 10 entraîne la rotation de l'engrenage 11, l'engrenage 11 entraîne la rotation de la couronne dentée 12 dans la direction opposée à l'engrenage 11, le baril de mélange 13 tourne entre la boîte d'alimentation 1 et la boîte de déchargement 2 (c'est-à-dire qu'un premier moteur et un second moteur sont fournis, et le mécanisme de puissance est configuré pour entraîner la rotation du manchon et de l'ensemble d'agitation). La FIG. 1 montre que la cassette est fixée par une crémaillère en bas.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le dispositif de traitement est utilisé pour un matériau d'électrode positive d'une batterie au lithium et comprend une base, un corps de barillet est fixé sur la base par l'intermédiaire d'un cadre, le manchon est serré de manière rotative entre les deux corps de barillet, l'ensemble d'agitation est inséré transversalement dans le corps de barillet, et le mécanisme d'alimentation est installé sur la base.

Le problème technique objectif est la fourniture d'un dispositif alternatif à celui de D1.

La différence est une configuration connue de l'état de la technique et les caractéristiques distinctives sont des modifications mineures qui ne justifient pas une quelconque activité inventive.

L'objet de la revendication 1 n'implique d'activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

En ce qui concerne l'objet de la revendication 2, D2 (description, paragraphes 22-23, et figures 1-3) divulgue un dispositif d'agitation et de mélange, comprenant une base, dans laquelle un corps de baril est fixé sur la base, un moteur à double arbre 11 est également monté sur la base, et comprend une partie motrice, un engrenage 13 et une courroie 6, l'extrémité de sortie de la partie motrice est respectivement reliée à l'engrenage 13 et à la courroie 6, et les caractéristiques supplémentaires de la revendication 2 sont divulguées dans D2 et ont la même fonction, ce qui constitue une incitation à l'homme du métier d'introduire ces caractéristiques dans le dispositif de D1 pour déduire l'objet de la revendication 2 sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet de la revendication 2 n'implique d'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 3-5 et 8-10 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive, au vu de la combinaison des documents D1 et D2 (cf. Partie 2), conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 6-7 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive, au vu de la combinaison des documents D3 et D4 (cf. Partie 2), 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.