#### **ROYAUME DU MAROC**

-----

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE

-----





### (12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : (51) Cl. internationale : **MA 64611 A1 H01M 10/54** 

(43) Date de publication :

31.12.2024

(21) N° Dépôt:

64611

(22) Date de Dépôt :

22.09.2022

(30) Données de Priorité:

15.08.2022 CN 202210975086.4

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:

PCT/CN2022/120625 22.09.2022

- (71) Demandeur(s):
  - GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District Foshan, 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):

LI Changdong; LI, Aixia; ZHANG Xuemei; YU Haijun; XIE Yinghao

(74) Mandataire:

**ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)** 

# (54) Titre : PROCÉDÉ DE RÉCUPÉRATION ET DE TRAITEMENT DE SOLUTION ÉLECTROLYTIQUE DE BATTERIE AU LITHIUM-ION

(57) Abrégé: La présente invention concerne le domaine technique du recyclage de batterie, et concerne spécifiquement un procédé de récupération et de traitement d'une solution électrolytique d'une batterie au lithium-ion. Le procédé consiste à : refroidir une batterie au lithium-ion complètement déchargée à une température inférieure au point de solidification d'une solution électrolytique de celle-ci, puis démonter et broyer celle-ci pour obtenir un solide broyé contenant la solution électrolytique ; placer le solide broyé dans un instrument d'extraction de CO2 supercritique sous la protection d'un gaz inerte, un agent d'entraînement étant ajouté à l'instrument d'extraction de CO2 supercritique ; réaliser une extraction ; et collecter un produit d'extraction au moyen d'un dispositif cryogénique, adsorber de l'eau dans le produit d'extraction à l'aide d'un tamis moléculaire lithié de type 4Å, adsorber du HF dans le produit d'extraction à l'aide d'une résine échangeuse d'anions à base faible, et adsorber un acide organique et un alcool dans le produit d'extraction à

l'aide d'un tamis moléculaire lithié de type 5Å. L'eau, le HF, l'acide organique et l'alcool dans le produit d'extraction sont adsorbés au moyen du tamis moléculaire lithié de type 4Å, de la résine échangeuse d'anions à base faible et du tamis moléculaire lithié de type 5Å, de telle sorte qu'un produit de récupération de solution électrolytique qui peut être directement réutilisé peut être obtenu de manière pratique.

-1-

## (طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم)

### الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بالمجال التقني لإعادة تدوير البطاريات وإعادة استخدامها، ويتعلق بشكل خاص بطريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم، والتي تشتمل على: تبريد بطارية أيون ليثيوم مفرغة بالكامل تحت نقطة تجمّد محلول التحليل الكهربي، ثم تفكيك بطارية أيون الليثيوم وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي؛ تحت حماية غاز خامل، ثم وضع المادة الصلبة المسحوقة في أداة استخلاص و CO فوق الحرج حيث تتم إضافة مادة ستحب؛ وإجراء الاستخلاص؛ ثم جمع منتج الاستخلاص باستخدام جهاز مُبرِد، وامتزاز الماء في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وامتزاز الحمض العضوي والكحول في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم. عن طريق امتزاز الماء، منتج الاستخلاص باستخدام المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج والميثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج على التوالي، يكون من السهل الحصول على منتج معاد تدويره لمحلول التحليل الكهربي والذي يمكن إعادة استخدامه مباشرة.

## (طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم)

### الوصف الكامل

## المجال التقني

ينتمي الاختراع الحالي إلى المجال الفني لإعادة تدوير البطاريات وإعادة استخدامها، ويتعلق بشكل أكثر تحديدًا بطريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم.

### الخلفية التقنية

يتزايد عدد بطاريات الليثيوم التي يتم التخلص منها كنفايات بطريقة فائقة السرعة وتراكمية، وبذلك يتضاعف التأثير التراكمي للمخاطر الخفية على الصحة والبيئة والسلامة. يمكن أن تحل إعادة تدوير مخلفات بطاريات الليثيوم وإعادة استخدامها مشاكل التلوث البيئي وضعف السلامة وما شابه ذلك والتي تنتج عن تراكم مخلفات بطاريات الليثيوم. على وجه الخصوص، تحتوي محاليل التحليل الكهربي الموجودة في نفايات بطاريات الليثيوم على مواد سامة وضارة تكون معرضة بشدة للدخول في تفاعلات جانبية في البيئة الطبيعية ومن ثم التسبب في تلوث ثانوي؛ ولكن إعادة تدوير محاليل التحليل الكهربي في بطاريات الليثيوم التي يتم التخلص منها كنفايات يمكن أن تُحسِّن بشكل فعال من مشكلة التلوث الثانوي.

الصلة وتعتمد بشكل أساسي على عملية استخلاص باستخدام مذيب عضوي وعملية استخلاص باستخدام مذيب عضوي وعملية استخلاص باستخدام مذيب عضوي بشكل أساسي إلى باستخدام مذيب عضوي بشكل أساسي إلى وصلية الاستخلاص باستخدام مذيب عضوي بشكل أساسي إلى نقع بطارية مسحوقة عن طريق إدخال مذيب له قابلية ذوبان مماثلة لتلك الخاصة بمحلول التحليل

الكهربي، ونقل محلول التحليل الكهربي إلى المذيب ثم فصل المذيب عن محلول التحليل الكهربي. تحتوي الطريقة على أوجه قصور تتمثل في التكلفة العالية للمذيب، وعملية الفصل المعقدة لمنتج الاستخلاص، والاستهلاك العالي للطاقة، والمذيب المتبقي في منتج الاستخلاص، وما شابه. بالمقارنة مع عملية الاستخلاص باستخدام مذيب عضوي، عن طريق استخلاص محلول التحليل الكهربي للبطارية مع إدخال CO2 فوق الحرج، يمكن حل مشاكل المذيب المتبقي وما شابه ذلك؛ ومع ذلك، فإن وCO2 فوق الحرج له قطبية ضعيفة نسبيًا ويحتاج إلى تحسين الذوبان البيني مع محلول التحليل الكهربي، كما أن تقنية إعادة تدوير محلول التحليل الكهربي والذي يمكن إعادة استخدامه مباشرة.

## الكشف عن الاختراع

10 يتمثل هدف الاختراع الحالي في توفير طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم، والتي من خلالها يمكن الحصول على منتج مُعاد تدويره لمحلول تحليل كهربي والذي يمكن إعادة استخدامه مباشرة.

