

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 976 310**

21 Número de solicitud: 202390068

51 Int. Cl.:

H01M 10/54 (2006.01)
C01B 25/45 (2006.01)
C01D 15/08 (2006.01)
C22B 26/12 (2006.01)
C22B 23/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

16.05.2022

30 Prioridad:

25.08.2021 CN 202110980738

43 Fecha de publicación de la solicitud:

29.07.2024

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:

DUAN, Jinliang;
LI, Changdong;
XIA, Yang;
CAI, Yong;
RUAN, Dingshan y
CHEN, Ruokui

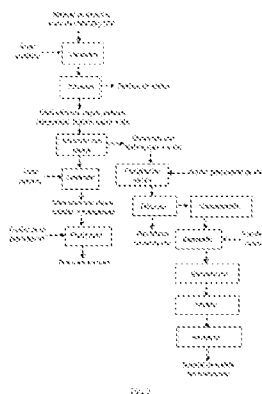
74 Agente/Representante:

BERCIAL ARIAS, Cristina

54 Título: **Método de reciclaje para material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto y fosfato de litio y hierro**

57 Resumen:

La presente descripción describe un método de reciclaje para un material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto (LNMCO) y fosfato de litio y hierro (LFP), que incluye: llevar a cabo una lixiviación ácida para obtener un licor de lixiviación ácida con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio; llevar a cabo la separación por adsorción con una resina, lavar la resina con ácido sulfúrico para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso, y someter la disolución mixta a precipitación para obtener un precursor de material de cátodo de LNMCO; y someter la disolución obtenida con fósforo, hierro, y litio a precipitación de litio para obtener un precipitado de sal de litio, y someter una disolución de posprecipitación a concentración y electrohilado para obtener un material de fosfato férrico/carbono. El procedimiento de la presente descripción puede lograr el reciclaje integral de un material de desecho mixto de LNMCO y LFP y la circulación dirigida de materiales de LNMCO y LFP de desecho. Además, la preparación de fosfato férrico mediante electrohilado puede reducir la aglomeración en un material, y un material preparado tiene una estructura de red de fibra, que puede aumentar el área de superficie específica (ASE) del material, y por lo tanto mejora el rendimiento de la superficie del material.



ES 2 976 310 A2

DESCRIPCIÓN

Método de reciclaje para material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto y fosfato de litio y hierro

CAMPO TÉCNICO

- 5 La presente descripción pertenece al campo técnico del reciclaje de materiales de batería de desecho, y se refiere específicamente a un método de reciclaje para un material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto (LNMCO) y fosfato de litio y hierro (LFP).

