

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 959 542**

21 Número de solicitud: 202390047

51 Int. Cl.:

H01M 10/0562 (2010.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN

B2

22 Fecha de presentación:

30.12.2021

30 Prioridad:

22.06.2021 CN 202110693114

43 Fecha de publicación de la solicitud:

26.02.2024

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

07.06.2024

Fecha de concesión:

02.10.2024

45 Fecha de publicación de la concesión:

09.10.2024

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LI, Qiang;
LI, Changdong;
RUAN, Dingshan;
ZHOU, You;
CHEN, Song y
NING, Peichao**

74 Agente/Representante:

MANRESA MEDINA, José Manuel

54 Título: **MÉTODO PARA EL TRATAMIENTO DE LODOS DE ELECTRODOS POSITIVOS
DESECHADOS, Y APLICACIÓN**

57 Resumen:

Se divulga un método para tratar un lodo de electrodo positivo desechado, y una aplicación. El método comprende los pasos siguientes: pretratamiento de un lodo de electrodo positivo desechado para obtener una solución de lodo; realización de coagulación electroforética y filtración a presión en la solución de lodo para obtener una fase líquida y una fase sólida; y realización de tostado por gradientes en la fase sólida para obtener un material de electrodo positivo. Según el método de la presente invención, se utiliza un lodo de electrodo positivo desechado como materia prima, y el lodo de electrodo positivo desechado se recupera utilizando procesos de trituración, clasificación, electroforesis y tostado por gradientes, sin introducir un agente floculante. La presente invención tiene las ventajas de una separación completa entre una solución de NMP y el polvo de electrodo positivo, altos índices de recuperación de materias orgánicas y metales valiosos, alta eficiencia de producción, etc., y por lo tanto no sólo mejora los beneficios económicos, sino que también reduce la contaminación medioambiental.

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).

ES 2 959 542 B2

DESCRIPCIÓN

Método para el tratamiento de lodos de electrodos positivos desechados, y aplicación

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención pertenece al campo técnico del reciclaje de baterías usadas, y en particular se refiere a un método de tratamiento y aplicación de lodos (también conocidos como "slurry") de electrodos positivos desechados.

10

ANTECEDENTES

El lodo o slurry del electrodo positivo de la batería de iones de litio se compone de un material de electrodo positivo, un aglutinante y similares. La preparación de los lodos del electrodo positivo es un eslabón importante de la producción de baterías de iones de litio, y el proceso de preparación de la misma incluye la mezcla mutua, la disolución, la dispersión y similares entre líquido y líquido y entre líquido y el material del electrodo positivo. La calidad y el rendimiento de la batería de iones de litio dependen directamente de la calidad de dispersión de los lodos.

15

20

En los últimos años, junto con el aumento estable de la demanda del mercado de automóviles de nueva energía, la capacidad de producción de baterías de iones de litio se amplía continuamente. En el proceso de producción aparece una gran cantidad de lodo de electrodo positivo desechado, cuya composición es una mezcla sólido-líquido. El componente principal de la fase sólida es manganato de litio, níquel y cobalto, y el componente principal de la fase líquida es N-metilpirrolidona (en lo sucesivo, NMP). Si el tratamiento es inadecuado, no sólo se desperdician recursos, sino que también se contamina el medio ambiente. Por lo tanto, el reciclaje de los lodos de electrodos positivos desechados tiene una gran importancia para reducir la contaminación medioambiental, reciclar la NMP y aliviar la escasez de recursos de cobalto y níquel.

25

30

Un método existente de información pública para el tratamiento de lodos de electrodos positivos desechados incluye principalmente la regeneración de NMP y el reciclado de metales valiosos, en el que la separación líquido-sólido es un paso clave en el proceso de reciclado. En la actualidad, se utilizan principalmente un método de floculación-filtración, un método de separación centrífuga y un método de tostado por destilación para separar una solución de NMP y un material de electrodo positivo.

35

El estado de la técnica relacionado divulga un sistema de reciclaje del lodo desechado del electrodo positivo de la batería de litio, que adopta una máquina centrífuga para la separación líquido-sólida.