يتم تنفيذ الاختراع الحالي على النحو التالي:

يقدم الاختراع الحالي طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم، تشتمل 15 على:

الخطوة 1: تبريد بطارية أيون ليثيوم مفرغة بالكامل تحت نقطة تجمُّد محلول التحليل الكهربي، ثم تفكيك بطارية أيون الليثيوم وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي؟

الخطوة 2: تحت حماية غاز خامل، يتم وضع المادة الصلبة المسحوقة في أداة استخلاص CO2 فوق الخطوة عيث تتم إضافة مادة سَحْب؛

الخطوة 3: إجراء الاستخلاص؛ و

الخطوة 4: جمع منتج استخلاص باستخدام جهاز مُبرِّد، وامتزاز الماء في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وامتزاز HF في منتج الاستخلاص باستخدام راتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، وامتزاز الحمض العضوي والكحول في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم.

يتم تصنيع المنخل الجزيئي المعالج بالليثيوم قياس 4 أنجستروم عن طريق المعالجة بالليثيوم للمنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم باستخدام محلول إيثانول لـ LiCl؛ و/ أو

10 يتم تصنيع المنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم عن طريق المعالجة بالليثيوم للمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم بمحلول إيثانول لـ LiCl.

في نماذج بديلة، يكون تركيز محلول الإيثانول لـ LiCl من 1.8 إلى 2.2 مول/ لتر؛ وعدد مرات المعالجة بالليثيوم هو 5-10 مرات.

في نماذج بديلة، تشتمل مادة السَحْب على كربونات حلقية.

ن غاذج بدیلة، تشتمل مادة السَحْب أیضًا علی N، N-داي میثیل فورمامید.

في نماذج بديلة، تكون النسبة الوزنية للكربونات الحلقية إلى N ،N حداي ميثيل فورماميد هي (4-3): 1.

MA

في نماذج بديلة، تشتمل عملية الاستخلاص على استخلاص ثابت واستخلاص ديناميكي.

-8 في نماذج بديلة، عندما يبدأ الاستخلاص الديناميكي، يكون معدل تدفق الإضافة لمادة السَحْب -80 من معدل تدفق -80.

في نماذج بديلة، يكون وقت الاستخلاص الساكن 18-22 دقيقة، ووقت الاستخلاص الديناميكي هو 35-55 دقيقة.

في نماذج بديلة، بالنسبة للاستخلاص، يكون الضغط 21-35 ميجا باسكال، ودرجة الحرارة 40-55 م.

للاختراع الحالي التأثيرات المفيدة التالية:

في طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم المقدمة بواسطة نماذج الاختراع الحالي، بعد الاستخلاص باستخدام CO2 فوق الحرج، يتم امتزاز الماء الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم، يتم امتزاز الحمض العضوي والكحول الاستخلاص باستخدام راتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، ويتم امتزاز الحمض العضوي والكحول الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام المنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم. لذلك، من خلال امتزاز الماء، والحمض العضوي، والكحول في منتج الاستخدام المنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، على التوالي، يكون من السهل الحصول على المنتج المعاد تدويره من محلول التحليل الكهربي والذي يمكن إعادة استخدامه مباشرة.

## الوصف المختصر للأشكال

من أجل وصف الحلول التقنية لنماذج الاختراع الحالي بشكل أكثر وضوحًا، يتم وصف الرسومات المصاحبة الموضحة أدناه هي المصاحبة المطلوبة لوصف النماذج بإيجاز أدناه. يجب إدراك أن الرسومات المصاحبة الموضحة أدناه هي فقط لتوضيح بعض نماذج الاختراع الحالي وبالتالي لا يجب تفسيرها على أنها تحد من نطاق الاختراع الحالي. يمكن لذوي الخبرة في المجال أيضًا التوصُّل إلى رسومات مصاحبة أخرى ذات صلة بناءً على هذه الرسومات المصاحبة دون جهد ابتكاري.

الشكل 1 عبارة عن رسم بياني منحني يوضح العلاقة بين إضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب وعدم إضافتها وكفاءة الاستخلاص لمحلول تحليل كهربي وفقًا للاختراع الحالي؛

الشكل 2 عبارة عن رسم بياني على شكل منحنى يوضح العلاقة بين نسب وزنية مختلفة لمادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد وكفاءة الاستخلاص لمحلول تحليل كهربي وفقًا للاختراع الحالي؛ و

الشكل 3 عبارة عن رسم بياني على شكل منحنى يوضح العلاقة بين الأنواع المختلفة من مواد السحب والكمية المستخدمة من مادة السَحْب وكفاءة الاستخلاص لمحلول تحليل كهربي وفقًا للاختراع الحالي.

### الوصف التفصيلي

من أجل جعل الأهداف والحلول التقنية ومزايا نماذج الاختراع الحالي أكثر وضوحًا، سيتم وصف الحلول التقنية المقدمة في نماذج الاختراع الحالي بشكل واضح وكامل أدناه. إذا لم تتم الإشارة إلى الظروف الحددة في النماذج، يتم إجراء الطريقة وفقًا للظروف التقليدية أو الظروف التي توصي بما الشركات المصنعة. العوامل أو الأدوات المستخدمة (التي لم تتم الإشارة إلى الشركات المصنعة لها) يمكن أن تكون جميعها منتجات تقليدية متوفرة تجاريًا.

يوفر الاختراع الحالي طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم، والتي يمكن استخدامها لإعادة تدوير محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات وتشتمل على:

الخطوة 1: تبريد بطارية أيون ليثيوم مفرغة بالكامل تحت نقطة تجمُّد محلول التحليل الكهربي، ثم تفكيك بطارية الأيون الليثيوم وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي؛ الخطوة 2: تحت حماية غاز خامل، يتم وضع المادة الصلبة المسحوقة في أداة استخلاص CO2 فوق الحرج حيث تتم إضافة مادة سَحْب؛

الخطوة 3: إجراء الاستخلاص؛ و

الخطوة 4: يتم تجميع منتج الاستخلاص باستخدام جهاز مُبرِّد، ويتم امتزاز الماء في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، ويتم امتزاز HF في منتج الاستخلاص باستخدام راتنج تبادل أنيوني ضعيف القاعدة (غشاء تبادل أنيوني ضعيف القاعدة)، وامتزاز الحمض العضوي والكحول في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم.

عن طريق امتزاز الماء، وHF، والحمض العضوي، والكحول في منتج الاستخلاص باستخدام المنخل الجزيئي الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، على التوالي، يكون من السهل الحصول عليه منتج معاد تدويره لمحلول تحليل كهربي يمكن إعادة استخدامه مباشرة.

