

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 994 671**

21 Número de solicitud: 202490007

51 Int. Cl.:

C01D 15/04 (2006.01)

H01M 10/54 (2006.01)

H01M 10/0525 (2010.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

01.12.2022

30 Prioridad:

18.02.2022 CN 202210150550

43 Fecha de publicación de la solicitud:

29.01.2025

71 Solicitantes:

**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:

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

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

54 Título: **Método para reciclar electrolito de batería de iones de litio**

57 Resumen:

Se divulga un método para reciclar un electrolito de una batería de iones de litio. El método comprende: congelar y desmontar una batería de iones de litio de desecho después de la descarga para proporcionar una celda de batería que contiene un electrolito, remojar la celda de batería en una solución de hidróxido de litio que contiene catalizador para la reacción, lavar la celda de batería hecha reaccionar, mezclar el lavado con la solución de hidróxido de litio hecha reaccionar para proporcionar una solución mezclada y filtrar la solución mezclada para proporcionar un producto filtrado y un residuo; hacer reaccionar el residuo con una solución de ácido fluorhídrico para proporcionar una sal de litio anhidra, mezclar la sal de litio anhidra con un solvente orgánico, introducir gas PF₅ para la reacción y filtrar para proporcionar una solución orgánica; y congelar la solución orgánica y filtrar para proporcionar hexafluorofosfato de litio. Por medio de la congelación de la batería de iones de litio de desecho antes del desmontaje, la presente invención evita la contaminación debido a la volatilización y descomposición del electrolito. El hexafluorofosfato de litio preparado por el método divulgado en la presente presenta una alta pureza, cumpliendo de esta manera con el requerimiento de la regulación china HG/T4066-2015 HEXAFLUOROFOSFATO DE LITIO.

ES 2 994 671 A2

DESCRIPCIÓN

Método para reciclar electrolito de batería de iones de litio

5 Campo

Las realizaciones de la presente solicitud se refieren al campo técnico del reciclaje de baterías, por ejemplo, un método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio.

10 Antecedentes

En la actualidad, LiCoO_2 , LiNiO_2 , LiMn_2O_4 , LiFePO_4 y un material ternario se usan comúnmente como material de electrodo positivo para una batería de iones de litio. El material de electrodo positivo, agente conductor de negro de acetileno y aglutinante orgánico se
15 revisten con papel de aluminio para formar el electrodo positivo, y un material de lámina de carbono y un material de carbono amorfo se revisten con papel de cobre para formar el electrodo negativo. Las sales de electrolito en la solución de electrolito son en general sales de litio tal como LiPF_6 , LiCF_3SO_3 y LiBF_4 , y los solventes comúnmente usados son carbonato de etileno (EC), carbonato de propileno (PC), carbonato de dimetilo (DMC), carbonato de
20 metilo y etilo (EMC), etc.

La producción de la batería de iones de litio en el país mantiene una fuerte tendencia de crecimiento, y la batería de iones de litio que se desecha más allá de su vida útil incrementará año tras año. La batería de iones de litio desechada contiene no solo cobalto, que es de gran
25 valor de reciclaje, sino también metales tal como hierro, aluminio y cobre, así como electrolitos orgánicos, que tienen un valor económico potencial y un gran potencial de contaminación. El reciclaje y desecho de la batería de iones de litio desperdiciada no solo pueden eliminar la fuente de contaminación, sino también realizar el reciclaje y la reutilización de recursos.