ANTECEDENTES

- 10 Las baterías de litio con LNMCO como material de cátodo tienen muchas ventajas, tales como alta densidad de energía, rendimiento de ciclo prominente, meseta de alto voltaje, y amplio intervalo de temperatura de funcionamiento, y las baterías de litio con LFP como material de cátodo tienen un excelente rendimiento de seguridad y rendimiento de ciclo, que se usan ampliamente en el campo de la nueva energía. Con el rápido crecimiento en el consumo de baterías de ion de litio (LIB), la cantidad de LIB desechadas ha aumentado rápidamente en los últimos años. En las baterías de LNMCO, el níquel, el cobalto, el manganeso, y el litio tienen un alto valor de recuperación. En las baterías de LFP, si bien el valor de recuperación de fósforo y hierro no es alto, estos elementos causarán contaminación ambiental ecológica si no se tratan adecuadamente. Por lo tanto, el reciclaje de diversos materiales de batería puede ahorrar un coste de producción para las empresas, promover el desarrollo saludable de la industria de la nueva energía, y reducir la contaminación de los materiales de batería de desecho en el medioambiente.
- 20 En la actualidad, los métodos de reciclaje para las LIB de desecho incluyen principalmente el procedimiento de pirólisis y el procedimiento húmedo. Un método de reciclaje basado en la hidrometalurgia ha atraído mucha atención debido a las ventajas de una alta eficiencia de recuperación, procedimiento simple, y similares. Los métodos existentes se dirigen principalmente a materiales de cátodo y de ánodo de las LIB de desecho. La técnica relacionada describe un método de reciclaje integral de un material de cátodo ternario de LIB de desecho, en el que el níquel-litio y el manganeso-cobalto se lixivian mediante lixiviación alcalina y lixiviación ácida, y después se separan gradualmente el níquel, el cobalto, el manganeso, y el litio, consiguiendo así la recuperación por separado de cada elemento. Este método tiene las ventajas de una destacada selectividad de recuperación, respeto por el medioambiente, alta tasa de recuperación, y similares. Sin embargo, una suspensión obtenida después de la lixiviación alcalina es difícil de filtrar, lo que puede provocar una separación incompleta y productos impuros; y un procedimiento de separación es relativamente engorroso. La técnica relacionada también describe un método de reciclaje, en el que una lámina de electrodo positivo ternario de desecho se hornea, se disuelve en agua, y se filtra para obtener un polvo con níquel, cobalto, manganeso, litio, y después el polvo de LNMCO se hornea, se disuelve, se mezcla con una disolución de carbonato de potasio, y se filtra para obtener un residuo de filtro; y se añade un carbonato al residuo de filtro para ajustar una relación de litio, níquel, cobalto, y manganeso, y la mezcla resultante se muele con bolas, se compacta, y se hornea para obtener un material de cátodo de LNMCO. Este método puede realizar la regeneración de un material de cátodo de LNMCO de desecho, lo que es beneficioso para la conservación de recursos, la reducción de costes, y la protección del medioambiente. Sin embargo, el horneado de reducción de alta temperatura implica un alto consumo de energía y tiene altos requisitos de equipo y personal, dando como resultado una industrialización difícil. Para el reciclaje de materiales de LFP, tradicionalmente se preparan carbonato de litio y compuestos de fósforo y hierro mediante fundición y reciclaje. Este método provocará el desecho de recursos de fósforo y hierro y la contaminación medioambiental. Además, también se puede adoptar el método de coprecipitación. Por ejemplo, un material de LFP de desecho se disuelve en un ácido para obtener una disolución mixta con iones de litio, iones ferrosos, e iones de fosfato; y la concentración de cada ion y el pH se ajustan para lograr la coprecipitación de litio, hierro, y fósforo para obtener un material de LFP. Sin embargo, es necesario mejorar la pureza y el rendimiento del material de LFP obtenido mediante este método. Además, existe un método en el que se añade carbonato de litio a un material de LFP de desecho, y la mezcla resultante se somete a sinterización y restauración para obtener un nuevo material de LFP. Este método tiene altos requisitos para la morfología y composición de un material de desecho, y tiene poca aplicabilidad. Además, la mayoría de los métodos para tratar un material de LNMCO de desecho o un material de LFP de desecho actualmente dados a conocer simplemente se dirigen a uno de los dos materiales de desecho, y hay muy pocos métodos que puedan tratar un material de desecho mixto de los dos.

Por lo tanto, existe una necesidad urgente de desarrollar un procedimiento simple y respetuoso con el medioambiente que pueda reciclar un material de desecho mixto de LNMCO y LFP.

SUMARIO DE LA INVENCION

- 55 La presente descripción está destinada a resolver al menos uno de los problemas técnicos existentes en la técnica anterior. En vista de esto, la presente descripción proporciona un método de reciclaje para un material de desecho mixto de LNMCO y LFP, que es simple y respetuoso con el medioambiente, que puede lograr la recuperación de

todos los elementos principales en el material de desecho mixto de un material de desecho de LNMCO y un material de desecho de LFP y su correspondiente comercialización, y que tiene perspectivas de aplicación prometedoras.

Según un aspecto de la presente descripción, se proporciona un método de reciclaje para un material de desecho mixto de LNMCO y LFP, que incluye las siguientes etapas:

- 5 S1: añadir el material de desecho mixto de LNMCO y LFP a una disolución ácida para la lixiviación ácida, y llevar a cabo la separación sólido-líquido (SSL) para obtener un licor de lixiviación ácida;

S2: usar una resina para adsorber níquel, cobalto, y manganeso en el licor de lixiviación ácida, y lavar la resina saturada resultante con ácido sulfúrico para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto y sulfato de manganeso, y una disolución de posadsorción;
- 10 S3: calentar la disolución de posadsorción, y añadir un reactivo precipitante de litio para obtener un precipitado de sal de litio y una disolución de posprecipitación; y

S4: concentrar la disolución de posprecipitación, añadir una fuente de carbono, y agitar la mezcla resultante para obtener una mezcla dispersa; y someter la mezcla dispersa a electrohilado para obtener un material de lámina, y secar y hornear el material de lámina para obtener un material de fosfato férrico/carbono.
- 15 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S1, la disolución ácida puede ser una o más del grupo que consiste en ácido sulfúrico, ácido nítrico, y ácido clorhídrico. Preferiblemente, la disolución ácida puede ser una combinación de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, o una combinación de ácido sulfúrico y ácido nítrico.

