

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 957 086**

21 Número de solicitud: 202390108

51 Int. Cl.:

C01G 53/00 (2015.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

H01M 4/505 (2010.01)

H01M 4/525 (2010.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

28.04.2022

30 Prioridad:

30.09.2021 CN 202111157697

43 Fecha de publicación de la solicitud:

10.01.2024

88 Fecha de publicación diferida del informe sobre el estado de la técnica:

14.10.2024

Fecha de concesión:

20.03.2025

45 Fecha de publicación de la concesión:

27.03.2025

73 Titular/es:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.33%)**

**No. 6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui
District**

528137 Foshan, Guangdong CN;

**HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.33%) y**

**HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD.
(33.33%)**

72 Inventor/es:

WANG, Quele;

LI, Changdong;

RUAN, Dingshan;

LIU, Weijian y

CAI, Yong

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

54 Título: **MÉTODO DE RECICLAJE DE MICROPOLVO DE MATERIAL TERNARIO, Y USO DEL MISMO**

ES 2 957 086 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 41 LP 24/2015.
Dentro de los seis meses siguientes a la publicación de la concesión en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial cualquier persona podrá oponerse a la concesión. La oposición deberá dirigirse a la OEPM en escrito motivado y previo pago de la tasa correspondiente (art. 43 LP 24/2015).

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 957 086**

21 Número de solicitud: 202390108

57 Resumen:

Método de reciclaje de micropolvo de material ternario, y uso del mismo.

El método de reciclaje comprende: lavar el micropolvo de material ternario con agua, y añadir un agente de recubrimiento y un promotor; someter la mezcla resultante a una reacción con calentamiento y presurización, y filtrar para obtener un material de base recubierto; someter el material de base recubierto a sinterización, añadir un agente extrayente al material sinterizado resultante, y agitar y filtrar para obtener un residuo de filtro; y someter el residuo de filtro a secado, tamizado y desferrización para obtener un material catódico ternario. En la presente invención, el agente de recubrimiento y el promotor se añaden para lograr el recubrimiento hidrotérmico a alta presión para el micropolvo. El agente de recubrimiento puede optimizar el rendimiento del almacenamiento del material y aumentar la vida del material. El promotor puede promover el buen recubrimiento del agente de recubrimiento sobre la superficie del material y prevenir que se caiga el agente de recubrimiento. El promotor residual en el material comprometerá el rendimiento cíclico del material. Por lo tanto, después de la sinterización, es necesario añadir un agente extrayente para extraer el promotor residual.

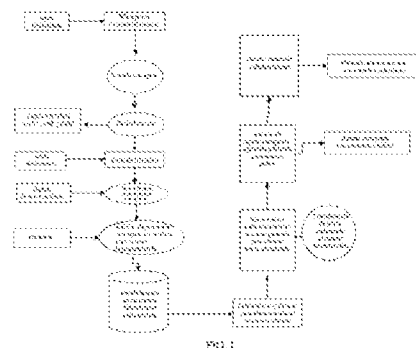


FIG. 1

ES 2 957 086 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 41 LP 24/2015.
Dentro de los seis meses siguientes a la publicación de la concesión en el Boletín Oficial de la Propiedad Industrial cualquier persona podrá oponerse a la concesión. La oposición deberá dirigirse a la OEPM en escrito motivado y previo pago de la tasa correspondiente (art. 43 LP 24/2015).

DESCRIPCIÓN

MÉTODO DE RECICLAJE DE MICROPOLVO DE MATERIAL TERNARIO, Y USO DEL MISMO

5

CAMPO TÉCNICO

La presente invención pertenece al campo técnico de los materiales de baterías de ion litio (LIB), y específicamente se refiere a un método de reciclaje de un micropolvo de material ternario, y uso del mismo.

10

ANTECEDENTES

Actualmente, con el rápido desarrollo y el aumento del volumen de ventas anual de vehículos de nueva energía, el volumen de ventas de las baterías de litio también está aumentando. Como los principales materiales catódicos para las baterías de litio, los materiales ternarios tienen las ventajas de elevada densidad energética, notable rendimiento cíclico y similares, y la capacidad de producción de las mismas también crece año tras año. En un proceso de producción de materiales catódicos, la producción de cada 1 t de material catódico irá acompañada de la producción de aproximadamente un 1 % de micropolvo de partículas pequeñas, que se produce principalmente durante un proceso de trituración. Si el micropolvo se mezcla en un producto terminado, el rendimiento cíclico del producto estará comprometido. La capacidad de producción de una fábrica de materiales catódicos ha alcanzado decenas de miles de toneladas, y cada año se produce una cantidad notable de micropolvo en un proceso de producción. Actualmente, muchas empresas desechan el micropolvo como un residuo del proceso de producción.

25

DESCRIPCION DE LA INVENCION

La presente invención pretende resolver al menos uno de los problemas técnicos que existen en el estado de la técnica. En vista de esto, la presente invención proporciona un método de reciclaje de un micropolvo de material ternario, y uso del mismo. El método de reciclaje hace que el material originalmente desechado se convierta en un material catódico ternario con elevado valor económico añadido (VEA) y notable rendimiento. El método de reciclaje tiene poca dificultad técnica y es fácil de realizar.