La fase sólida es un material de electrodo positivo, y la fase líquida es una solución de NMP. La fase sólida se calcina a 300-600°C, y a continuación se tritura y se lixivia en ácido, con lo que se consigue el objetivo de reciclar metales valiosos. La fase líquida se deshidrata a 80-100°C adoptando el proceso de destilación para obtener NMP. El lodo de electrodo positivo tiene las características de alta viscosidad, ausencia de coagulación, partículas finas y similares. De acuerdo con el estado de la técnica relacionado, la separación sólido-líquido se realiza mediante la adopción de un método de centrifugación, la eficiencia de separación es baja, la pérdida de equipo es grande, y la cantidad residual de NMP en la fase sólida producida es alta; en el proceso de tostado posterior, el fenómeno de endurecimiento es grave, y la adherencia de la pared es alta, por lo que las condiciones de transporte de material no liso, la eliminación incompleta de materias orgánicas, la corrosión grave de los equipos de tostado y similares son probables, y el método no es adecuado para la producción industrial. Hay una gran cantidad de materia en suspensión de polvo negro en la fase líquida, y algo de polvo negro permanece en el NMP en el proceso de destilación, por lo que la tasa de reciclado de metales valiosos se reduce, y la calidad del producto se ve seriamente influenciada.

En la actualidad, también se divulga en el estado de la técnica relacionado un método para reciclar la N-metilpirrolidona en el líquido de desecho del electrodo positivo de la batería de litio, que incluye los pasos de flocular el líquido de desecho mediante el uso de un agente floculante, añadir diatomita en el sedimento, y realizar una filtración por presión para separar el filtrado y el residuo del filtro; y finalmente obtener una solución de NMP y un material de electrodo positivo. El estado de la técnica relacionado sólo presta atención al reciclado de la materia orgánica de NMP, adopta un método de combinación de un agente floculante y diatomita para la separación sólido-líquido, introduce impurezas de diatomita en los productos sólidos y aumenta la dificultad de reciclado de los valiosos metales níquel y cobalto.

RESUMEN

La presente invención pretende resolver al menos uno de los problemas técnicos mencionados en la tecnología actual. Por lo tanto, la presente invención proporciona un método de tratamiento y aplicación de lodos de electrodos positivos desechados. El método toma el lodo de electrodo positivo desechado como materia prima, recicla el lodo de electrodo positivo desechado mediante la utilización de procesos de trituración y clasificación, electroforesis y tostado por gradientes, no necesita introducir un agente floculante, tiene las ventajas de la separación completa de una solución de NMP y polvo de electrodo positivo, alta tasa de reciclaje de materia orgánica y metales valiosos, alta eficiencia de producción y similares, no sólo mejora los beneficios económicos, sino que también reduce la contaminación ambiental.

Para realizar los objetivos, la presente invención adopta la siguiente solución técnica:

Un método de tratamiento de lodos de electrodos positivos desechados, que comprende las siguientes etapas:

- 5 (1) pretratamiento del lodo de electrodo positivo desechado para obtener una solución de lodo;
- (2) realizar la coagulación por electroforesis y el filtración por presión en la solución de lodo para obtener una fase líquida y una fase sólida; y
- (3) realizar un tostado en gradiente de la fase sólida para obtener un material de electrodo positivo.

10

Preferentemente, el pretratamiento en el paso (1) incluye los pasos específicos: separar los materiales embolsados de los lodos de electrodo positivo desechados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener la solución de lodos.

- 15 Los materiales embolsados se trituran y clasifican para eliminar las impurezas plásticas y en bloques de los materiales embolsados. La primera es garantizar el transporte fluido de los materiales, en otras palabras, el polvo de electrodo positivo en el lodo son partículas micrométricas, el líquido es la solución de NMP, y cuando existen bolsas de plástico e impurezas en forma de bloque en un sistema, es muy probable que el proceso de transporte de material se atasque. La segunda es
- 20 garantizar la uniformidad de los materiales sólidos y eliminar las bolsas de plástico y las impurezas en bloque de los materiales sólidos, y se reduce la influencia de las impurezas en el proceso de tratamiento posterior del polvo de electrodo positivo. Si existen impurezas plásticas, se producirá el fenómeno de fusión y laminación en un paso del tratamiento térmico, provocando que el polvo de electrodo positivo se envuelva, y afectando a la tasa de reciclado de los productos.