نظرًا لتعرض بطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات والتي بها شحنة متبقية لدورات متعددة، يزداد احتمال حدوث عيوب داخلية؛ وفي هذه الحالة، في ظل ظروف الاصطدام الميكانيكي أو في بيئة

اصطدام ميكانيكي أو عند درجة حرارة ورطوبة معينة، بالإضافة إلى ضعف التلامس وما شابه، قد يتم تفريغ بطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات على الفور لإنتاج كمية كبيرة من التيار، وبعد ذلك تحترق أو تنفجر تلقائيًا. من أجل تقليل هذه المخاطر والحوادث إلى الحد الأقصى، في الخطوة 1، يجب بدء عملية لاحقة بعد التفريغ الكامل لبطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات. على سبيل المثال: يمكن وضع بطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات في محلول تحليل كهربي مبيل المثال: يمكن وضع بطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات في محلول تحليل كهربي تبلغ 80، مول/ لتر ويتم تفريغها لمدة 8 ساعات تحت ظروف درجة حرارة 80 م وقيمة تبلغ 1.278 للرقم الهيدروجيني؛ وعندما ينخفض الجهد المتبقي إلى 0.54 فولط، يتم الوصول إلى التفريغ الأمثل لبطارية الليثيوم لتلبية حالة التفريغ الآمنة بيئيا والفعالة. بالنسبة لحزمة بطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات، فهي الخاصة بمركبة كهربية، نظرًا للسعة المتبقية لبطارية أيون الليثيوم التي تم التخلص منها كنفايات، فهي أو سحق لاحقة إذا تم اكتشاف أن الجهد المتبقى في نطاق الأمان.

في بعض النماذج، يتم تفكيك نفايات بطارية أيون الليثيوم في بيئة نيتروجين سائل عند -200 °م، ويمكن تحقيق متطلبات السلامة.

اكتشف المخترع من خلال الأبحاث أنه، بسبب القيود في ظروف العملية ومتطلبات المعدات وعوامل اكتشف المخترع من خلال الأبحاث أنه، بسبب القيود في ظروف العملية ومتطلبات المعدات وعوامل مخرى، بعد أن تصل قابلية ذوبان مائع CO2 فوق الحرج إلى حد أعلى معين، يصعب تحسين تأثير الاستخلاص بشكل مستمر بمجرد تغيير ظروف العملية. لذلك، عن طريق إضافة مادة سَحْب معينة، يتم تحسين تأثير الاستخلاص وتتم زيادة كفاءة الاستخلاص في الاختراع الحالي.

في بعض النماذج، تشتمل مادة السَحْب على كربونات حلقية، على سبيل المثال: كربونات الإيثيلين، كربونات البيوتيلين. تعتبر الكربونات الحلقية مذيبًا عضويًا شائعًا لمحلول التحليل الكهربي وهي مذيب ذو قطبية كبيرة نسبيًا لا يسبب القلق بشأن مشكلة المواد المتبقية؛ علاوة على

20

ذلك، فإن الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب لها أيضًا تأثير تحسين معين على كفاءة استخلاص LiPF6 دون تسريع تحلل LiPF6.

علاوة على ذلك، تشتمل مادة السَحْب أيضًا على N، N—داي ميثيل فورماميد، أي أنه، في نماذج أخرى، تكون مادة السَحْب عبارة عن خليط من الكربونات الحلقية وN، N—داي ميثيل فورماميد؛ وتكون النسبة الوزنية للكربونات الحلقية إلى N، N—داي ميثيل فورماميد هي N0. 1، مثل N1 وما شابه.

يعد N، N-داي ميثيل فورماميد أيضًا مذيبًا عضويًا شائعًا لمحلول التحليل الكهربي وهو مذيب ذو قطبية كبيرة نسبيًا دون القلق بشأن مشكلة المواد المتبقية. يعني ذلك أن مواد السحب وفقًا للاختراع الحالي هي عوامل يمكن فصلها بسهولة من وسط الاستخلاص. إذا كانت هناك بقايا من مادة السَحْب، فإنها تحتاج إلى إضافة عملية معالجة لفصل مادة السَحْب بعد الاستخلاص بعد استخدام مادة السَحْب؛ وإذا لم تتم إزالة بقايا المادة المسحوبة في وسط الاستخلاص أو كان من الصعب إزالتها، فإن الاستخلاص بالمائع فوق الحرج سيفقد مزايا النظافة وحماية البيئة.

من خلال كروماتوجراف الغاز، حدد المخترع أن مادتي السحب وهما الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد لا تدمران الخواص الكيميائية لمحلول التحليل الكهربي. لذلك، لا يمكن لطريقة إعادة تدوير محلول التحليل الكهربي للاختراع الحالي أن تجعل مكونات المذيب العضوي لمحلول التحليل الكهربي تتحلل أو تنتج مواد جديدة، ويمكن استخلاص المكونات بشكل سليم من محلول التحليل الكهربي.

يتم استخدام مادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية وN، N-داي ميثيل فورماميد، حيث يتم استخدام مادة السَحْب وN، N-داي ميثيل فورماميد لتعزيز كفاءة الاستخلاص بشكل تآزري، ويتم الوصول إلى كفاءة الاستخلاص المثالية إذا كانت النسبة الوزنية للاثنين هي (4-3): 1.

اكتشف المخترع من خلال الأبحاث أن قطبية CO2 الضعيفة نسبيًا، يمكنها تحقيق كفاءة استخلاص عالية نسبيًا للمواد المحبة للدهون ذات القطبية الضعيفة نسبيًا في المحلول الكهربي لبطارية أيون الليثيوم في وق الحرج؛ وعلى العكس من ذلك، فإن كفاءة استخلاص مركب ذو قطبية قوية نسبيًا أو ملح الليثيوم في محلول التحليل الكهربي ليست مثالية. على الرغم من أنه يمكن تحسين كفاءة استخلاص المكونات القطبية عن طريق ضبط ضغط ودرجة حرارة CO2 فوق الحرج في عملية الاستخلاص، إلا أن التشغيل الفعلي محدود بعوامل مختلفة. لهذا الغرض، باستخدام مادة السَحُب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، الحداي ميثيل فورماميد، يمكن خفض ضغط ذوبان المذاب القطبي، وتحسين ذوبان المذاب القطبي بشكل فعال، وتحسين كفاءة استخلاص المادة القطبية بشكل كبير.

10

في جانب آخر، في الاختراع الحالي، نظرًا لحقيقة أن مادة السَحْب N، N-داي ميثيل فورماميد لها قطبية أكبر من الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب ولزوجة أقل من الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب، فهي أكثر ملاءمة لانتشار مادتي السحب في ناتج الامتزاز لمحلول التحليل الكهربي، مما يزيد من الاتصال بين مادتي السحب ومحلول التحليل الكهربي بالإضافة إلى زيادة تذويب المحلول الكهربي.

يمكن أن نرى مما سبق أنه من خلال إضافة مادة السَحْب N وN-داي ميثيل فورماميد المخلوطة مع الكربونات الحلقية، في ظل التأثير الشامل لعوامل متعددة، مع الاستخدام التعاوني لمادتي السحب، يتم

تعزيز كفاءة الاستخلاص، ويتم تحسين كفاءة الاستخلاص، ويكون تأثير الاستخلاص أكبر بكثير من استخدام مادة سَحْب واحدة.