30

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un método de reciclaje de un micropolvo de material ternario, que incluye las siguientes etapas:

35

E1: mezclar un micropolvo de material ternario con agua, agitar una mezcla

resultante durante un tiempo específico para obtener una primera suspensión y deshidratar la primera suspensión para obtener una torta de filtración de micropolvo;

E2: añadir agua a la torta de filtración de micropolvo y agitar la mezcla resultante mientras se añaden un agente de recubrimiento y un promotor para obtener una segunda suspensión, donde el promotor es uno o más seleccionados del grupo que consiste en poliimida (PI), polioxietileno (POE), polietilenimina (PEI), polipirrol (PPy), tripolicianamida, poli(alcohol vinílico) (PVA), etilenglicol (EG), trietilamina (TEA), polifenilén éter cetona (PPEK) y politiofeno (PTP);

E3: someter la segunda suspensión a una reacción con calentamiento y presurización, y filtrar para obtener un material de base recubierto; y

E4: someter el material de base recubierto a sinterización; añadir un agente extrayente al material sinterizado resultante, y agitar y filtrar para obtener un residuo de filtro; y someter el residuo de filtro a secado, tamizado y desferrización para obtener un material catódico ternario.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E1, el micropolvo de material ternario puede tener un tamaño de partículas $Dv_{50} < 3,0 \mu m$; y una relación entre líquido y sólido del agua y el micropolvo de material ternario puede ser de 0,4 a 1,2 l/kg.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E1, la agitación se puede realizar a una velocidad rotacional de 100 rpm a 600 rpm; y preferentemente la agitación se puede realizar durante 5 min a 30 min.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E1, la deshidratación se puede realizar mediante filtración a presión o centrifugación.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E1, la torta de filtración de micropolvo puede tener un contenido de humedad del 5 % al 16 %.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E2, el agente de recubrimiento puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SnO_2 , WO_3 , $Al(OH)_3$, Li_3PO_4 , CeO , Li_4TiO_4 y In_2O_3 ; y preferentemente una cantidad del agente de recubrimiento añadida puede ser del 0,1 % al 0,9 % de una masa del micropolvo de material ternario. Además, después de añadirse el agente de recubrimiento, la agitación se puede realizar durante 3 min a 10 min.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E2, el promotor necesita ser pretratado antes de añadirse. Es decir, el promotor se añade a una disolución de etanol, y la mezcla resultante se calienta y se agita en un baño de agua o un baño de aceite para su disolución. Además, la disolución de etanol puede tener una
5 concentración del 5 %.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E2, una cantidad del promotor añadida puede ser del 0,2 % al 1,2 % de la masa del micropolvo de material ternario. Además, después de añadirse el promotor, la agitación se puede realizar durante
10 2 min a 10 min.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E2, la segunda suspensión puede tener un contenido de sólidos del 20 % al 60 %; y la agitación se puede realizar a una velocidad rotacional de 100 rpm a 500 rpm.

15 En algunas realizaciones de la presente invención, en E3, la reacción se puede realizar a 100 °C a 200 °C; preferentemente, la reacción se puede realizar a 1 MPa a 10 MPa; y preferentemente la reacción se puede realizar durante 5 h a 10 h. Además, la reacción se puede realizar en un reactor hidrotérmico a alta presión.

20 En algunas realizaciones de la presente invención, en E3, el material de base recubierto puede tener un contenido de humedad de < 10 %.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E4, la sinterización se puede
25 realizar con un horno giratorio en una atmósfera de oxígeno; preferentemente, la sinterización se puede realizar a 300 °C a 900 °C; preferentemente, la sinterización se puede realizar durante 3 h a 10 h a una concentración de oxígeno de > 90 %; y el espesor del material se puede controlar a 3 cm a 20 cm y preferentemente 6 cm a 15 cm. La sinterización puede ser sinterización de una etapa en un horno giratorio.

30 Con este método de sinterización, el material catódico ternario se puede obtener mediante sinterización de una etapa. Tradicionalmente, se usa sobre todo un horno de rodillos para realizar la sinterización dos o tres veces. El horno giratorio requiere menos energía, gas y consumibles, dando como resultado mayores ventajas de costes.

35 En algunas realizaciones de la presente invención, en E4, el agente extrayente puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en EG, acetato de sec-butilo

(SBA), queroseno, trioctil amina terciaria, acetato de etilo, glicerina, *N*-metilpirrolidona (NMP) y benceno.

5 En algunas realizaciones de la presente invención, en E4, el secado se puede realizar de 100 °C a 200 °C; y el material secado puede tener un contenido de humedad de < 600 ppm.

10 En algunas realizaciones de la presente invención, en E4, el tamizado se puede realizar con un tamaño de malla de 200 de malla a 400 de malla.

En algunas realizaciones de la presente invención, en E4, un dispositivo usado para la desferrización puede ser un desferrizador electromagnético, y la intensidad de campo magnético del dispositivo se puede controlar de 5.000 Gauss a 9.000 Gauss.

15 La presente invención también proporciona el uso del método descrito anteriormente en la preparación de LIB.

Según una realización preferida de la presente invención, la presente invención tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos:

20 1. Mediante el proceso de tratamiento de la presente invención, un micropolvo generado durante un proceso de producción que necesita ser desechado se puede convertir en un material catódico ternario con un notable rendimiento, que logra el reciclaje de recursos y la mejora de los beneficios económicos. El método de desecho directo tradicional no puede traer nuevos beneficios económicos.