En algunas implementaciones de la presente descripción, en S1, la disolución ácida puede tener una concentración de 1 mol/l a 8 mol/l, y preferiblemente 1,5 mol/l a 5 mol/l.
- 20 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S1, una relación másica de la disolución ácida al material de desecho mixto puede ser (4-10):1, y preferiblemente (5-8):1.

En algunas implementaciones de la presente descripción, en S1, la lixiviación ácida se puede llevar a cabo a una temperatura a 50°C hasta 120°C, y preferiblemente 60°C a 90°C; y la lixiviación ácida puede llevarse a cabo durante 3 h a 10 h, y preferiblemente 4 h a 8 h.
- 25 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S2, la resina puede ser una o más del grupo que consiste en resina quelante XFS4195, AmberliteRC748, LonacSR-5, PuroliteS-930, Chelex100, D851, y D402- II. Principio de adsorción de la resina: los grupos funcionales de múltiples ligandos en el polímero de resina forman complejos con iones metálicos para lograr la separación.

En algunas implementaciones de la presente descripción, en S2, la absorción puede llevarse a cabo en un modo de adsorción de una etapa o adsorción de múltiples etapas, que tiene una alta aplicabilidad y conduce a un efecto de prominente.
- 30 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S2, la disolución mixta obtenida de sulfato de níquel, sulfato de cobalto y sulfato de manganeso puede someterse a precipitación para obtener un precursor ternario.

En algunas implementaciones de la presente descripción, en S3, el reactivo precipitante de litio puede ser uno o más del grupo que consiste en carbonato de sodio, fosfato de sodio, fosfato de potasio, carbonato de potasio, oxalato de sodio, oxalato de potasio, fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, y fluoruro de amonio; y el calentamiento se puede llevar a cabo a 40°C hasta 120°C, y preferiblemente 65°C a 100°C.
- 35 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S4, la disolución de posprecipitación se puede concentrar hasta que la concentración de hierro en la disolución de posprecipitación sea 40 g/l a 150 g/l, y preferiblemente 50 g/l a 100 g/l. Si las concentraciones de fósforo y hierro en la disolución son demasiado bajas, no es fácil formar filamentos durante el hilado; y si las concentraciones de fósforo y hierro son demasiado altas, se bloqueará la aguja o se formará un huso.
- 40 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S4, la fuente de carbono puede ser una o más del grupo que consiste en polivinilpirrolidona (PVP), fluoruro de polivinilideno (PVDF), y poliacrilonitrilo (PAN).
- 45 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S4, la fuente de carbono se disuelve primero en dimetilformamida (DMF), después la disolución resultante se vierte en una disolución concentrada de posprecipitación, y la mezcla resultante se agita para obtener una mezcla dispersa. Después del electrohilado, la DMF se volatiliza a baja temperatura, y después se lleva a cabo el horneado a alta temperatura para descomponer la materia orgánica en un material de carbono.
- 50 En algunas implementaciones de la presente descripción, en S4, el secado se puede llevar a cabo a 40°C hasta 90°C, y preferiblemente 40°C a 70°C. La velocidad de calentamiento no debe ser demasiado alta; de lo contrario, la textura filamentada colapsará.

En algunas implementaciones de la presente descripción, en S4, el horneado se puede llevar a cabo a una temperatura a 250°C hasta 600°C, y preferiblemente 300°C a 550°C, en una atmósfera de aire u oxígeno.

