

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 976 219**

21 Número de solicitud: 202390060

51 Int. Cl.:

C22B 7/00 (2006.01)
C22B 26/12 (2006.01)
C22B 23/00 (2006.01)
C22B 47/00 (2006.01)
C01D 15/08 (2006.01)
C01G 53/00 (2006.01)
C01G 51/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

12.05.2022

30 Prioridad:

17.08.2021 CN 202110943314

43 Fecha de publicación de la solicitud:

26.07.2024

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.3%)
No. 6 Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui
528137 District Foshan, Guangdong CN;
HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.3%) y
HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.
(33.3%)**

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

BERCIAL ARIAS, Cristina

54 Título: **Procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio**

ES 2 976 219 A2

DESCRIPCIÓN

Procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio

CAMPO TÉCNICO

5 La presente descripción pertenece al campo técnico del reciclaje de baterías de litio, y se refiere específicamente a un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio.

ANTECEDENTES

10 Las baterías de ion de litio (LIB) se usan ampliamente en dispositivos electrónicos portátiles tales como teléfonos móviles, fuentes de alimentación móviles, y ordenadores portátiles, debido a las ventajas de alta densidad de energía, alto voltaje, excelente rendimiento de ciclo, baja autodescarga, alta eficiencia de carga y descarga, y similares. Además, con el desarrollo continuo de la industria automotriz de nuevas energías, la demanda del mercado de las LIB está aumentando.

15 Sin embargo, las baterías eléctricas generalmente tienen una vida útil de no más de 10 años, y se desecharán al final de su vida útil. Las LIB desechadas incluyen una gran cantidad de metales valiosos y dañinos, y de este modo causarán una gran contaminación y daño al medioambiente natural si se desechan a voluntad. Por lo tanto, el reciclaje de la LIB desechada juega un papel positivo en la protección medioambiental y el desarrollo sostenible, y la recuperación de elementos valiosos de un material de cátodo de LIB desechada puede hacer un uso completo de los recursos mineros urbanos y aliviar la presión de la escasez de recursos naturales.

20 Un material activo de un electrodo negativo en LIB es grafito, y un material activo de un electrodo positivo es principalmente LiCoO_2 , $\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_z\text{O}_2$ (en la que $x + y + z = 1$), LiMn_2O_4 , u otros óxidos de metal de transición y litio (LTMO). Un electrodo positivo de LIB se fabrica de la siguiente manera: mezclando completamente un material activo de electrodo positivo (LTMO), una pequeña cantidad de un aditivo conductor (generalmente negro de acetileno), y un aglutinante orgánico, y revistiendo la mezcla resultante uniformemente en un colector de corriente de papel de aluminio para formar el electrodo positivo.

25 El método de lixiviación es un método tradicional para reciclar un material de cátodo de LIB desechada, e incluye principalmente las dos etapas de pretratamiento y lixiviación ácida. En un procedimiento de lixiviación, una LIB desechada primero se somete a una serie de operaciones, tales como desmontaje, trituración, tamizado, clasificación, separación magnética, molienda primaria, separación del material catódico, y molienda secundaria, y después se añade un ácido inorgánico (ácidos fuertes tales como el ácido clorhídrico, ácido nítrico, y ácido sulfúrico) como agente de lixiviación, y también se añade una cantidad específica de peróxido de hidrógeno para extraer litio, cobalto, níquel, y manganeso de un material activo de electrodo positivo.

30 En el procedimiento de lixiviación del método tradicional, todos los iones metálicos solubles se lixivian, y después se lleva a cabo una serie de procedimientos de eliminación de impurezas para obtener una disolución de sal metálica de alta pureza. En el procedimiento de eliminación de impurezas, la separación de algunos iones metálicos requiere una extracción de múltiples etapas, y el procedimiento de extracción es largo, lo que conduce a una alta tasa de pérdida de metal y requiere mucho tiempo y mano de obra.