25 2. El proceso de la presente invención es simple y fácil de implementar, donde el litio residual sobre la superficie que compromete el rendimiento de un material se puede disolver mediante lavado con agua y luego retirar mediante deshidratación. En los métodos de tratamiento tradicionales, se usa frecuentemente una materia orgánica para retirar el litio residual y modificar la superficie de un material. A diferencia, el
30 método de tratamiento de la presente invención es más económico.

3. En la presente invención, el agente de recubrimiento y el promotor se añaden para lograr un recubrimiento hidrotérmico a alta presión para el micropolvo. El agente de recubrimiento puede optimizar el rendimiento del almacenamiento del material y aumentar la vida del material. El promotor puede promover el buen
35 recubrimiento del agente de recubrimiento sobre la superficie del material y prevenir que el agente de recubrimiento se deteriore. El promotor, si queda en el material, comprometerá el rendimiento cíclico del material. Por lo tanto, después de la

sinterización, es necesario añadir un agente extrayente para extraer el promotor residual.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- 5 La presente invención se describe además a continuación con referencia a los dibujos adjuntos y ejemplos.
- La FIG. 1 es un diagrama esquemático del proceso de síntesis de la presente invención;
- la FIG. 2 es una imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) del micropolvo policristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$ en el Ejemplo 1;
- 10 la FIG. 3 es una imagen de SEM del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 1;
- la FIG. 4 es un diagrama de características de retención de la capacidad del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 1 de la presente invención;
- 15 la FIG. 5 es un diagrama de características de DCR del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 1 de la presente invención;
- la FIG. 6 es una imagen de SEM del micropolvo monocristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,5}\text{Co}_{0,2}\text{Mn}_{0,3})\text{O}_2$ en el Ejemplo 2 de la presente invención;
- la FIG. 7 es una imagen de SEM del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 2 de la presente invención;
- 20 la FIG. 8 es un diagrama de características de retención de la capacidad del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 2 de la presente invención; y
- la FIG. 9 es un diagrama de características de DCR del material catódico ternario terminado obtenido en el Ejemplo 2 de la presente invención.

25

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS EJEMPLOS ILUSTRADOS

- Los conceptos y efectos técnicos de la presente invención se describen clara y completamente a continuación, junto con ejemplos, para permitir que los objetivos, características y efectos de la presente invención sean completamente entendidos.
- 30 Evidentemente, los ejemplos descritos son simplemente algunos en vez de todos los ejemplos de la presente invención. Todos los otros ejemplos obtenidos por los expertos en la técnica basados en los ejemplos de la presente invención sin esfuerzos creativos deben entrar dentro del alcance de protección de la presente invención.

35 Ejemplo 1

Se proporcionó un método de reciclaje de un micropolvo cristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$ y, como se muestra en la FIG. 1, un proceso específico fue del

siguiente modo:

(1) Se recogió un micropolvo producido durante un proceso de producción de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$. El micropolvo recogido tuvo un tamaño de partículas de $\text{Dv}_{50} < 3,0 \mu\text{m}$. La FIG. 2 es una imagen de SEM del micropolvo de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$. El micropolvo de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$ recogido tuvo partículas extremadamente pequeñas y se cubrió con hidróxido de litio y carbonato de litio residual.

(2) El micropolvo recogido se mezcló con agua pura, y luego el lavado con agua se realizó en un hervidor de lavado con agua a una velocidad rotacional de 100 rpm durante 20 min para obtener una suspensión de lavado con agua. Una relación entre líquido y sólido del agua pura y el micropolvo fue 0,6 l/kg.

(3) La suspensión de lavado con agua obtenida se deshidrató a través de una filtración a presión para obtener una torta de filtración. Después de la deshidratación, el contenido de litio residual superficial se redujo en 1.000 ppm a 9.000 ppm. La torta de filtración tuvo un contenido de humedad del 8 %.

(4) Se añadió agua pura a la torta de filtración, y se agitó la suspensión resultante para la mezcla. La suspensión tuvo un contenido de sólidos del 35 %. La agitación se realizó usando un agitador a alta velocidad a una velocidad de agitación de 300 rpm. Durante la mezcla, se añadieron los agentes de recubrimiento TiO_2 y Al_2O_3 en primer lugar en una cantidad total del 0,8 % de la masa del micropolvo de material ternario, y entonces la agitación se realizó durante 5 min.

(5) Después de añadirse los agentes de recubrimiento, se añadió adicionalmente un promotor a la suspensión. El promotor fue PI. El promotor se pretrató antes de añadirse. Es decir, el promotor se añadió a una disolución al 5 % de etanol, y entonces la mezcla resultante se calentó y se agitó en un baño de agua o un baño de aceite para la disolución y luego se añadió a la suspensión. El promotor se añadió en una cantidad del 0,5 % de la masa del micropolvo de material ternario. Después de que se añadiera el promotor, la agitación se realizó durante 8 min.

(6) La suspensión obtenida de la etapa previa se sometió a recubrimiento hidrotérmico a alta presión durante 5 h a 150°C y 4 MPa en un reactor hidrotérmico a alta presión, y se filtró un producto resultante para obtener un material de base recubierto con un contenido de humedad inferior al 10 %.

(7) El material de base recubierto obtenido de la etapa previa se sometió a sinterización de una etapa en un horno giratorio bajo una atmósfera de oxígeno, donde la temperatura de sinterización fue de 500°C , el tiempo de enfriamiento fue de 4 h, el tiempo de sinterización fue de 5 h, la concentración de oxígeno fue superior al 90 % y el espesor de material se controló de 6 cm a 15 cm.