25

Preferiblemente, la corriente continua utilizada en el proceso de coagulación por electroforesis en el paso (2) tiene una corriente de 50-70 mA y un voltaje de 60-65 V.

- 30 Más preferiblemente, la corriente continua utilizada en el proceso de realización de la coagulación por electroforesis en el paso (2) tiene una densidad de corriente de 0,2-0,6 A/m².

Preferiblemente, el tiempo de electroforesis en el paso (2) es de 20-60 min.

- 35 Según el principio de electroforesis, la corriente continua se introduce en la solución de lodo, las partículas suspendidas en la solución de lodo se mueven direccionalmente bajo la acción de un campo eléctrico externo de corriente continua para combinarse en la coagulación de partículas grandes, y la separación líquido-sólido se realiza utilizando un filtro prensa para obtener la fase líquida que es una solución acuosa de NMP y la fase sólida que es un material sólido. El material

del electrodo positivo en el lodo del electrodo positivo se coagula mediante la electroforesis sin utilizar un agente floculante, y se reduce la introducción de impurezas.

5 Preferentemente, la etapa (2) incluye además la destilación de la fase líquida y el enriquecimiento de una fase orgánica para obtener NMP con una pureza superior al 70%.

Además, preferiblemente, la destilación es evaporación rotativa a presión reducida o rectificación.

10 Más preferiblemente, la presión manométrica de la evaporación rotativa a presión reducida es de 0,02-0,04 MPa, la temperatura de la evaporación rotativa a presión reducida es de 60-80°C, y el tiempo de la evaporación rotativa a presión reducida es de 60-80 min.

Además, preferiblemente, cuando la destilación es la rectificación, las fases orgánicas se enriquecen, y la pureza del NMP obtenido es superior al 99%.

15 Más preferiblemente, las condiciones de la rectificación son que el pH de la fase líquida sea de 7,0-10,0, la presión de un recipiente de evaporación sea de 7,5-8,0 kPa, y una relación de reflujo de 2-2,5.

20 Preferiblemente, un proceso específico del tostado por gradiente en la etapa (3) consiste en tostar la fase sólida en tres etapas, en las que el tostado de la primera etapa se realiza a 80-100°C durante 20-60 min, el tostado de la segunda etapa se realiza a 200-250°C durante 30-60 min, y el tostado de la tercera etapa se realiza a 350-450°C durante 30-60 min, a fin de obtener el material de electrodo positivo.

25 Más preferentemente, el método incluye además, después de la segunda etapa de tostado, condensar el gas obtenido por tostado y recuperar el NMP.

Más preferiblemente, la temperatura de condensación es de 25-35°C.

30 La temperatura de la primera etapa de tostado es de 80-100°C para eliminar la mayoría de agua en la fase sólida. La temperatura de la segunda etapa de tostado es de 200-250°C para eliminar el NMP que queda en la fase sólida. Mientras tanto, se añade la etapa de condensación, para condensar y reciclar el NMP. La temperatura de la tercera etapa de tostado es de 350-450°C, y en esta etapa se
35 elimina un aglutinante PVDF (temperatura de descomposición térmica 316°C) en la fase sólida. Por último, se obtiene el material de electrodo positivo sin componentes orgánicos, que puede utilizarse directamente para lixiviar y reciclar metales valiosos.

La presente invención proporciona la aplicación del método anterior en el reciclaje de metales valiosos.

Preferentemente, la aplicación en el reciclado de metales valiosos consiste en realizar un tratamiento adicional de lixiviación y envejecimiento en el material de electrodo positivo obtenido por el método anterior para obtener los metales valiosos.

El principio específico es el siguiente: la presente invención recicla el lodo de electrodo positivo desechado combinando de forma creativa los procesos de trituración, clasificación, electroforesis y tostado por gradientes, y tiene grandes perspectivas de aplicación industrial. En primer lugar, se eliminan las impurezas plásticas y en bloques mediante trituración y clasificación para obtener una solución de lodo; en segundo lugar, se coagula la materia en suspensión adoptando un método de electroforesis, y se realiza una filtración por presión para obtener una fase líquida y una fase sólida; en tercer lugar, se rectifica o destila la fase líquida para obtener una fase orgánica de NMP y una fase acuosa; y en cuarto lugar, se adopta un proceso de tostado en gradiente para eliminar la humedad y un aglutinante y reciclar el NMP, y se obtiene el material de electrodo positivo.