SUMARIO

40 La presente descripción pretende resolver al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica anterior. Debido a esto, la presente descripción proporciona un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio. Con el método, se puede obtener una disolución mixta de sulfato de níquel y cobalto pura, una disolución de sulfato de manganeso, y carbonato de litio, sin necesidad de un disolvente orgánico, que se puede usar directamente como materia prima sintética para un precursor de material de cátodo de batería de litio, y materias primas de sinterización para un material de cátodo.

Según un aspecto de la presente descripción, se proporciona un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio, que incluye las siguientes etapas:

45 someter un polvo de batería de litio de desecho a lixiviación de primera etapa en un primer licor ácido introducido con un gas de sulfuro de hidrógeno, y llevar a cabo una separación sólido-líquido (SSL) para obtener un residuo de lixiviación de primera etapa y un licor de lixiviación de primera etapa;

ajustar el pH del licor de lixiviación de primera etapa con un licor alcalino para eliminar secuencialmente el aluminio y el manganeso para obtener un filtrado que contiene litio; y

50 añadir un segundo licor ácido al residuo de lixiviación de primera etapa para la lixiviación de segunda etapa, y llevar a cabo la SSL para obtener un licor de lixiviación de segunda etapa con iones de níquel y cobalto.

Cabe señalar que el polvo de batería de litio de desecho incluye diferentes metales de transición debido a diferentes materiales activos de electrodo positivo; y además de los materiales activos de electrodo positivo, el polvo de batería

de litio de desecho normalmente incluye impurezas metálicas de aluminio, hierro, y/o cobre.

La expresión "primer licor ácido introducido con un gas de sulfuro de hidrógeno" significa que se introduce continuamente gas de sulfuro de hidrógeno en el primer licor ácido durante el procedimiento de lixiviación de primera etapa.

- 5 En algunas implementaciones de la presente descripción, el primer licor ácido es una disolución de ácido sulfúrico.

En algunas implementaciones de la presente descripción, un procedimiento para eliminar secuencialmente aluminio y manganeso incluye: ajustar primero el pH con el licor alcalino a 5,0 hasta 5,5, y llevar a cabo la SSL para obtener un filtrado que contiene manganeso y litio y un residuo de aluminio, y después ajustar el pH con el licor alcalino a 10,5 hasta 11,0, y llevar a cabo la SSL para obtener un filtrado que contiene litio y un residuo de manganeso.

- 10 En algunas implementaciones preferidas de la presente descripción, el residuo de manganeso puede disolverse en ácido sulfúrico para preparar sulfato de manganeso, que puede usarse directamente como materia prima sintética para un precursor de material de cátodo de batería de litio.

En algunas implementaciones de la presente descripción, el licor alcalino es al menos uno del grupo que consiste en hidróxido de sodio e hidróxido de potasio.

- 15 En algunas implementaciones de la presente descripción, el licor de lixiviación de segunda etapa también se somete a los siguientes procedimientos de eliminación de cobre y hierro: añadir un polvo de hierro al licor de lixiviación de segunda etapa, y llevar a cabo la SSL para eliminar un residuo de cobre, y añadir un oxidante al licor de lixiviación de segunda etapa al que se ha eliminado el cobre, ajustar el pH a 3,5 hasta 4,0, y llevar a cabo la SSL para eliminar un residuo de hierro para obtener una disolución de sal de níquel y cobalto.

- 20 En algunas implementaciones de la presente descripción, una relación sólido a líquido del polvo de batería de litio de desecho al primer licor ácido es 100 a 250 g/l; y preferiblemente, la lixiviación de primera etapa se lleva a cabo a una temperatura de 20°C a 90°C, un pH de 3,0 a 3,5, y una presión de 0 MPa a 6 MPa.

En algunas implementaciones de la presente descripción, se añade carbonato de sodio al filtrado que contiene litio, y se lleva a cabo la SSL para obtener carbonato de litio y agua residual que contiene sal. El carbonato de litio se puede usar directamente como materia prima de sinterización para un material de cátodo de batería de litio.