(8) Se añadió EG al material obtenido después de la sinterización en el horno

giratorio, y la suspensión resultante se agitó completamente durante 5 min a una velocidad rotacional de 120 rpm para realizar una extracción.

(9) El material obtenido después de la extracción en la etapa previa se secó a 130 °C durante 100 min en un horno, y el material secado se tamizó a través de un tamiz de 400 de malla y se sometió a desferrización para obtener un material catódico ternario con notable rendimiento. La desferrización se realizó con un desferrizador electromagnético a una intensidad de campo magnético de 8.000 Gauss.

Prueba de caracterización: Como se muestra en la FIG. 3, el micropolvo producido durante un proceso de producción de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,8}\text{Co}_{0,1}\text{Mn}_{0,1})\text{O}_2$, después de ser tratado por este proceso, tuvo una morfología de tipo monocristal y un contenido de litio residual superficial significativamente reducido. El producto tuvo un contenido de litio residual de 931 ppm (según una prueba de valoración potenciométrica) y una elevada área superficial específica (BET) de $0,83 \text{ m}^2/\text{g}$ (según una prueba estática). El producto tuvo una capacidad de descarga del primer ciclo de 183,6 mAh/g a 4,25 V/0,5 C; y según una prueba de ciclo de rendimiento eléctrico (como se muestra en la FIG. 4), la retención de capacidad fue todavía del 91,8 % después de 100 ciclos de carga-descarga a 4,25 V/0,5 C, que indica un notable rendimiento eléctrico. Se realizó una prueba de DCR, como se muestra en la FIG. 5. En la prueba del primer ciclo, la DCR fue de $35,3 \Omega/\text{cm}$; y durante la prueba de 100 ciclos a 4,25 V/0,5 C, la DCR no aumentó significativamente, que indica que el proceso de tratamiento del micropolvo de la presente invención puede conducir a un material catódico ternario con un notable rendimiento, que es adecuado para la preparación de LIB.

25 Ejemplo 2

Se proporcionó un método de reciclaje de un micropolvo cristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,5}\text{Co}_{0,2}\text{Mn}_{0,3})\text{O}_2$, y un proceso específico fue del siguiente modo:

(1) La FIG. 6 es una imagen de SEM de un micropolvo cristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,5}\text{Co}_{0,2}\text{Mn}_{0,3})\text{O}_2$ recogido durante un proceso de producción, y se puede observar de la imagen de SEM que existe mucho hidróxido de litio y carbonato de litio negro adherido al micropolvo. El micropolvo cristalino de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,5}\text{Co}_{0,2}\text{Mn}_{0,3})\text{O}_2$ recogido se mezcló con agua pura, y luego el lavado con agua se realizó en un hervidor de lavado con agua a una velocidad rotacional de 300 rpm durante 10 min para obtener una suspensión de lavado con agua. Una relación entre líquido y sólido del agua pura y el micropolvo fue 1 l/kg.

(2) La suspensión de lavado con agua obtenida se deshidrató mediante centrifugación para obtener una torta de filtración. Después de la deshidratación, el

contenido de litio residual superficial se redujo en 200 ppm a 1.000 ppm. La torta de filtración tuvo un contenido de humedad de aproximadamente el 10 %.

5 (3) Se añadió agua pura a la torta de filtración, y se agitó la suspensión resultante para la mezcla. La suspensión tuvo un contenido de sólidos del 30 %. La agitación se realizó usando un agitador a alta velocidad a una velocidad de agitación de 500 rpm. Durante la mezcla, se añadieron los agentes de recubrimiento ZrO_2 y MgO en una cantidad total del 0,5 % de la masa del micropolvo de material ternario, y entonces la agitación se realizó durante 5 min.

10 (4) Después de añadirse los agentes de recubrimiento, se añadió adicionalmente un promotor a la suspensión. El promotor fue PVA. El promotor se pretrató antes de añadirse. Es decir, el promotor se añadió a una disolución al 5 % de etanol, y entonces la mezcla resultante se calentó y se agitó en un baño de agua o un baño de aceite para la disolución y luego se añadió a la suspensión. El promotor se añadió en una cantidad del 0,6 % de la masa del micropolvo de material ternario.
15 Después de que se añadiera el promotor, la agitación se realizó durante 10 min.

(5) La suspensión obtenida de la etapa previa se sometió a recubrimiento hidrotérmico a alta presión durante 5 h a 120 °C y 4 MPa en un reactor hidrotérmico a alta presión, y se filtró el producto resultante para obtener un material de base recubierto con un contenido de humedad inferior al 10 %.

20 (6) El material de base recubierto obtenido de la etapa previa se sometió a sinterización de una etapa en un horno giratorio bajo una atmósfera de oxígeno, donde la temperatura de sinterización fue de 540 °C, el tiempo de enfriamiento fue de 4 h, el tiempo de sinterización fue de 5 h, la concentración de oxígeno fue superior al 90 % y el espesor de material se controló de 6 cm a 15 cm.

25 (7) Se añadió SBA al material obtenido después de la sinterización en el horno giratorio, y la suspensión resultante se agitó completamente durante 5 min a una velocidad rotacional de 120 rpm.