في بعض النماذج، في الخطوة 3، عند ضغط 21–35 ميجا باسكال (على سبيل المثال، 21 ميجا باسكال، 25 ميجا باسكال، 35 ميجا باسكال وما شابه) باسكال، 25 ميجا باسكال، 35 ميجا باسكال وما شابه) ودرجة حرارة 40–55 م (على سبيل المثال، 40 م، 45 م، 50 م، 55 م وما شابه)، يتم إجراء الاستخلاص المشترك باستخدام  $co_2$  فوق الحرج ومادة السَحْب لفصل مادة التحليل الكهربي من محلول التحليل الكهربي، ويتم الحصول على منتج الاستخلاص.

علاوة على ذلك، يشتمل الاستخلاص على استخلاص ثابت واستخلاص ديناميكي. بدلا من ذلك، يكون وقت الاستخلاص الساكن هو 18-22 دقيقة، على سبيل المثال، 18 دقيقة، 20 دقيقة، على سبيل المثال 20 دقيقة وما شابه ذلك؛ ويكون وقت الاستخلاص الديناميكي 35-55 دقيقة، على سبيل المثال 35 دقيقة، 40 دقيقة، 45 دقيقة، 50 دقيقة وما شابه.

من خلال الجمع بين طريقتي الاستخلاص الساكن والاستخلاص الديناميكي، حيث يتم استخدام الاستخلاص الديناميكي بعد إذابة المذاب بالكامل، يمكن تقليل بقايا المذاب في مادة العينة، ويمكن تحسين كفاءة الاستخلاص.

1 بدلاً من ذلك، عندما يبدأ الاستخلاص، تتم إضافة مادة سَحْب إلى أداة استخلاص CO2 فوق الحرج مسبقًا، حيث يمكن تحديد استخدام إضافة مادة سَحْب وفقًا لنسبة مقابلة من المذيب في غلاية الاستخلاص، مثل 10 % من المذيب في الغلاية. عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي، قد يظل استخدام مادة السَحْب في أداة استخلاص CO2 فوق الحرج عند نسبة 8-10 %؛ أي أن معدل

تدفق الإضافة للمادة المسحوبة هو 8-10% من معدل تدفق 8%، و8%، وما شابه.

في بعض النماذج، يتم تصنيع المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم عن طريق المعالجة بالليثيوم للمنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم باستخدام محلول إيثانول لـ LiCl؛ ويتم تصنيع المنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم عن طريق المعالجة بالليثيوم للمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم باستخدام محلول الإيثانول لـ LiCl.

علاوة على ذلك، يكون تركيز محلول الإيثانول له LiCl من 1.8 إلى 2.2 مول/ لتر، على سبيل المثال، 1.8 مول/ لتر، 2.0 مول/ لتر، 2.0 مول/ لتر، 2.0 مول/ لتر، 2.0 مرات، 3 مرات، 4 مر

بحدر الإشارة إلى أنه بعد نقع المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم والمنخل الجزيئي قياس أنه بعد نقع المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم في محلول إيثانول له LiCl لمدة 36 ساعة تقريبًا، يتم إجراء التجفيف في الفراغ، ويتم تكرار هذه الخطوة لمدة 5-10 مرات، وبذلك يمكن الحصول على منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم ومنخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم.

سيتم شرح الاختراع الحالي أدناه بالتفصيل بالاستعانة بالأمثلة.

## 15 النموذج 1

الخطوة 1: تم تفريغ بطارية أيون ليثيوم سبق التخلص منها كنفايات، ثم يتم تبريدها إلى ما دون نقطة بحمُّد محلول التحليل الكهربي، ثم تم تفكيكها وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي.

الخطوة 2: تمت إضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب إلى أداة استخلاص CO2 فوق الحرج؛ وتحت حماية غاز خامل، تم وضع المادة الصلبة المسحوقة في الخطوة 1 في أداة استخلاص CO2 فوق الحرج.

الخطوة 3: عند ضغط 21 ميجا باسكال ودرجة حرارة 40  $^{\circ}$ م، تم إجراء الاستخلاص المشترك باستخدام  $^{\circ}$ CO2 فوق الحرج ومادة السَحْب لفصل مادة التحليل الكهربي من محلول التحليل الكهربي، وتم الحصول على منتج استخلاص، حيث كان وقت الاستخلاص كما يلي: كان وقت الاستخلاص الساكن 20 دقيقة، ثم كان وقت الاستخلاص الديناميكي 55 دقيقة.

حيث عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي، تم الحفاظ على استخدام الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب في أداة استخلاص  $CO_2$  فوق الحرج عند نسبة 8 %، وكان معدل تدفق إضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب هو 8 % من معدل تدفق  $CO_2$ .

الخطوة 4: تم تجميع منتج الاستخلاص في الخطوة 3 باستخدام جهاز مُبرِّد، وتم امتزاز الماء الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وتم امتزاز HF في منتج الاستخلاص براتنج تبادل أنيوني ضعيف القاعدة، وحمض عضوي وتم امتزاز الحمض والكحول الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم، ثم تم تحضير منتج معاد تدويره لمحلول التحليل الكهربي والذي يمكن إعادة استخدامه.

### النموذج 2

الخطوة 1: تم تفريغ بطارية أيون الليثيوم التي سبق التخلص منها كنفايات، ثم تم تبريدها إلى ما دون نقطة تحمُّد محلول التحليل الكهربي، ثم تم تفكيكها وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي.

الخطوة 2: تمت إضافة مادة سَحْب مختلطة مكونة من الكربونات الحلقية وN، N- $\epsilon$ اي ميثيل فورماميد إلى أداة استخلاص  $\epsilon$ 00 فوق الحرج، حيث كانت النسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية و $\epsilon$ 00 ميثيل فورماميد 4: 1. تحت حماية غاز خامل، تم وضع المادة الصلبة المسحوقة في الخطوة 1 في أداة استخلاص  $\epsilon$ 00 فوق الحرج.

الخطوة 3: عند ضغط 21 ميجا باسكال ودرجة حرارة 40  $^{\circ}$ م، تم إجراء استخلاص  $^{\circ}$ 00 باستخدام  $^{\circ}$ 00 فوق الحرج ومادة السَحْب لفصل مادة التحليل الكهربي من محلول التحليل الكهربي، وتم الحصول على منتج استخلاص، حيث كان وقت الاستخلاص على النحو التالي: كان وقت الاستخلاص الساكن 20 دقيقة، ثم كان وقت الاستخلاص الديناميكي 55 دقيقة.

حيث عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي، تم الحفاظ على استخدام خليط مادتي السحب في أداة 0.00 استخلاص 0.00 فوق الحرج عند 0.00 وكان معدل التدفق الإضافي لخليط مادتي السحب 0.00 من معدل تدفق 0.00.