- 25

En algunas implementaciones de la presente descripción, una relación sólido a líquido del residuo de lixiviación de primera etapa al segundo licor ácido es 200 a 500 g/l; preferiblemente, el segundo licor ácido tiene una concentración de 0,1 mol/l a 6,0 mol/l; y preferiblemente, la lixiviación de segunda etapa se lleva a cabo a una temperatura de 30°C a 180°C y una presión de -0,2 MPa a -0,01 MPa. Preferiblemente, el segundo licor ácido es una disolución de ácido sulfúrico. Preferiblemente, se puede introducir nitrógeno para aliviar la presión negativa en la lixiviación de segunda etapa para mantener estable la presión, y el sulfuro de hidrógeno gaseoso generado durante el procedimiento es absorbido por hidróxido de sodio para preparar sulfuro de sodio.

- 30

En algunas implementaciones de la presente descripción, el sulfuro de hidrógeno producido en la lixiviación de segunda etapa se somete a uso reciclado en la lixiviación de primera etapa.

- 35 En algunas implementaciones de la presente descripción, la relación molar del polvo de hierro añadido a iones de cobre en el licor de lixiviación de segunda etapa es (1,0-1,1):1.

En algunas implementaciones de la presente descripción, el oxidante es uno o más del grupo que consiste en oxígeno, peróxido de hidrógeno, y ácido persulfúrico.

- 40 En algunas implementaciones de la presente descripción, después de añadir el oxidante, el pH se ajusta usando uno o más del grupo que consiste en un hidróxido, un carbonato, y un óxido de níquel o cobalto para eliminar el hierro.

Según una implementación preferida de la presente descripción, la presente descripción tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos:

- 45 La presente descripción incluye las siguientes tres etapas: (1) la lixiviación selectiva se lleva a cabo en las condiciones en que se usa un licor ácido para controlar el pH y se introduce gas de sulfuro de hidrógeno mediante presurización, de modo que los iones metálicos Mn^{2+} , Li^+ y Al^{3+} entran en un licor de lixiviación de primera etapa, y existen níquel, cobalto, cobre, y hierro en un residuo de lixiviación de primera etapa en forma de sulfuro, que consume sólo una pequeña cantidad de ácido sulfúrico; (2) después, el pH del licor de lixiviación de primera etapa se ajusta primero para eliminar el aluminio, y después se ajusta para obtener un residuo de manganeso de hidróxido de manganeso puro, que logra una separación de metales extremadamente completa y conduce a productos relativamente puros que pueden usarse directamente para el procesamiento y producción subsiguientes; y (3) un residuo de lixiviación de primera etapa se somete a lixiviación en un licor ácido a presión negativa, de modo que los sulfuros de níquel, cobalto, hierro y cobre se disuelven en un licor de lixiviación de segunda etapa, y el sulfuro de hidrógeno gaseoso producido se puede reciclar en el procedimiento de lixiviación de primera etapa mediante presurización, lo que hace que todo el procedimiento de reacción consuma una cantidad muy pequeña de sulfuro de
- 50

hidrógeno; y el cobre y el hierro se eliminan aprovechando la fácil sustitución del cobre y la fácil hidrólisis del hierro para obtener una disolución mixta de sal de cobalto y níquel relativamente pura, que puede usarse directamente para la síntesis de un precursor de material de cátodo.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- 5 La presente descripción se describe adicionalmente a continuación con referencia a los dibujos y ejemplos adjuntos.

La FIG. 1 es un diagrama esquemático que ilustra un flujo de procedimiento del Ejemplo 1 de la presente descripción.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

- 10 Los conceptos y efectos técnicos de la presente descripción se describen clara y completamente a continuación junto con ejemplos, para permitir que los objetivos, características y efectos de la presente descripción se comprendan completamente. Aparentemente, los ejemplos descritos son simplemente unos pocos de todos los ejemplos de la presente descripción. Todos los demás ejemplos obtenidos por el experto en la técnica basados en los ejemplos de la presente descripción sin esfuerzos creativos deben caer dentro del alcance de protección de la presente descripción.