30 (8) El material obtenido después de la extracción en la etapa previa se secó a 150 °C durante 170 min en un horno, y el material secado se tamizó a través de un tamiz de 200 de malla y se sometió a desferrización para obtener un material catódico ternario con notable rendimiento. La desferrización se realizó con un desferrizador electromagnético a una intensidad de campo magnético de 7.000 Gauss.

35 Prueba de caracterización: Como se muestra en la FIG. 7, el micropolvo producido durante un proceso de producción de $\text{Li}(\text{Ni}_{0,5}\text{Co}_{0,2}\text{Mn}_{0,3})\text{O}_2$, después de ser tratado por este proceso, tuvo una morfología de tipo monocristal y no mostró litio residual obvio en la imagen de SEM. El producto tuvo un contenido de litio residual de 386 ppm

(según una prueba de valoración potenciométrica) y una BET de 0,95 m²/g (según una prueba estática). El producto tuvo una capacidad de descarga del primer ciclo de 167,2 mAh/g a 4,25 V/0,5 C; y según una prueba de ciclo de rendimiento eléctrico (como se muestra en la FIG. 8), la capacidad retención fue todavía del 90,1 %
5 después de 100 ciclos de carga-descarga a 4,25 V/0,5 C, que indica un notable rendimiento eléctrico. Se realizó una prueba de DCR, como se muestra en la FIG. 9. En la prueba del primer ciclo, la DCR fue de 43,6 Ω/cm; y durante la prueba de 100 ciclos a 4,25 V/0,5 C, la DCR no aumentó significativamente, que indica que el
10 proceso de tratamiento del micropolvo de la presente invención puede conducir a un material catódico ternario con un notable rendimiento, que es adecuado para la preparación de LIB.

La presente invención se describe con detalle con referencia a los dibujos adjuntos y ejemplos, pero la presente invención no se limita a los ejemplos anteriores. Dentro del
15 alcance del conocimiento poseído por los expertos habituales en el campo técnico, también se pueden hacer diversos cambios sin apartarse del fin de la presente invención. Además, los ejemplos en la presente invención o características en los ejemplos se pueden combinar entre sí en una situación no conflictiva.

REIVINDICACIONES

1. Un método de reciclaje de un micropolvo de material ternario, que comprende las siguientes etapas:
 - 5 E1: mezclar un micropolvo de material ternario con agua, agitar la mezcla resultante durante un tiempo específico para obtener una primera suspensión y deshidratar la primera suspensión para obtener una torta de filtración de micropolvo;
 - E2: añadir agua a la torta de filtración de micropolvo y agitar la mezcla resultante mientras se añaden un agente de recubrimiento y un promotor para obtener
 10 una segunda suspensión, en donde el promotor es uno o más seleccionados del grupo que consiste en poliimida, polioxietileno, polietilenimina, polipirrol, tripolicianamida, poli(alcohol vinílico), etilenglicol, trietilamina, polifenilen éter cetona y politiofeno;
 - E3: someter la segunda suspensión a una reacción con calentamiento y presurización, y filtrar para obtener un material de base recubierto; y
 15 E4: someter el material de base recubierto a sinterización; añadir un agente extrayente al material sinterizado resultante, y agitar y filtrar para obtener un residuo de filtro; y someter el residuo de filtro a secado, tamizado y desferrización para obtener un material catódico ternario.
- 20 2. El método según la reivindicación 1, donde en E1, el micropolvo de material ternario tiene un tamaño de partículas de $Dv_{50} < 3,0 \mu m$; y una relación entre líquido y sólido del agua y el micropolvo de material ternario es 0,4 a 1,2 l/kg.
3. El método según la reivindicación 1, donde en E1, la agitación se realiza a una
 25 velocidad rotacional de 100 rpm a 600 rpm; y preferentemente la agitación se realiza durante 5 min a 30 min.
4. El método según la reivindicación 1, donde en E1, la torta de filtración de micropolvo tiene un contenido de humedad del 5 % al 16 %.
- 30 5. El método según la reivindicación 1, donde en E2, el agente de recubrimiento es uno o más seleccionados del grupo que consiste en TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SnO_2 , WO_3 , $Al(OH)_3$, Li_3PO_4 , CeO , Li_4TiO_4 y In_2O_3 ; y preferentemente una cantidad del agente de recubrimiento añadida es del 0,1 % al 0,9 % de la masa del micropolvo de
 35 material ternario.
6. El método según la reivindicación 1, donde en E2, una cantidad del promotor

añadida es del 0,2 % al 1,2 % de la masa del micropolvo de material ternario.

7. El método según la reivindicación 1, donde en E3, la reacción se realiza a 100 °C a 200 °C; preferentemente, la reacción se realiza a 1 MPa a 10 MPa; y
5 preferentemente, la reacción se realiza durante 5 h a 10 h.

8. El método según la reivindicación 1, donde en E4, la sinterización se realiza con un horno giratorio en una atmósfera de oxígeno; preferentemente, la sinterización se realiza a 300 °C a 900 °C; y preferentemente la sinterización se realiza durante 3 h
10 a 10 h.