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

- 5 1. El procedimiento de la presente descripción puede lograr un reciclaje integral de un material de desecho mixto de LNMCO y LFP. En el procedimiento, se lleva a cabo una lixiviación ácida para obtener un licor de lixiviación ácida con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio; la separación por adsorción se lleva a cabo con una resina, la resina se lava con ácido sulfúrico para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso, y la disolución mixta se somete a precipitación para obtener un precursor de material de cátodo de LNMCO; y una disolución obtenida con fósforo, hierro, y litio se somete a precipitación de litio para obtener un precipitado de sal de litio, y la disolución de posprecipitación se somete a concentración y electrohilado para obtener un material de fosfato férrico/carbono, logrando así la circulación dirigida de materiales de LNMCO y de LFP de desecho.
- 10 2. La preparación de fosfato férrico por electrohilado en la presente descripción puede reducir la aglomeración en un material, y un material preparado tiene una estructura de red de fibra, que puede aumentar el área de superficie específica (ASE) del material, y por lo tanto mejora el rendimiento de la superficie del material. Comparado con un material de fosfato férrico, el material de fosfato férrico/carbono ha mejorado la conductividad eléctrica y la actividad debido al dopaje del material de carbono, lo que es beneficioso para el crecimiento de un material de LFP en el procedimiento de horneado posterior para preparar el material de LFP.
- 15 3. El procedimiento de la presente descripción es simple y respetuoso con el medioambiente, tiene pocos requisitos de equipo, y aporta grandes beneficios económicos.
- 20

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La presente descripción se describe adicionalmente a continuación con referencia a los dibujos y ejemplos que se acompañan.

- 25 La FIG. 1 es un diagrama de flujo de procedimiento del Ejemplo 1 de la presente descripción.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE EJEMPLOS ILUSTRADOS

- 30 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.

Ejemplo 1

- 35 Se proporcionó un método de reciclaje para un material de desecho mixto de LNMCO y LFP, y como se muestra en la FIG. 1, un procedimiento específico fue como sigue:

(1) Se mezclaron, trituraron y tamizaron un material de desecho de LNMCO y un material de desecho de LFP para obtener un material de desecho mixto de LNMCO y LFP.

- 40 (2) Se pesaron 50 g del material de desecho mixto de LNMCO y LFP obtenido en la etapa (1), y se añadieron a 250 ml de una disolución de ácido sulfúrico con una concentración de 2,5 mol/l en un vaso de precipitados, después el vaso de precipitados se colocó en un baño de agua a 80°C, la agitación se llevó a cabo durante 4 h, y la suspensión resultante se filtró para obtener una disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio y un residuo de grafito.

- 45 (3) Se empaquetó una resina quelante CH-90Na en una columna, y la disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio obtenida en la etapa (2) se añadió gota a gota a la columna de resina usando una bomba peristáltica; después de que la resina alcanzó la saturación de adsorción, se lavó con agua pura una pequeña cantidad de litio adherido a la superficie de la resina, y después la resina saturada se lavó con una disolución de ácido sulfúrico 1,5 mol/l para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso, en el que una disolución de posadsorción fue una disolución con fósforo, hierro, y litio.

- 50 (4) La disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso obtenida en la etapa (3) se sometió a precipitación para obtener un precursor ternario.

(5) La disolución con fósforo, hierro, y litio se calentó hasta 90°C, se añadió gota a gota una disolución de carbonato de sodio para la precipitación del litio, y la mezcla resultante se filtró para obtener un residuo de filtro; el residuo de

filtro se lavó con agua pura y se secó en un horno durante 8 h para obtener carbonato de litio; y se determinó el contenido de litio en una disolución de posprecipitación de litio, y se calculó la tasa de recuperación de litio.

- 5 (6) La disolución de posprecipitación de litio obtenida en la etapa (5) se concentró hasta una concentración de hierro de 75 g/l; se disolvió PVP en DMF, la disolución resultante se vertió en la disolución de posprecipitación de litio, y la mezcla resultante se sometió a dispersión; y se llevó a cabo el electrohilado para obtener un material de lámina, y el material de lámina se secó a 60°C y después se horneó a 500°C para obtener un material de fosfato férrico/carbono.

Tabla 1 Resultados del cálculo para cada componente en el Ejemplo 1

Apartado	Ni	Co	Mn	P	Fe	Li
Masa de cada componente en la materia prima (g)	1,23	2,55	1,05	3,92	5,56	1,71
Masa de cada componente en el licor de lixiviación (g)	1,21	2,51	1,04	3,88	5,51	1,69
Tasa de lixiviación (%)	98,37	98,43	99,05	98,98	99,10	98,83
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el níquel, el cobalto y el manganeso (mg)	2,01	23	1,08	—	—	—
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el litio (mg)	1,11	17	0,58	103,86	46,74	0,65
Tasa de recuperación (%)	98,12	97,93	98,89	96,33	98,26	98,45

Ejemplo 2

- 10 Se proporcionó un método de reciclaje para un material de desecho mixto de LNMCO y LFP, y un procedimiento específico fue como sigue:

(1) Se mezclaron, trituraron y tamizaron un material de desecho de LNMCO y un material de desecho de LFP para obtener un material de desecho mixto de LNMCO y LFP.