15 **Ejemplo 1**

Se proporcionó un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio, y como se muestra en la FIG. 1, un procedimiento específico fue como sigue:

- 20 Un polvo de batería de desecho tenía los siguientes contenidos metálicos: níquel: 16,76%, cobalto: 10,33%, manganeso: 7,52%, litio: 4,01%, hierro: 1,13%, aluminio: 1,28%, y cobre: 1,63%; y los metales valiosos se recuperaron mediante las siguientes etapas:

- 25 100 g de un polvo de batería de litio de desecho recolectado se sometieron a lixiviación de primera etapa en una disolución de ácido sulfúrico introducida con un gas de sulfuro de hidrógeno durante 7 h a una relación sólido a líquido de 250 g/l, una temperatura de 20°C, un pH de 3,0, y una presión de 3 MPa; y después se llevó a cabo la SSL para obtener un residuo de lixiviación de primera etapa L y 400 ml de un licor de lixiviación de primera etapa, que serían tratados por separado.

(1) Preparación de carbonato de litio a partir del licor de lixiviación de primera etapa:

- A. Se añadió hidróxido de sodio al licor de lixiviación de primera etapa para ajustar el pH a 5,0 hasta 5,5, y después se llevó a cabo la SSL para obtener un filtrado que contenía manganeso y litio y un residuo de aluminio.
- 30 B. Se añadió adicionalmente hidróxido de sodio al filtrado que contenía manganeso y litio para ajustar el pH a 10,5 hasta 11,0, después se llevó a cabo la SSL para obtener un filtrado que contenía litio y un residuo de manganeso, y el residuo de manganeso se disolvió en ácido sulfúrico para preparar sulfato de manganeso.
- C. Se añadió carbonato de sodio al filtrado que contenía litio, y después se llevó a cabo la SSL para obtener carbonato de litio y agua residual que contenía sal.

(2) Preparación de una disolución de sal de níquel y cobalto a partir del residuo de lixiviación de primera etapa:

- 35 A. El residuo de lixiviación de primera etapa se sometió a lixiviación de segunda etapa durante 7 h en ácido sulfúrico a una relación sólido a líquido de 200 g/l, una concentración de ácido sulfúrico de 5 mol/l, una temperatura de 90°C, y una presión negativa de -0,1 MPa; y después se llevó a cabo la SSL para obtener 400 ml de un licor de lixiviación de segunda etapa y un residuo de carbono, en el que el sulfuro de hidrógeno generado bajo la presión negativa se recicló al procedimiento de lixiviación de primera etapa.
- 40 B. Se añadió un polvo de hierro al licor de lixiviación de segunda etapa, y una vez completada la reacción, se llevó a cabo la SSL para eliminar un residuo de cobre, en el que la relación molar del polvo de hierro añadido a los iones de cobre fue 1,1:1.
- C. Se añadieron peróxido de hidrógeno e hidróxido de níquel al licor de lixiviación de segunda etapa al que se ha eliminado el cobre, se ajustó el pH a 3,5 hasta 4,0, y se eliminó un residuo de hierro resultante para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel y cobalto pura.
- 45

- 50 En el licor de lixiviación de primera etapa, el litio tiene un contenido de 9,96 g/l, el manganeso tiene un contenido de 18,33 g/l, y el aluminio tiene un contenido de 3,16 g/l, lo que indica una tasa de lixiviación de litio de alrededor de 99,35%, una tasa de lixiviación de manganeso de alrededor de 97,5%, y una tasa de lixiviación de aluminio de alrededor de 98,75%; la masa del residuo de lixiviación de primera etapa representa alrededor del 80% de la masa total del polvo de batería; y en el licor de lixiviación de segunda etapa, el níquel tiene un contenido de 41,32 g/l, el cobalto tiene un contenido de 25,61 g/l, el hierro tiene un contenido de 2,76 g/l, y el cobre tiene un contenido de 3,36

g/l, lo que indica una tasa de lixiviación de níquel de 98,62%, una tasa de lixiviación de cobalto de alrededor de 99,17%, una tasa de lixiviación de hierro de alrededor de 97,70%, y una tasa de lixiviación de cobre de alrededor de 82,45%.