En comparación con la tecnología actual, la presente invención tiene los siguientes efectos beneficiosos:

1. El método de la presente invención toma el lodo de electrodo positivo desechado como materia prima, recicla el lodo de electrodo positivo desechado utilizando procesos de trituración, clasificación, electroforesis y tostado por gradientes, no necesita introducir un agente floculante, tiene las ventajas de la separación completa de una solución de NMP y polvo de electrodo positivo, alta tasa de reciclaje de hasta el 95% de materia orgánica y metales valiosos, alta eficiencia de producción y similares, no sólo mejora los beneficios económicos, sino que también reduce la contaminación ambiental.

2. La presente invención cambia la característica de no coagulación del material de electrodo positivo mediante electroforesis, de modo que se separan la fase líquida y la fase sólida. La fase orgánica NMP con una pureza superior al 99% puede obtenerse mediante rectificación, y el valor económico es elevado. El material de electrodo positivo finalmente producido por tostado por gradiente tiene bajo contenido orgánico y pocas impurezas, es beneficioso para la posterior lixiviación y reciclado de metales valiosos, y tiene una gran perspectiva de aplicación industrial.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

En lo sucesivo, el concepto de la presente invención y los efectos técnicos resultantes se describirán clara y completamente con referencia a las realizaciones para comprender plenamente los objetivos,

características y efectos de la presente invención. Obviamente, las realizaciones descritas son sólo una parte de las realizaciones de la presente invención y no todas las realizaciones. Basándose en las realizaciones de la presente invención, otras realizaciones obtenidas por los expertos en la materia sin ningún esfuerzo inventivo están dentro del alcance de la presente invención.

5

Realización 1

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los siguientes pasos:

10

(1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

15

(2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a 0,2 A/m² durante 30 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo para obtener una fase líquida y una fase sólida;

20

(3) realizar una evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 60 min en las condiciones de una presión manométrica de 0,02 MPa y una temperatura de 60°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

25

(4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizar el tostado durante 20 min a 80°C para eliminar la humedad, luego aumentar la temperatura a 200°C para continuar el tostado durante 40 min, reciclar NMP mediante condensación, finalmente, realizar el tostado durante 60 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y sacar un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfriara a temperatura normal.

30

La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la evaporación rotatoria se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 83%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 6%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 87%.

35

Una tasa de pérdida por ignición sólida del material de electrodo positivo de esta realización fue del 0,29%. Un método de ensayo de la tasa de pérdida por ignición se refiere al *método de residuos sólidos-Determinación de la pérdida por ignición-Gravimetría (HJ1024-2019)*.

Realización 2

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los siguientes pasos:

(1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

(2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a $0,5 \text{ A/m}^2$ durante 40 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

(3) realizar una evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 60 min en las condiciones de una presión manométrica de 0,02 MPa y una temperatura de 60°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

(4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizar el tostado durante 20 min a 80°C para eliminar la humedad, luego aumentar la temperatura a 200°C para continuar el tostado durante 40 min, reciclar NMP mediante condensación, finalmente, realizar el tostado durante 60 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y sacar un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfriara a temperatura normal.

La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la evaporación rotatoria se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 83%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 6%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 87%.

Una tasa de pérdida por ignición sólida del material de electrodo positivo de esta realización fue del 0,15%. Un método de ensayo de la tasa de pérdida por ignición se refiere al *método gravimétrico para la determinación de la pérdida por ignición de residuos sólidos (HJ1024-2019)*.

Realización 3

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los

siguientes pasos:

(1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

(2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a $0,6 \text{ A/m}^2$ durante 40 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

(3) realizar evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 60 min en las condiciones de una presión manométrica de 0,02 MPa y una temperatura de 80°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

(4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizar el tostado durante 20 min a 80°C para eliminar la humedad, luego aumentar la temperatura a 200°C para continuar el tostado durante 40 min, reciclar NMP mediante condensación, finalmente, realizar el tostado durante 60 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y sacar un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfriara a temperatura normal.