- 15 (2) Se pesaron 50 g del material de desecho mixto de LNMCO y LFP obtenido en la etapa (1), y se añadieron a 250 ml de una disolución de ácido sulfúrico y ácido nítrico que tuvo una concentración de 3,5 mol/l en un vaso de precipitados, después el vaso de precipitados se colocó en un baño de agua calentado hasta 90°C, la agitación se llevó a cabo durante 4 h, y la suspensión resultante se filtró para obtener una disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio y un residuo de grafito.

- 20 (3) Se empaquetó una resina quelante CH-90Na en una columna, y la disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio obtenida en la etapa (2) se añadió gota a gota a la columna de resina usando una bomba peristáltica; después de que la resina alcanzó la saturación de adsorción, la disolución de posadsorción se hizo pasar a través de una columna de resina PuroliteS-930, se lavó con agua pura una pequeña cantidad de litio adherido a la superficie de la resina, y después la resina saturada se lavó con una disolución de ácido sulfúrico 1,5 mol/l para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso, en el que
25 una disolución de posadsorción fue una disolución con fósforo, hierro, y litio.

(4) La disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso obtenida en la etapa (3) se sometió a precipitación para obtener un precursor ternario.

- 30 (5) La disolución con fósforo, hierro, y litio se calentó hasta 80°C, se añadió gota a gota una disolución de carbonato de potasio para la precipitación del litio, y la mezcla resultante se filtró para obtener un residuo de filtro; el residuo de filtro se lavó con agua pura y se secó en un horno durante 8 h para obtener carbonato de litio; y se determinó el contenido de litio en una disolución de posprecipitación de litio, y se calculó la tasa de recuperación de litio.

- 35 (6) La disolución de posprecipitación de litio obtenida en la etapa (5) se concentró hasta una concentración de hierro de 80 g/l; se disolvió PVDF en DMF, la disolución resultante se vertió en la disolución de posprecipitación de litio, y la mezcla resultante se sometió a dispersión; y se llevó a cabo el electrohilado para obtener un material de lámina, y el material de lámina se secó a 60°C y después se horneó a 450°C para obtener un material de fosfato férrico/carbono.

Tabla 2 Resultados del cálculo para cada componente en el Ejemplo 2

Apartado	Ni	Co	Mn	P	Fe	Li
Masa de cada componente en la materia prima (g)	1,23	2,55	1,05	3,92	5,56	1,71
Masa de cada componente en el licor de lixiviación (g)	1,22	2,52	1,045	3,84	5,48	1,69
Tasa de lixiviación (%)	99,18	98,82	99,52	98,08	98,56	98,84
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el níquel, el cobalto y el manganeso (mg)	4,26	10,62	3,13	—	—	—
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el litio (mg)	3,08	6,04	1,84	41,66	35,64	13,55
Tasa de recuperación (%)	98,59	98,17	99,05	97,02	97,92	98,33

Ejemplo 3

5 Se proporcionó un método de reciclaje para un material de desecho mixto de LNMCO y LFP, y un procedimiento específico fue como sigue:

(1) Se mezclaron, trituraron y tamizaron un material de desecho de LNMCO y un material de desecho de LFP para obtener un material de desecho mixto de LNMCO y LFP.

10 (2) Se pesaron 50 g del material de desecho mixto de LNMCO y LFP obtenido en la etapa (1), y se añadieron a 250 ml de una disolución de ácido clorhídrico con una concentración de 4 mol/l en un vaso de precipitados, después el vaso de precipitados se colocó en un baño de agua calentado hasta 80°C, la agitación se llevó a cabo durante 6 h, y la suspensión resultante se filtró para obtener una disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio y un residuo de grafito.

15 (3) Se empaquetó una resina quelante CH-90Na en una columna, y la disolución con níquel, cobalto, manganeso, fósforo, hierro, y litio obtenida en la etapa (2) se añadió gota a gota a la columna de resina usando una bomba peristáltica; después de que la resina alcanzó la saturación de adsorción, la disolución de posadsorción se hizo pasar a través de una columna de resina D851, se lavó con agua pura una pequeña cantidad de litio adherido a la superficie de la resina, y después la resina saturada se lavó con una disolución de ácido sulfúrico 1,5 mol/l para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso, en el que una disolución de posadsorción fue una disolución con fósforo, hierro, y litio.