Ejemplo 2

- 5 Se proporcionó un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio, y un procedimiento específico fue como sigue:

Un polvo de batería de desecho tenía los siguientes contenidos metálicos: níquel: 16,76%, cobalto: 10,33%, manganeso: 7,52%, litio: 4,01%, hierro: 1,13%, aluminio: 1,28%, y cobre: 1,63%; y los metales valiosos se recuperaron mediante las siguientes etapas:

- 10 100 g de un polvo de batería de litio de desecho recolectado se sometieron a lixiviación de primera etapa en una disolución de ácido sulfúrico introducida con un gas de sulfuro de hidrógeno durante 7 h a una relación sólido a líquido de 250 g/l, una temperatura de 60°C, un pH de 3,0, y una presión de 6 MPa; y después se llevó a cabo la SSL para obtener un residuo de lixiviación de primera etapa y 400 ml de un licor de lixiviación de primera etapa, que serían tratados por separado.

- 15 (1) Preparación de carbonato de litio a partir del licor de lixiviación de primera etapa:

A. Se añadió hidróxido de sodio al licor de lixiviación de primera etapa para ajustar el pH a 5,0 hasta 5,5, y después se llevó a cabo la SSL para obtener un filtrado que contenía manganeso y litio y un residuo de aluminio.

- 20 B. Se añadió adicionalmente hidróxido de sodio al filtrado que contenía manganeso y litio para ajustar el pH a 10,5 hasta 11,0, después se llevó a cabo la SSL para obtener un filtrado que contenía litio y un residuo de manganeso, y el residuo de manganeso se disolvió en ácido sulfúrico para preparar sulfato de manganeso.

C. Se añadió carbonato de sodio al filtrado que contenía litio, y después se llevó a cabo la SSL para obtener carbonato de litio y agua residual que contenía sal.

(2) Preparación de una disolución de sal de níquel y cobalto a partir del residuo de lixiviación de primera etapa:

- 25 A. El residuo de lixiviación de primera etapa se sometió a lixiviación de segunda etapa durante 7 h en ácido sulfúrico a una relación sólido a líquido de 200 g/l, una concentración de ácido sulfúrico de 3 mol/l, una temperatura de 30°C, y una presión negativa de -0,2 MPa; y después se llevó a cabo la SSL para obtener 400 ml de un licor de lixiviación de segunda etapa y un residuo de carbono, en el que el sulfuro de hidrógeno generado bajo la presión negativa se recicló al procedimiento de lixiviación de primera etapa.

- 30 B. Se añadió un polvo de hierro al licor de lixiviación de segunda etapa, y una vez completada la reacción, se llevó a cabo la SSL para eliminar un residuo de cobre, en el que la relación molar del polvo de hierro añadido a los iones de cobre fue 1,0,5:1.

C. Se añadieron ácido persulfúrico e hidróxido de cobalto al licor de lixiviación de segunda etapa al que se ha eliminado el cobre, se ajustó el pH a 3,5 hasta 4,0, y se eliminó un residuo de hierro resultante para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel y cobalto pura.

- 35 En el licor de lixiviación de primera etapa, el litio tiene un contenido de 9,98 g/l, el manganeso tiene un contenido de 18,55 g/l, y el aluminio tiene un contenido de 3,19 g/l, lo que indica una tasa de lixiviación de litio de alrededor de 99,55%, una tasa de lixiviación de manganeso de alrededor de 98,67%, y una tasa de lixiviación de aluminio de alrededor de 99,69%; la masa del residuo de lixiviación de primera etapa representa alrededor del 80% de la masa total del polvo de batería; y en el licor de lixiviación de segunda etapa, el níquel tiene un contenido de 41,40 g/l, el cobalto tiene un contenido de 25,58 g/l, el hierro tiene un contenido de 2,74 g/l, y el cobre tiene un contenido de 3,52 g/l, lo que indica una tasa de lixiviación de níquel de 98,81%, una tasa de lixiviación de cobalto de alrededor de 99,05%, una tasa de lixiviación de hierro de alrededor de 96,99%, y una tasa de lixiviación de cobre de alrededor de 86,38%.