الخطوة 4: تم تجميع منتج الاستخلاص في الخطوة 3 باستخدام جهاز مُبرِّد، وتم امتزاز الماء الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وتم امتزاز HF في منتج الاستخلاص براتنج تبادل أنيوني ضعيف القاعدة، ثم تم امتزاز الحمض العضوي والكحول الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم، وتم تحضير منتج معاد تدويره لمحلول تحليل كهربي يمكن إعادة استخدامه.

النموذج 3

الخطوة 1: تم تفريغ بطارية أيون ليثيوم سبق التخلص منها كنفايات، ثم تم تبريدها إلى ما دون نقطة تجمُّد محلول التحليل الكهربي، ثم تم تفكيكها وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على محلول التحليل الكهربي.

الخطوة 2: تمت إضافة مادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، المحاوي ميثيل فورماميد إلى أداة استخلاص CO2 فوق الحرج، حيث تكون النسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية و N، فورماميد هي 4: 1. تحت حماية غاز خامل، تم وضع المادة الصلبة المسحوقة في الخطوة في أداة استخلاص CO2 فوق الحرج.

الخطوة 3: عند ضغط 35 ميجا باسكال ودرجة حرارة 55  $^{\circ}$ م، تم إجراء الاستخلاص المشترك باستخدام  $^{\circ}$ CO2 فوق الحرج ومادة السَحْب لفصل مادة التحليل الكهربي من محلول التحليل الكهربي، وتم الحصول على منتج استخلاص. هنا كان وقت الاستخلاص كما يلي: وقت الاستخلاص الساكن كان وقت الاستخلاص الديناميكي 35 دقيقة.

حيث عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي هنا، تم الحفاظ على استخدام خليط من مادتي السحب في أداة استخلاص  $CO_2$  فوق الحرج بنسبة 8 %؛ وكان معدل تدفق الإضافة لخليط مادتي السحب 8 % من معدل تدفق 8 % من معدل تدفق 8 %.

تم تجميع منتج الاستخلاص في الخطوة 3 باستخدام جهاز مُبرِّد، وتم امتزاز الماء الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وتم امتزاز HF في منتج الاستخلاص براتنج تبادل أنيوني ضعيف القاعدة، ثم تم امتزاز الحمض العضوي والكحول الموجود في منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم، وتم تحضير منتج معاد تدويره لمحلول تحليل كهربي يمكن إعادة استخدامه.

المثال المقارن 1

بالمقارنة مع النموذج 1، في المثال المقارن 1، في الخطوة 2، لم تتم إضافة أي مادة سَحْب، وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج 1.

المثال المقارن 2

بالمقارنة مع النموذج 2، في المثال المقارن 2، في الخطوة 2، كانت النسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية وN، N-داي ميثيل فورماميد هي N: N، وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج N.

المثال المقارن 3

بالمقارنة مع النموذج 2، في المثال المقارن 3، عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي، كان معدل إضافة خليط مادي السحب هو 4% من معدل تدفق 3%، وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج 3%.

المثال المقارن 4

10

بالمقارنة مع النموذج 2، في المثال المقارن 4، عندما بدأ الاستخلاص الديناميكي، كان معدل تدفق الإضافة لخليط مادتي السحب 6 % من معدل تدفق 60، وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج 2.

15 المثال المقارن 5

بالمقارنة مع النموذج 2، في المثال المقارن 5، في الخطوة 2، تم اختيار الأسيتون كمادة السَحْب وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج 2.

المثال المقارن 6

تم امتزاز منتج الاستخلاص في الخطوة 3 باستخدام المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، على التوالي، وتشير جميع العمليات الأخرى إلى النموذج 2.

1. تم إجراء بحربة مقارنة بناءً على النموذج 1 والمثال المقارن 1، في ظل ظروف العملية المحسنة (مع ضغط 21 ميجا باسكال، ودرجة حرارة 40 م ووقت الاستخلاص للاستخلاص الثابت 20 دقيقة وللاستخلاص الديناميكي 55 دقيقة) وظروف الاستخلاص حيث تكون الكمية المضافة من مادة السَحْب 8-0 %، هناك رسم بياني منحني يوضح العلاقة بين عدم إضافة مادة سَحْب ومادة السَحْب الكربونات الحلقية وكفاءة الاستخلاص لمحلول تحليل كهربي في الشكل 1.

1 يمكن أن نرى من الشكل 1 أن هناك اختلافًا واضحًا في كفاءة الاستخلاص بين ظروف عدم إضافة مادة سَحْب وإضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب؛ وتكون كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي دون إضافة مادة سَحْب (أي أن الكمية المضافة من مادة السَحْب هي 0 %) هي 66.05 % فقط. في نطاق تباين استخدام الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب بنسبة 0 0 %، مع زيادة استخدام مادة السَحْب، يتم أيضًا تحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي. 0 إذا وصل استخدام مادة السَحْب إلى 0 % (النموذج 0)، فإن كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي. الكهربي مع استخدام الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب تبلغ 0 0 %.

2. تم إجراء تجربة مقارنة بناءً على النموذج 2 والمثال المقارن 2، في ظل ظروف العملية المحسنة (عند ضغط 21 ميجا باسكال، ودرجة حرارة 40  $^{\circ}$ م ووقت الاستخلاص للاستخلاص الثابت 20 دقيقة ثم للاستخلاص الديناميكي 55 دقيقة واستخدام مادة سَحْب 8 %) وظروف الاستخلاص مع

إضافة كمية مادة سَحْب تتراوح من 0 إلى 8%، هناك رسم بياني منحنى يوضح العلاقة بين النسب الوزنية المختلفة من مادة سَحْب مختلطة وكفاءة استخلاص محلول تحليل كهربي موضح في الشكل 2.

يمكن أن نرى من الشكل 2 أنه مع انخفاض نسبة مادة السَحْب N، N-داي ميثيل فورماميد في النسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية وN، N-داي ميثيل فورماميد، يتم تحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي. إذا كانت النسبة الوزنية للكربونات الحلقية إلى N، N-داي ميثيل فورماميد تصل إلى 4: 1 (النموذج 2)، فإن كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي تكون 96.24 %، على التوالي. ولذلك تم اختيار الاستخدام الأمثل المتمثل في النسبة الوزنية 4: 1.