9. El método según la reivindicación 1, donde en E4, el agente extrayente es uno o más seleccionados del grupo que consiste en etilenglicol, acetato de sec-butilo, queroseno, trioctil amina terciaria, acetato de etilo, glicerina, *N*-metilpirrolidona y benceno.
15

10. Uso del método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en la preparación de baterías de ion litio.

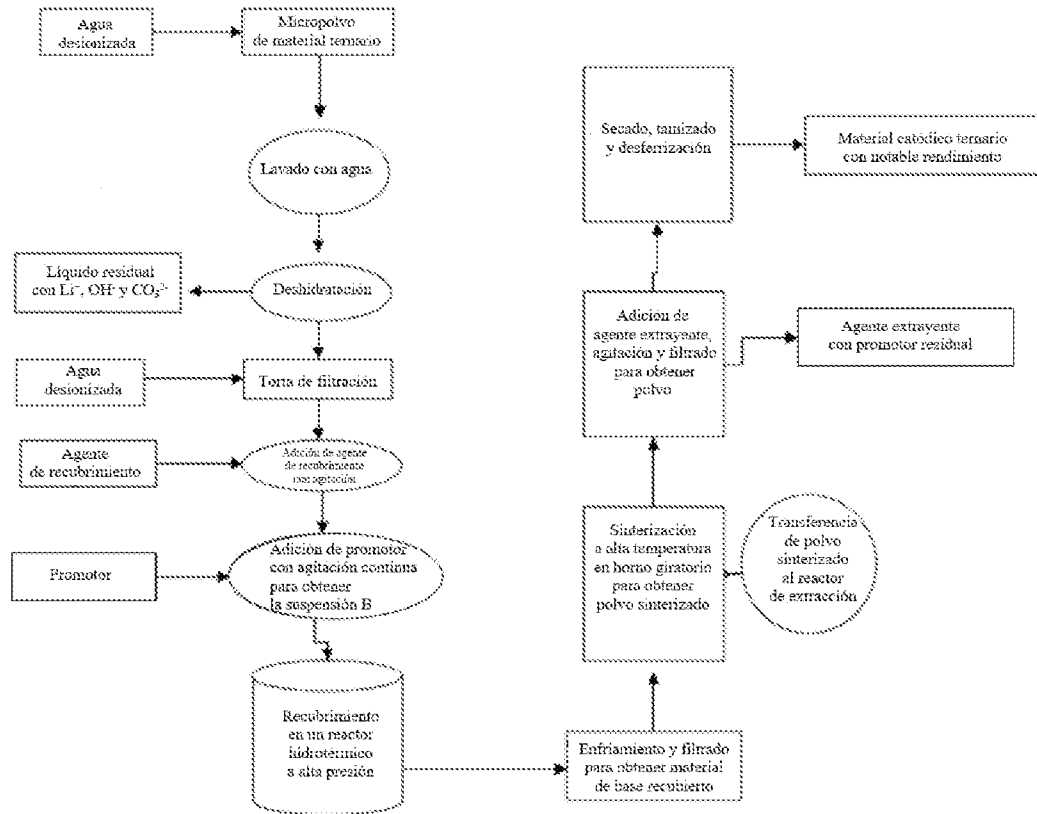


FIG. 1

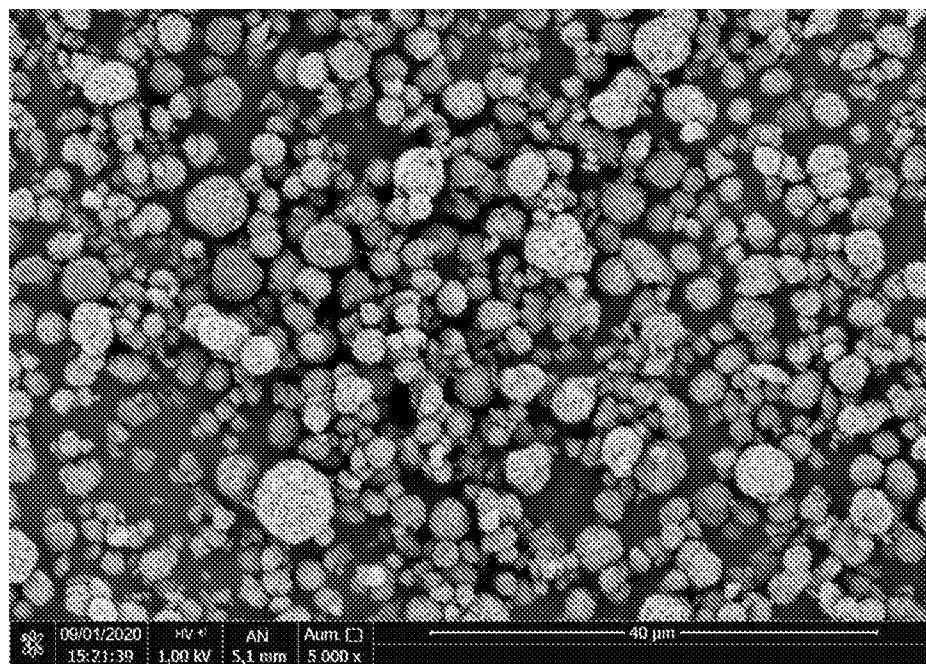


FIG. 2

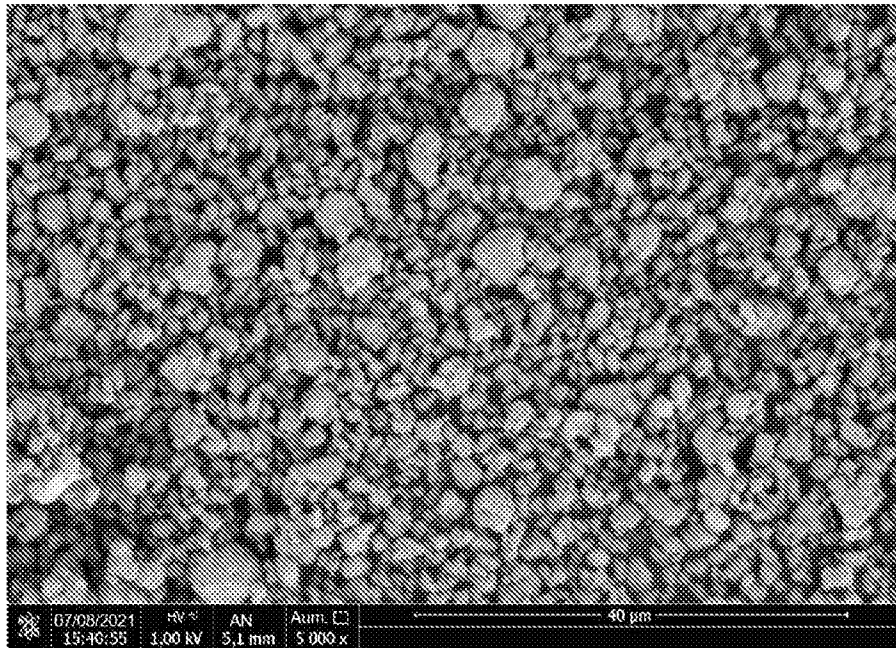


FIG. 3

Retención de la capacidad cíclica – (4,25 V – 0,5 C)