20 (4) La disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso obtenida en la etapa (3) se sometió a precipitación para obtener un precursor ternario.

25 (5) La disolución con fósforo, hierro, y litio se calentó hasta 90°C, se añadió gota a gota una disolución de carbonato de sodio para la precipitación del litio, y la mezcla resultante se filtró para obtener un residuo de filtro; el residuo de filtro se lavó con agua pura y se secó en un horno durante 8 h para obtener carbonato de litio; y se determinó el contenido de litio en una disolución de posprecipitación de litio, y se calculó la tasa de recuperación de litio.

(6) La disolución de posprecipitación de litio obtenida en la etapa (5) se concentró hasta una concentración de hierro de 75 g/l; se disolvió PVP en DMF, la disolución resultante se vertió en la disolución de posprecipitación de litio, y la mezcla resultante se sometió a dispersión; y se llevó a cabo el electrohilado para obtener un material de lámina, y el material de lámina se secó a 60°C y después se horneó a 400°C para obtener un material de fosfato férrico/carbono.

Tabla 3 Resultados del cálculo para cada componente en el Ejemplo 3

Apartado	Ni	Co	Mn	P	Fe	Li
Masa de cada componente en la materia prima (g)	1,23	2,55	1,05	3,92	5,56	1,71
Masa de cada componente en el licor de lixiviación (g)	1,216	2,52	1,042	3,83	5,51	1,689
Tasa de lixiviación (%)	98,86	98,82	99,24	97,70	99,10	98,79
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el níquel, el cobalto y el manganeso (mg)	5,63	17,37	4,21	—	—	—

Apartado	Ni	Co	Mn	P	Fe	Li
Masa de cada componente en la disolución obtenida después de precipitar el litio (mg)	3,74	7,45	2,49	135,24	83,4	28,38
Tasa de recuperación (%)	98,10	97,85	98,60	96,55	98,50	98,34

- 5 La presente descripción se describe en detalle con referencia a los dibujos y ejemplos 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 método de reciclaje para un material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto y fosfato de litio y hierro, que comprende las siguientes etapas:
 - 5 S1: añadir el material de desecho mixto de óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto y fosfato de litio y hierro a una disolución ácida para la lixiviación ácida, y llevar a cabo la separación sólido-líquido para obtener un licor de lixiviación ácida;
 - S2: usar una resina para adsorber níquel, cobalto, y manganeso en el licor de lixiviación ácida, y lavar la resina saturada resultante con ácido sulfúrico para obtener una disolución mixta de sulfato de níquel, sulfato de cobalto y sulfato de manganeso, y una disolución de posadsorción;
 - 10 S3: calentar la disolución de posadsorción, y añadir un reactivo precipitante de litio para obtener un precipitado de sal de litio y una disolución de posprecipitación; y
 - S4: concentrar la disolución de posprecipitación, añadir una fuente de carbono, y agitar para obtener una mezcla dispersa; y someter la mezcla dispersa a electrohilado para obtener un material de lámina, y secar y hornear el material de lámina para obtener un material de fosfato férrico/carbono.
- 15 2. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S1, la disolución ácida es una o más seleccionadas del grupo que consiste en ácido sulfúrico, ácido nítrico, y ácido clorhídrico.
3. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S1, la relación másica de la disolución ácida al material de desecho mixto es (4-10):1.
- 20 4. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S2, la resina es una o más seleccionadas del grupo que consiste en resina quelante CH-90Na, resina XFS4195, AmberliteIRC748, LonacSR-5, PuroliteS-930, Chelex100, D851, y D402- II .
5. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S2, la disolución mixta obtenida de sulfato de níquel, sulfato de cobalto, y sulfato de manganeso se somete a precipitación para obtener un precursor ternario.
- 25 6. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S3, el reactivo precipitante de litio es uno o más seleccionados del grupo que consiste en carbonato de sodio, fosfato de sodio, fosfato de potasio, carbonato de potasio, oxalato de sodio, oxalato de potasio, fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, y fluoruro de amonio; y el calentamiento se lleva a cabo a 40°C hasta 120°C.
7. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S4, la disolución de posprecipitación se concentra hasta que la concentración de hierro en la disolución de posprecipitación sea 40 g/l a 150 g/l.
- 30 8. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S4, la fuente de carbono es una o más seleccionadas del grupo que consiste en polivinilpirrolidona, fluoruro de polivinilideno, y poliacrilonitrilo.
9. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S4, la fuente de carbono se disuelve primero en dimetilformamida para obtener una disolución, después la disolución se vierte en una disolución concentrada de posprecipitación, y la mezcla resultante se agita para obtener la mezcla dispersa.
- 35 10. El método de reciclaje según la reivindicación 1, en el que, en S4, el secado se lleva a cabo a 40°C hasta 90°C; y el horneado se lleva a cabo a 250°C hasta 600°C.