3. تم إجراء تجربة مقارنة بناءً على النموذج 2 والأمثلة المقارنة 3 و: 4 و: 5، في ظل ظروف العملية المحسنة (عند ضغط 21 ميجا باسكال، ودرجة حرارة 40  $^{\circ}$ م، ووقت الاستخلاص للاستخلاص الحسنة (عند ضغط 20 دقيقة وثم بالنسبة للاستخلاص الديناميكي لمدة 55 دقيقة والنسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية و $^{\circ}$ م، ورماميد 4: 1)، هناك رسم بياني على شكل منحني يوضح العلاقة بين الحلوية في غتلفة من مواد السحب وكمية مادة السَحْب المستخدمة وكفاءة استخلاص المحلول الكهربي في الشكل 3.

يمكن أن نرى من الشكل 3 أنه مع زيادة استخدام مادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد، تم أيضًا تحسين كفاءة الاستخلاص لمحلول التحليل الكهربي، وتبلغ كفاءة الاستخلاص 96.24 % عند الاستخدام. من مادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد هو 8 % (النموذج 2). عندئذ تصبح الزيادة في سرعة كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي خفيفة تدريجياً، وبالتالي تم اختيار نسبة 8 % باعتبارها الاستخدام الأمثل لمادة السحْب.

علاوة على ذلك، كانت كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي باستخدام مادة السَحْب المختلطة المكونة من الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد للاختراع الحالي أكبر بكثير من تلك التي تحققت باستخدام الأسيتون.

4. من الأوصاف الواردة في النماذج أعلاه، يكمن الفرق بين النموذج 1 والنموذج 2 في أن: مادة السَحْب في النموذج 1 السَحْب في النموذج 1 السَحْب في النموذج 2 السَحْب في النموذج 2 هي خليط من الكربونات الحلقية و N N داي ميثيل فورماميد؛ ويمكن ملاحظة من الشكل 1 والشكل 3 أن كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي في النموذج 1 تبلغ N N وكفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي في النموذج 2 هي N والشكل 3 أن كفاءة التحليل الكهربي في النموذج 2 هي N والتحليل الكهربي في النموذج 2 هي N وكفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي في النموذج 2 هي N والتحليل الكهربي في النموذج 2 هي N ميثيل فورماميد قد أدى على ما يبدو إلى التحليل الكهربي .

5. في محلول التحليل الكهربي المعاد تدويره بواسطة CO2 فوق الحرج، يوجد محتوى كبير نسبيًا من HF بسبب تحلل ملح الليثيوم المحتوي على الفلور، كما تعد إزالة HF أيضًا رابطًا مهمًا لإعادة استخدام محلول التحليل الكهربي. نظرًا لأن العامل المؤثر للمياه (على سبيل المثال، الماء الموجود في CO2 وغلاية الاستخلاص وخط الأنابيب في معدات الاستخلاص) في عملية الاستخلاص باستخدام CO2 فوق الحرج لا يمكن استبعاده تمامًا، يمكن إدخال كمية معينة من الماء إلى عملية استخلاص المحلول الكهربي. على الرغم من إمكانية استهلاك كمية معينة من الماء في عملية الحل المائي لملح الليثيوم في محلول التحليل الكهربي، إلا أن محتوى الماء قد يظل مرتفعًا جدًا.

في النموذج 1، تتم إزالة الماء و HF الموجود في محلول التحليل الكهربي المعاد تدويره من بطاريات أيون الليثيوم، الليثيوم التي سبق التخلص منها كنفايات باستخدام المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم، والمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم، وراتنج تبادل الأنيون ضعيف القاعدة، حيث قيمكن

20

تخفيض محتوى الماء إلى 20 جزء في المليون أو أقل، ويمكن خفض محتوى HF إلى 50 جزء في المليون أو أقل. بعد صياغة محلول تحليل كهربي تجاري، تتم تكملة مكونات محلول التحليل الكهربي المعاد تدويره في النموذج 1 لتصنيع محلول تحليل كهربي مُعاد استخدامه، ويتم تمييز الخواص الفيزيائية والكيميائية لمحلول التحليل الكهربي المعاد استخدامه، وتظهر النتائج أن محتوى HF، ومحتوى الماء، والتوصيل الأيوني، وعدد نقل أيونات الليثيوم، والنافذة الكهروكيميائية وما شابه ذلك في محلول التحليل الكهربي المعاد استخدامه تفى بمتطلبات المؤشر النسبي.

مع ذلك، في المثال المقارن 6، يمكن أن يتسبب المحتوى العالي جدًا من HF في محلول التحليل الكهربي في حدوث تآكل داخل البطارية، مما يؤدي إلى مشاكل تتمثل في زيادة المقاومة الداخلية للبطارية والتي تسبب مشاكل مثل تدهور السعة المحددة والكفاءة الكولومبية للبطارية وما شابه.

التلخيص ما سبق، في طريقة إعادة التدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم الخاصة بالاختراع الحالي، تم تحسين بارامترات عملية استخلاص محلول التحليل الكهربي باستخدام CO2 فوق الحرج؛ عند ضغط معين ودرجة حرارة معينة للنظام، يتم التحكم في قطبية وCO2 لتحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي، بحيث يتم التحكم في الخواص الفيزيائية للكثافة والقطبية وما شابه ذلك له CO2 من خلال الضغط ودرجة الحرارة، ومن ثم يكون CO2 أكثر انتقائية بالنسبة للمذاب. يجمع الاختراع الحالي أيضًا بين الاستخلاص الساكن والاستخلاص الديناميكي؛ أثناء الاستخلاص الساكن، تتم إذابة المذاب بالكامل بشكل ملائم، ثم يتم إجراء الاستخلاص الديناميكي لتقليل بقايا المذاب في المادة، ومن ثم يتم تحسين كفاءة الاستخلاص؛ في حين يكون وقت الاستخلاص قصيرا، وذلك لتقليل الخسائر بسبب المكونات المتطايرة والمكونات سهلة التحلل؛ ومع إضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب، يتم تحسين كفاءة استخلاص المكونات. لذلك، يمكن للاختراع الحالي أن

يأخذ في الاعتبار جميع قواعد الاستخلاص لمعظم المكونات الرئيسية ويضمن كفاءة إعادة تدوير عالية نسبيًا للمكونات المختلفة في منتج الاستخلاص.

عند درجة حرارة وضغط النظام المحددين وفقًا للاختراع الحالي، تتم إضافة الكربونات الحلقية المستخدمة كمادة سحب إلى CO2 فوق الحرج، وتتم زيادة كثافة المائع، عما يؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان محلول التحليل الكهربي. في جانب آخر، في ظل بارامترات العملية المحددة، من خلال الدمج لمادة السَحْب و N، N-داي ميثيل فورماميد، يبدو أن تعاون الكربونات الحلقية و N، N-داي ميثيل فورماميد قد أدى إلى تحسين كفاءة الاستخلاص لمحلول التحليل الكهربي دون تحلل أو إنتاج مادة جديدة من أحد مكونات المذيبات العضوية في محلول التحليل الكهربي، وبالتالي تم تحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي، وبالتالي تم تحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي، وبالتالي تم تحسين كفاءة استخلاص محلول التحليل الكهربي بشكل ملحوظ.