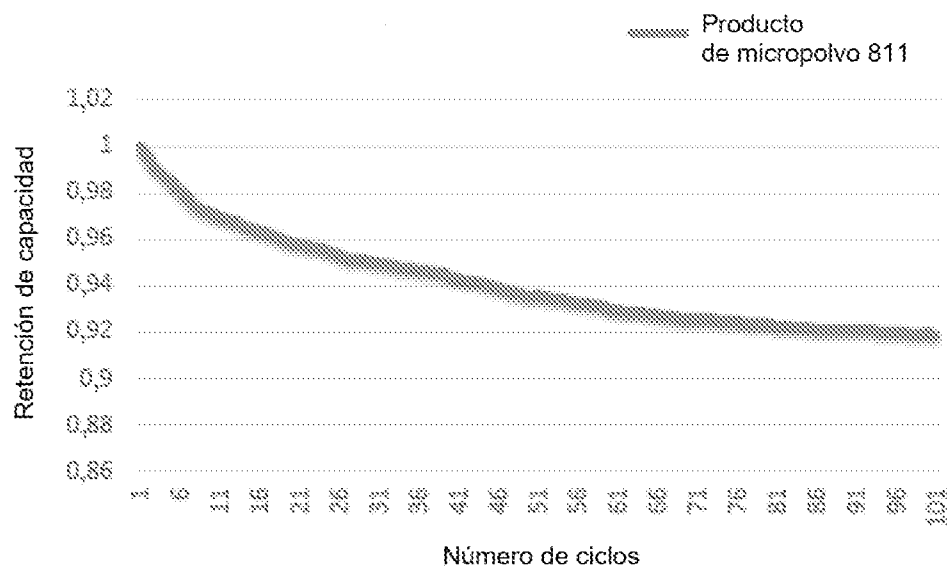


FIG. 4

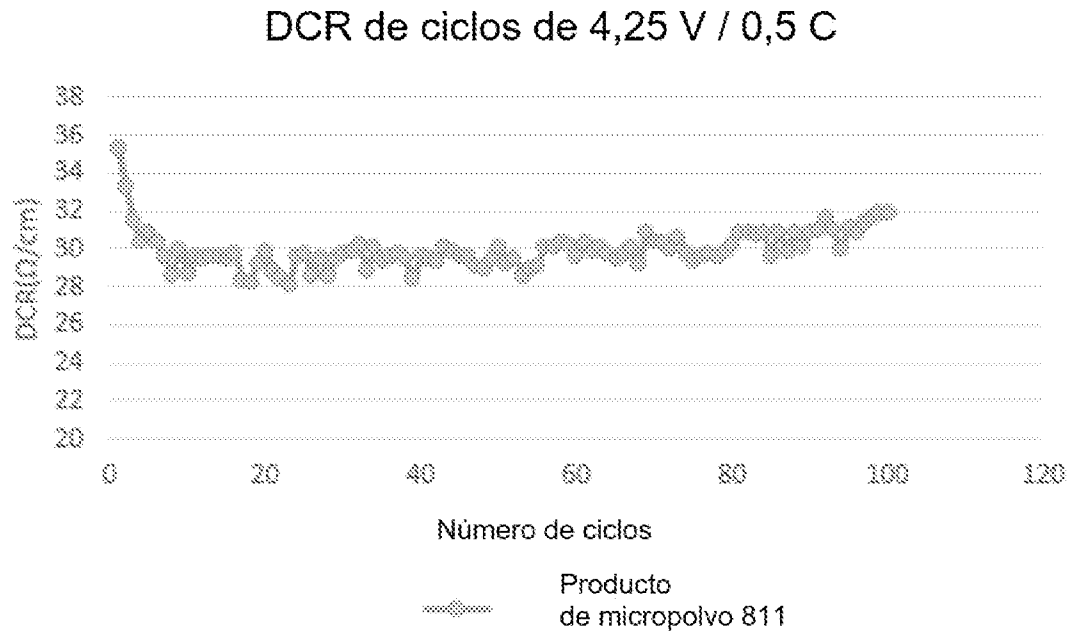


FIG. 5

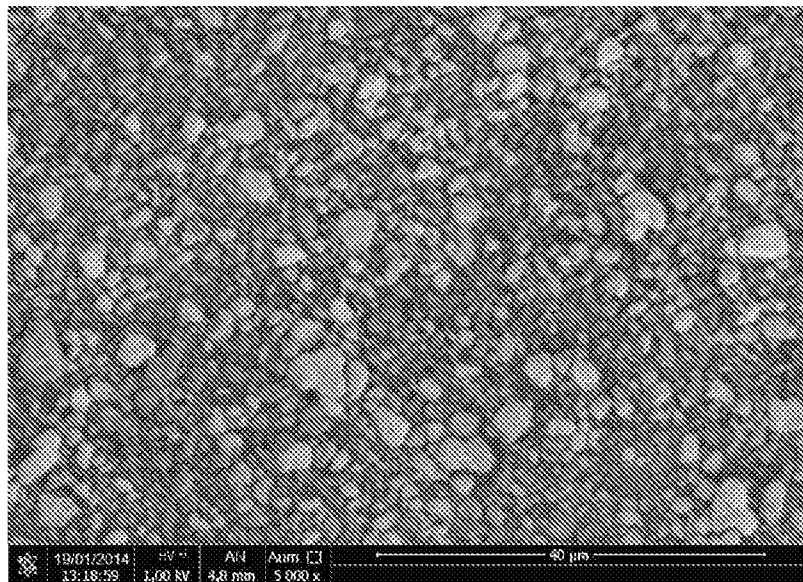


FIG. 6