La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la evaporación rotatoria se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 88%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 13%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 85%.

Una tasa de pérdida por ignición sólida del material de electrodo positivo de esta realización fue del 0,33%. Un método de ensayo de la tasa de pérdida por ignición se refiere al *método gravimétrico para la determinación de la pérdida por ignición de residuos sólidos (HJ1024-2019)*.

Realización 4

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los siguientes pasos:

(1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución

de lodo;

(2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a 0,2 A/m² durante 60 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

(3) realizar evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 30 min en las condiciones de una presión manométrica de 0,01 MPa y una temperatura de 80°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

(4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizar el tostado durante 20 min a 80°C para eliminar la humedad, luego aumentar la temperatura a 200°C para continuar el tostado durante 40 min, reciclar NMP mediante condensación, finalmente, realizar el tostado durante 60 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y sacar un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfriara a temperatura normal.

La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la evaporación rotatoria se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 81%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 7%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 89%.

Una tasa de pérdida por ignición sólida del material de electrodo positivo de esta realización fue del 0,42%. Un método de ensayo de la tasa de pérdida por ignición se refiere al *método gravimétrico para la determinación de la pérdida por ignición de residuos sólidos (HJ1024-2019)*.

Realización 5

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los siguientes pasos:

(1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

(2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una

densidad de corriente a 0,2 A/m² durante 60 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

5 (3) rectificar la fase líquida para obtener una fase orgánica y una fase acuosa, en la que el pH de la fase líquida es de 7,0-10,0, la presión de un recipiente de evaporación es de 7,5 kPa y la relación de reflujo es de 2,5.

10 (4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizar el tostado durante 30 min a 80°C para eliminar la humedad, a continuación, aumentar la temperatura a 200°C para continuar el tostado durante 40 min, reciclar NMP a través de la condensación, por último, realizar el tostado durante 60 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y sacar un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfrió a temperatura normal.

15 La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la rectificación se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 99,5%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 1,2%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 88%.

20 Una tasa de pérdida por ignición sólida del material de electrodo positivo de esta realización fue del 0,33%. Un método de ensayo de la tasa de pérdida por ignición se refiere al *método gravimétrico para la determinación de la pérdida por ignición de residuos sólidos (HJ1024-2019)*.

Realización 6

25

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de esta realización incluía los siguientes pasos:

30 (1) introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

35 (2) colocar la solución de lodo obtenida tras la trituración y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a 0,2 A/m² durante 60 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

(3) realizar evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 30 min en las

condiciones de una presión manométrica de 0,01 MPa y una temperatura de 80°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

(4) colocar la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo colector de gas de condensación, realizar el tostado durante 60 min a 100°C para eliminar la humedad, luego aumentar la temperatura a 220°C para continuar el tostado durante 30 min, reciclar NMP mediante condensación, finalmente, realizar el tostado durante 30 min a 400°C para eliminar un aglutinante PVDF, y extraer un material de electrodo positivo después de que un sistema se enfriara a temperatura normal.

La fase orgánica y la fase acuosa que se obtuvieron tras la evaporación rotatoria se analizaron utilizando un detector de concentración de NMP manual de tipo brs-nmp. La concentración de NMP en la fase orgánica fue del 85%, y la concentración de NMP en la fase acuosa fue del 6%. La concentración del NMP reciclado mediante concentración fue del 87%.

La tasa de pérdida de ignición sólida del material del electrodo positivo de esta realización fue del 0,36%, y el consumo de energía fue de 0,38 kwh.