10 ما هو مذكور أعلاه هو مجرد نماذج مفضلة للاختراع الحالي، ولكن ليس المقصود منه تحديد نطاق الاختراع الحالي، ويمكن لذوي الخبرة في المجال إجراء تعديلات وتغييرات مختلفة على الاختراع الحالي. أي تعديلات وبدائل مكافئة وتحسينات وما شابه ذلك ضمن روح ومبدأ الاختراع الحالي من المقصود أنها تقع ضمن نطاق الحماية للاختراع الحالي.

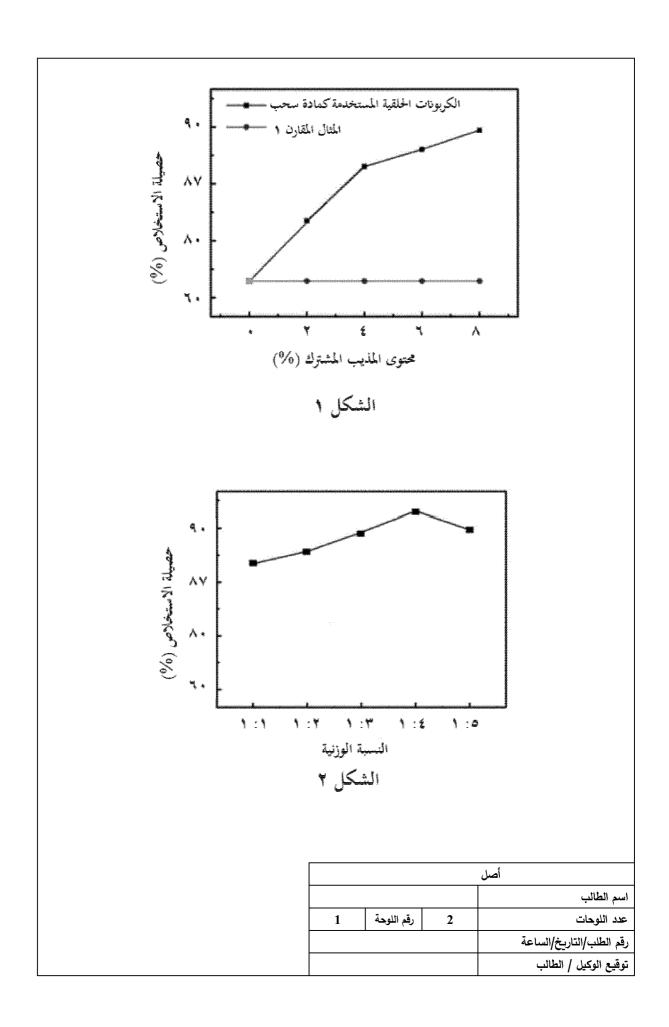
## عناصر الحماية

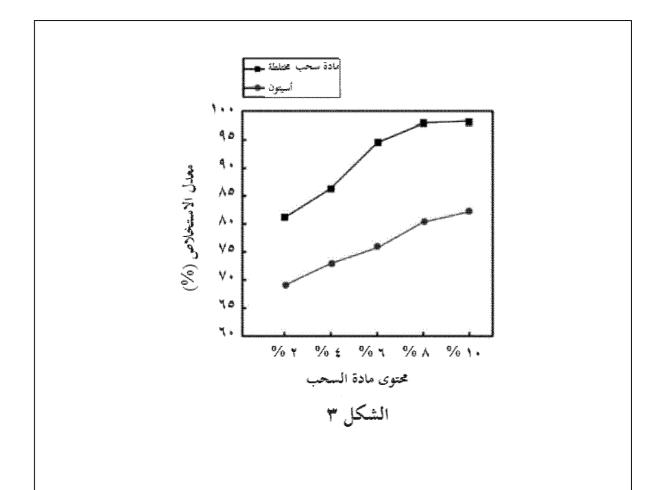
1

1. طريقة لإعادة تدوير ومعالجة محلول تحليل كهربي لبطارية أيون الليثيوم، تشتمل على:

2	الخطوة 1: تبريد بطارية أيون ليثيوم مفرغة بالكامل تحت نقطة تحمُّد محلول التحليل الكهربي،
3	ثم تفكيك بطارية أيون الليثيوم وسحقها للحصول على مادة صلبة مسحوقة تحتوي على
4	محلول التحليل الكهربي؛
5	الخطوة 2: تحت حماية غاز خامل، يتم وضع المادة الصلبة المسحوقة في أداة استخلاص
$\epsilon$	CO2 فوق الحرج حيث تتم إضافة مادة سَحْب؛
7	الخطوة 3: إجراء الاستخلاص؛ و
8	الخطوة 4: جمع منتج استخلاص باستخدام جهاز مُبرِّد، وامتزاز الماء في منتج الاستخلاص
9	باستخدام منخل جزيئي قياس 4 أنجستروم معالج بالليثيوم، وامتزاز HF في منتج الاستخلاص
10	باستخدام راتنج التبادل الأنيوني ضعيف القاعدة، وامتزاز الحمض العضوي والكحول في
11	منتج الاستخلاص باستخدام منخل جزيئي قياس 5 أنجستروم معالج بالليثيوم.
1	2. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
2	الحماية 1، حيث يتم تصنيع المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم عن طريق
3	تفتيت المنخل الجزيئي قياس 4 أنجستروم المعالج بالليثيوم بمحلول إيثانول لـ LiCl؛ و/ أو
4	يتم تصنيع المنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم المعالج بالليثيوم عن طريق المعالجة بالليثيوم
5	للمنخل الجزيئي قياس 5 أنجستروم بمحلول إيثانول لـ LiCl.
1	3. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
2	الحماية 2، حيث يكون تركيز محلول الإيثانول لـ LiCl من 1.8 إلى 2.2 مول/ لتر؛ وعدد
3	مرات المعالجة بالليثيوم هو 5-10 مرات.

- 4. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
  - 2 الحماية 1، حيث يشتمل جهاز السحب على كربونات حلقية.
- طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
  - 2 الحماية 4، حيث تشتمل مادة السحب أيضًا على N، N-داي ميثيل فورماميد.
- طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
- الحماية 5 حيث تكون النسبة الوزنية بين الكربونات الحلقية وN، N-داي ميثيل فورماميد
  - 3 هي (3-4): 1
- طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لأي من
- عناصر الحماية من 1 إلى 6، حيث تشتمل عملية الاستخلاص على الاستخلاص الساكن 2
  - 3 والاستخلاص الديناميكي.
- 1 8. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
- 2 الحماية 7، حيث عند بدء الاستخلاص الديناميكي، يكون معدل تدفق الإضافة لمادة
  - 3 السَحْب 8-10 % من معدل تدفق CO<sub>2</sub>.
- 1 9. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
- 2 الحماية 7، حيث يكون وقت الاستخلاص الساكن 18-22 دقيقة، ووقت الاستخلاص
  - 3 الديناميكي 35-55 دقيقة.
- 1 . 10. طريقة إعادة تدوير ومعالجة محلول التحليل الكهربي لبطارية أيون الليثيوم وفقًا لعنصر
- 2 الحماية 7، حيث بالنسبة للاستخلاص، يكون الضغط 21-35 ميجا باسكال، وتكون
  - 3 درجة الحرارة 40-55°م.