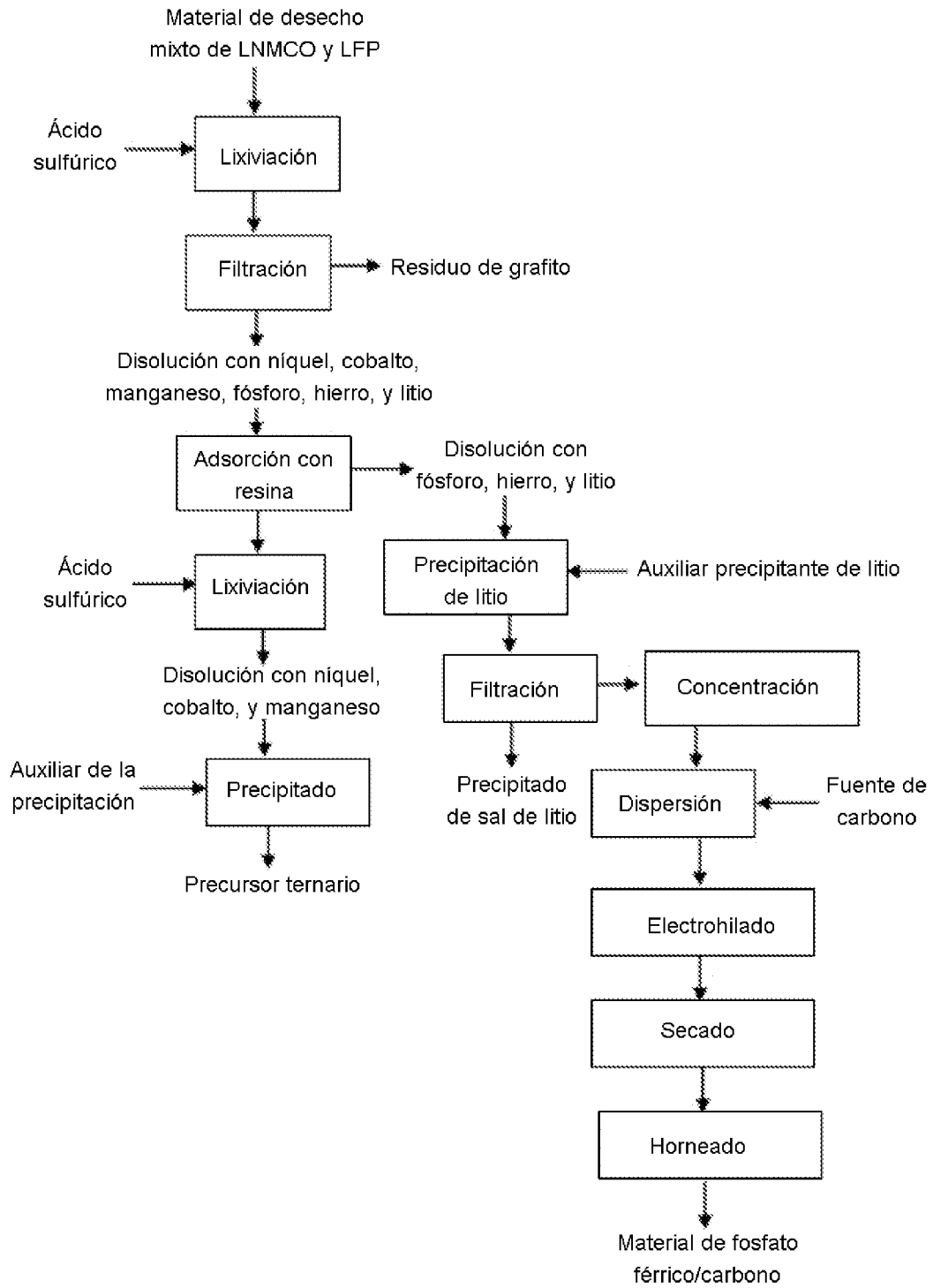


FIG. 1