Ejemplo comparativo 1

Un método de tratamiento del lodo de electrodo positivo desechado de este Ejemplo comparativo incluía los siguientes pasos:

introducir el lodo de electrodo positivo desechado en una cesta de hierro para separar los materiales embolsados, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener una solución de lodo;

colocar la solución de lodo obtenida tras la tritutación y clasificación en un tanque de electroforesis, poner en marcha una fuente de alimentación de corriente continua, ajustar una densidad de corriente a 0,2 A/m² durante 60 min de electroforesis, y realizar una filtración por succión del lodo coagulado para obtener una fase líquida y una fase sólida;

realizar evaporación rotativa a presión reducida de la fase líquida durante 30 min en las condiciones de una presión manométrica de 0,01 MPa y una temperatura de 80°C para obtener una fase orgánica y una fase acuosa; y

colocando la fase sólida en un horno tubular equipado con un dispositivo de recogida de gas de condensación, realizando el tostado durante 120 min a 400°C para eliminar la humedad, y

extrayendo un material de electrodo positivo después de enfriar el sistema a temperatura normal.

La tasa de pérdida por ignición de sólidos de este Ejemplo Comparativo fue del 0,36%, y el consumo de energía fue de 0,51 kwh. No se produjo ninguna fase orgánica NMP independiente en el proceso de tostado.

5

En conclusión, la presente invención recicla el lodo de electrodo positivo desechado combinando de forma creativa los procesos de trituración, clasificación, electroforesis y tostado en gradiente. La separación líquido-sólido es completa, y se puede obtener directamente una fase orgánica NMP. El valor económico es alto, y el contenido orgánico del material de electrodo positivo producido es bajo. La concentración de NMP en la fase orgánica reciclada mediante condensación o en la fase orgánica en el proceso de evaporación/rectificación rotatoria es superior al 80%, y la tasa de pérdida por ignición del material de electrodo positivo es inferior al 0,5%.

10

15

Las realizaciones de la presente invención se describen en detalle anteriormente, la presente invención no se limita a las realizaciones descritas anteriormente y se pueden hacer varios cambios sin apartarse del espíritu de la presente invención dentro de la gama de conocimientos de los de conocimientos ordinarios en el estado de la técnica. Además, las realizaciones de la presente invención y las características de las realizaciones pueden combinarse entre sí si no hay conflicto.

REIVINDICACIONES

1. Un método de tratamiento de lodos de electrodos positivos desechados, que comprende las siguientes etapas:

5

(1) pretratamiento del lodo de electrodo positivo desechado para obtener una solución de lodo;

(2) realizar la coagulación por electroforesis y filtración por presión en la solución de lodo para obtener una fase líquida y una fase sólida; y

10

(3) realizar un tostado en gradiente de la fase sólida para obtener un material de electrodo positivo.

2. El método de tratamiento de la reivindicación 1, en el que el pretratamiento en el paso (1) comprende los pasos específicos: separar los materiales embolsados del lodo de electrodo positivo desechado, y triturar y clasificar los materiales embolsados para obtener la solución de lodo.

15

3. El método de tratamiento de la reivindicación 1, en el que una corriente continua utilizada en el proceso de realizar la coagulación por electroforesis en el paso (2) tiene una corriente de 50-70 mA y un voltaje de 60-65 V.

20

4. El método de tratamiento de la reivindicación 3, en el que la corriente continua utilizada en el proceso de realización de la coagulación por electroforesis en el paso (2) tiene una densidad de corriente de 0,2-0,6 A/m².

25

5. El método de tratamiento de la reivindicación 1, en el que el tiempo de electroforesis en el paso (2) es de 20-60 min.

6. El método de tratamiento de la reivindicación 1, en el que la etapa (2) comprende además destilar la fase líquida y enriquecer una fase orgánica para obtener NMP con una pureza superior al 70%.

30

7. El método de tratamiento de la reivindicación 6, en el que la destilación es evaporación rotativa a presión reducida o rectificación.

8. El método de tratamiento de la reivindicación 1, en el que un proceso específico del tostado por gradientes en el paso (3) es tostar la fase sólida en tres etapas, en el que el tostado de la primera etapa se realiza a 80-100°C durante 20-60 min, el tostado de la segunda etapa se realiza a 200-250°C durante 30-60 min, y el tostado de la tercera etapa se realiza a 350-450°C durante 30-60 min,

35

a fin de obtener el material de electrodo positivo.

9. El método de tratamiento de la reivindicación 8, que comprende además, después del tostado de la segunda etapa, condensar el gas obtenido por el tostado y reciclar el NMP.

5

10. Aplicación del método de cualquiera de las reivindicaciones 1-9 en el reciclado de metales valiosos.