- 45 Los ejemplos de la presente descripción se describen en detalle con referencia a los dibujos que se acompañan, pero la presente descripción no se limita a los ejemplos anteriores. Dentro del alcance del conocimiento que poseen aquellos de pericia normal en el campo técnico, también se pueden realizar diversos cambios sin apartarse del propósito de la presente descripción. Además, los ejemplos en la presente descripción o las características en los ejemplos pueden combinarse entre sí en una situación sin conflictos.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento húmedo para recuperar metales valiosos de una batería de litio, que comprende las siguientes etapas:
- 5 someter un polvo de batería de litio de desecho a lixiviación de primera etapa en un primer licor ácido introducido con un gas de sulfuro de hidrógeno, y llevar a cabo una separación sólido-líquido (SSL) para obtener un residuo de lixiviación de primera etapa y un licor de lixiviación de primera etapa;
- ajustar el pH del licor de lixiviación de primera etapa con un licor alcalino para eliminar secuencialmente el aluminio y el manganeso para obtener un filtrado que contiene litio; y
- 10 añadir un segundo licor ácido al residuo de lixiviación de primera etapa para la lixiviación de segunda etapa, y llevar a cabo la separación sólido-líquido para obtener un licor de lixiviación de segunda etapa que contiene iones de níquel y cobalto.
2. El método según la reivindicación 1, en el que un procedimiento para eliminar secuencialmente aluminio y manganeso comprende: ajustar primero el pH con el licor alcalino a 5,0-5,5, y llevar a cabo una separación sólido-líquido para obtener un filtrado que contiene manganeso y litio, y un residuo de aluminio; y ajustar adicionalmente el
- 15 pH del filtrado con el licor alcalino a 10,5-11,0, y llevar a cabo una separación sólido-líquido para obtener un filtrado que contiene litio y un residuo de manganeso.
3. El método según la reivindicación 1, en el que el licor de lixiviación de segunda etapa se somete además al siguiente procedimiento de eliminación de cobre y hierro: añadir un polvo de hierro al licor de lixiviación de segunda etapa, y llevar a cabo una separación sólido-líquido para eliminar un residuo de cobre; y añadir un oxidante a un licor
- 20 de lixiviación de segunda etapa resultante al que se ha eliminado el cobre, ajustar el pH a 3,5-4,0, y llevar a cabo una separación sólido-líquido para eliminar un residuo de hierro para obtener una disolución de sal de níquel y sal de cobalto.
4. El método según la reivindicación 1, en el que una relación sólido a líquido del polvo de batería de litio de desecho al primer licor ácido es 100 a 250 g/l; y preferiblemente, la lixiviación de primera etapa se lleva a cabo a una
- 25 temperatura de 20-90°C, un pH de 3,0-3,5, y una presión de 0-6 MPa.
5. El método según la reivindicación 1, en el que se añade carbonato de sodio al filtrado que contiene litio, y se lleva a cabo una separación sólido-líquido para obtener carbonato de litio y agua residual que contiene sal.
6. El método según la reivindicación 1, en el que una relación sólido a líquido del residuo de lixiviación de primera etapa al segundo licor ácido es 200 a 500 g/l; preferiblemente, el segundo licor ácido tiene una concentración de 0,1-
- 30 6,0 mol/l; y preferiblemente, la lixiviación de segunda etapa se lleva a cabo a una temperatura de 30-180°C y una presión de -0,2 - -0,01 MPa.
7. El método según la reivindicación 1, en el que el sulfuro de hidrógeno producido en la lixiviación de segunda etapa se somete a uso reciclado en la lixiviación de primera etapa.
8. El método según la reivindicación 3, en el que la relación molar del polvo de hierro a los iones de cobre en el licor
- 35 de lixiviación de segunda etapa es (1,0-1,1):1.
9. El método según la reivindicación 3, en el que el oxidante es uno o más seleccionados del grupo que consiste en oxígeno, peróxido de hidrógeno, y ácido persulfúrico.
10. El método según la reivindicación 3, en el que, después de añadir el oxidante, el pH se ajusta usando uno o más
- 40 seleccionados del grupo que consiste en un hidróxido, un carbonato, y un óxido de níquel o cobalto para eliminar el hierro.