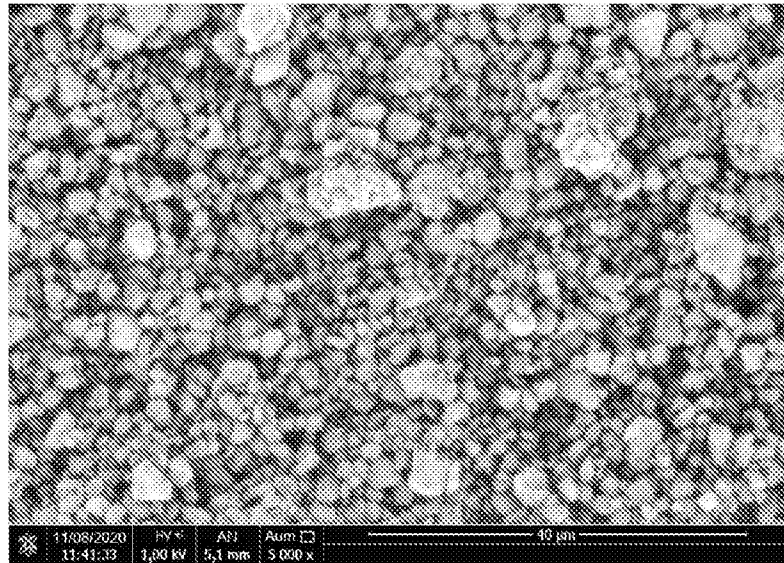


FIG. 7

Retención de capacidad (4,25 V - 0,5 C)



FIG. 8

DCR de ciclo (4,25 V / 0,5 C)

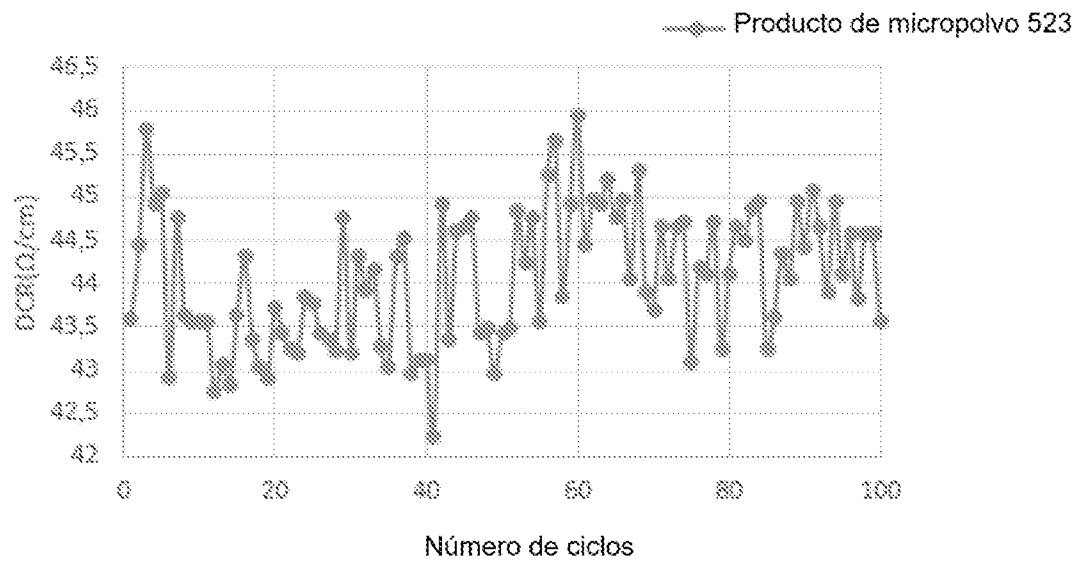


FIG. 9