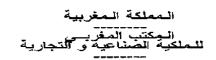
أصل				
			اسم الطائب	
2	رقم اللوحة	2	عدد اللوحات	
			رقم الطلب/التاريخ/الساعة	
			توقيع الوكيل / الطالب	

MA 64611A1

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE





### 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 : 64611	Date de dépôt : 22/09/2022				
	Date d'entrée en phase nationale : 01/03/2024				
Déposant : GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.	Date de priorité: 15/08/2022				
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ DE RÉCUPÉRATION ET DE TRAITEMENT DE SOLUTION ÉLECTROLYTIQUE DE BATTERIE AU LITHIUM-ION					
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 ☑ 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					
Examinateur: Abdelfettah EL KADIRI					
	Date d'établissement du rapport : 14/12/2024				
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	* (Marie 1) *				

RROB (Version Décembre 2018) Page 1 sur 4

# MA 64611A1

### 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 :

<u>Description</u>
 20 Pages

Revendications

1-10

· Planches de dessin

2 Pages

### Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB: H01M10/54

CPC: H01M10/0525; H01M10/54

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
Υ	CN 109037828 A (GUANGZHOU QIANNENG TECHNOLOGY CO., LTD.) 18 Décembre 2018 (2018-12-18) description, paragraphes [0007]-[0041]	1-5, 7-10
Υ	CN 110620276 A (CHANGZHOU UNIVERSITY) 27 Décembre 2019 (2019-12-27) description, paragraphes 3-15	1-5, 7-10
Y	(WANG, Wei), (Research on Recycling and Reusing of Lithium-ion Battery Electrolyte Based on Supercritical CO2 Extraction)", (China Master's Theses Full-Text Database, Engineering Science & Technology I), No. {0} 1, 15 January 2022 (2022-01-15), ISSN :1674-0246 page 32, paragraphes 1-2, & page 36 paragraphe 1-page 38 paragraphe 1	5, 7, 8
Y	(LIU, Yuanlong), (Research on Recycling and Reusing of Carbonate Based Electrolyte for Lithium Ion Batteries by Supercritical CO2)", (Engineering Science and Technology II, China Doctoral Dissertations Full-Text Database), No. {0} 1, 15 January 2018 (2018-01-15), ISSN :1674-022X page 66, dernier paragraphe-page 68 paragraphe 1, & page 82	1-5, 7-10

#### \*Catégories spéciales de documents cités :

RROB (Version Décembre 2018) Page 2 sur 4

<sup>-«</sup> 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

 <sup>«</sup> 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

<sup>-«</sup> 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

<sup>-«</sup> 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

# MA 64611A1

### 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	Oui
Nouveaute	Revendications aucune	Non
Activité inventive	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-10	Non
Application Industrielle	Revendications 1-10	Oui
	Revendications aucune	Non
Application industrielle		_

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 109037828 A D2: CN 110620276 A

D3: Research on Recycling and Reusing of Lithium-ion Battery Electrolyte Based on Supercritical

CO2 Extraction

#### 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 7-41) : une méthode de recyclage de l'électrolyte dans la batterie lithium-ion usagée, comprenant les étapes suivantes : S1, démontage de la batterie lithium-ion, introduction de l'électrolyte dans une bouilloire d'extraction de CO2 dans une atmosphère inerte, pompage du CO2 supercritique et de l'entraîneur dans la bouilloire d'extraction de CO2 en même temps, contrôle de la pression dans la bouilloire d'extraction de CO2 à 23-25 mm/A, la température étant de 35-45° C, extraction pendant 45-50 min, et ensuite séparation d'un produit d'extraction primaire ; S2, répétition de l'étape S1 pour obtenir un produit d'extraction de deuxième phase ; et S3, élimination de l'eau du produit d'extraction de deuxième phase à travers un tamis moléculaire, après que la résine échangeuse active à surface anionique faiblement basique ait éliminé l'acide inorganique (en adsorbant nécessairement le HF) pour obtenir l'électrolyte basique. Le tamis moléculaire de l'étape S 3 est obtenu en trempant le tamis moléculaire dans une solution d'éthanol de LiCl pendant 2 à 5 fois. L'entraîneur est une classe de carbonate (par exemple, le carbonate de propylène).

Les différences entre la revendication 1 et D1 sont les suivantes : (1) l'étape S1 et l'étape S2, consistant à placer le solide broyé dans l'instrument d'extraction au CO2 supercritique. (2) Le

RROB (Version Décembre 2018) Page 3 sur 4

## MA 64611A1

tamis moléculaire de l'eau dans le produit d'extraction à l'étape S4 est de type 4, et l'acide organique et l'alcool dans le produit d'extraction sont adsorbés à l'aide d'un tamis moléculaire lithié de type 5.

Sur la base des différences (1) et (2), le problème à résoudre par la revendication 1 est le suivant : (1) comment collecter un électrolyte à partir d'une batterie au lithium usagée ; et (2) comment purifier le produit extrait.

Le document D2 divulgue (description, paragraphes 3-15) : une méthode pour récupérer l'électrolyte d'une batterie lithium-ion : démonter une batterie entièrement déchargée dans de l'azote liquide, placer les débris d'électrolyte congelés et le microprocesseur contenant l'électrolyte dans une marmite d'extraction, ajouter du CO2 supercritique et un entraîneur, puis extraire.

Le document D3 divulgue (page 32, paragraphes 1-2 et page 36, paragraphe 1 à page 38, paragraphe 1): une méthode d'extraction d'un électrolyte dans une batterie usagée par CO2 supercritique, dans laquelle l'extraction comprend une extraction statique et une extraction dynamique, la quantité d'entraîneur dans le CO2 supercritique est de 0 à 10 % en poids du CO2 en circulation pendant l'extraction dynamique, l'entraîneur peut être un solvant organique (par exemple, DMF, GBL) couramment utilisé dans l'électrolyte, et le DMF peut inhiber la décomposition du LiPF6 et améliorer l'effet de l'extraction.

La différence (1) est divulguée en partie dans D2, et les autres caractéristiques sont des connaissances générales courantes. La différence (2) est connue de l'état de l'art.

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

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.

RROB (Version Décembre 2018) Page 4 sur 4