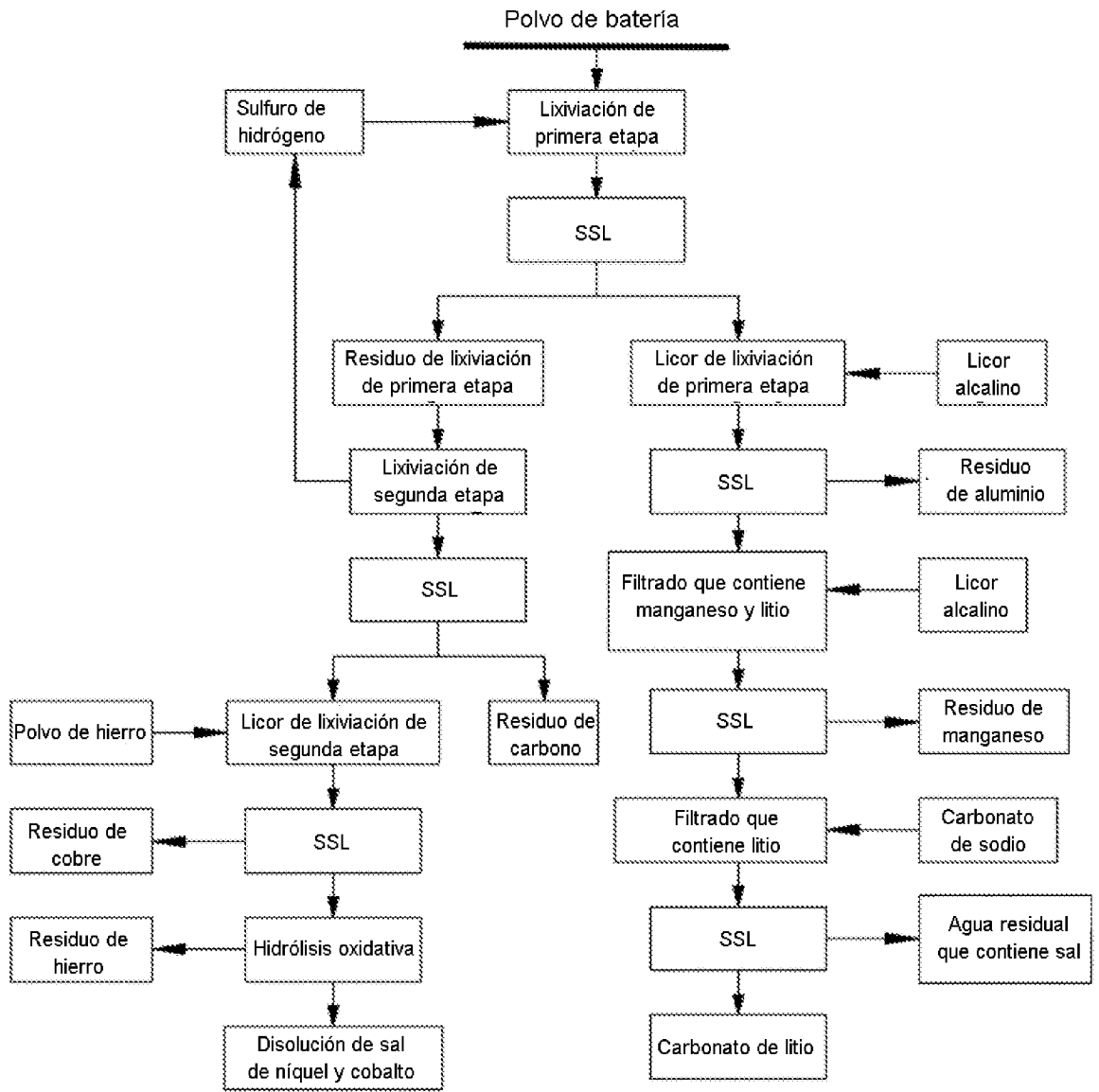


FIG. 1