30 La tecnología de reciclaje de la batería de iones de litio se puede dividir en método de fuego, método húmedo y método biológico. En los procesos de tratamiento con fuego y húmedo, la mayoría de los procesos no consideran el reciclaje de electrolitos, que conlleva grandes riesgos de seguridad para la producción y también produce una contaminación ambiental relativamente grave. Durante el tratamiento al fuego, el solvente orgánico del electrolito se
35 volatilizará o quemará para descomponerse en vapor de agua y CO_2 para ser descargado, en tanto que LiPF_6 se descompondrá rápidamente en gas PF_5 cuando se caliente en el aire, y

finalmente formará gas de combustión que contiene flúor y hollín para ser descargado al exterior. En el tratamiento húmedo de la batería de desecho, tomando como ejemplo la descomposición de la sal de litio de electrolito LiPF_6 , HF y PF_5 son muy fáciles de formar fluoruros solubles, provocando contaminación por flúor en agua. La transformación y migración de gases residuales que contienen flúor y aguas residuales en el ambiente ponen en peligro directa o indirectamente la salud humana. Además, el método biológico, específicamente, el método de lixiviación microbiana, también se puede usar para tratar la batería de litio de desecho. Los microorganismos se pueden usar para convertir componentes útiles del sistema en compuestos solubles y disolverlos selectivamente para obtener soluciones que contienen metal para lograr la separación de componentes objetivo y componentes de impurezas, y finalmente reciclar metales útiles. Específicamente, el proceso metabólico de los microorganismos se usa principalmente para lograr la lixiviación selectiva de cobalto, litio y otros elementos metálicos, pero es imposible reciclar y desechar de manera efectiva el electrolito al mismo tiempo.

En la actualidad, la investigación sobre el reciclaje de la batería de iones de litio de desecho se centra principalmente en los materiales de electrodo con alto valor que contienen metales no ferrosos tal como cobalto, litio, níquel y cobre. Sin embargo, el electrolito es volátil y difícil de reciclar, por lo que pocas investigaciones y tratamientos se dedican al reciclaje del electrolito. Sin embargo, la volatilización del electrolito producirá un olor desagradable e irritante, y la hidrólisis de la sal de litio en el electrolito producirá arseniuro, fosfuro y fluoruro tóxicos, que son muy dañinos para el cuerpo humano y el ambiente. Esto se ha convertido en un problema inevitable. Por un lado, el electrolito representa aproximadamente 12 % del costo total de la batería. Sin embargo, debido a la insuficiente capacidad de producción del electrolito en la etapa actual y el monopolio de la tecnología de producción de sales de litio de alta pureza por empresas extranjeras, el reciclaje del electrolito para reutilización tiene un alto valor económico. Por otra parte, puesto que el electrolito en sí es tóxico para el ambiente y el cuerpo humano, el electrolito se debe tratar de manera efectiva desde la perspectiva de la seguridad y la protección del ambiente.

Breve descripción

Lo siguiente es una breve descripción de la invención de los temas descritos con detalle en la presente. Esta breve descripción de la invención no se propone que limite el alcance de protección de las reivindicaciones.

A fin de superar el problema de que el electrolito de batería de iones de litio no se puede reciclar de una manera eficiente y respetuosa con el medio ambiente en la técnica anterior, el propósito de las realizaciones de la presente solicitud es proporcionar un método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio.

5

Un método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio, que incluye los siguientes pasos:

1) congelar una batería de iones de litio de desecho después de la descarga; desmontar la
10 batería de iones de litio de desecho congelada para obtener una celda de batería que contiene un electrolito;

2) sumergir la celda de batería obtenida en el paso 1) en una solución de hidróxido de litio que contiene un catalizador para reacción;

15

3) retirar la celda de batería después de la reacción en el paso 2) y lavar la celda de batería con una solución de hidróxido de litio para obtener una solución de lavado; mezclar la solución de lavado con la solución de hidróxido de litio después de la reacción en el paso 2) para obtener una solución mezclada;

20

4) filtrar la solución mezclada obtenida en el paso 3) para obtener un producto filtrado y un residuo de filtro;

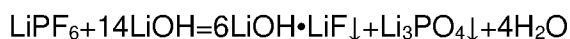
5) mezclar el residuo de filtro obtenido en el paso 4) con una solución de ácido fluorhídrico,
25 calentar y evaporar hasta sequedad, y entonces calcinar para obtener sal de litio anhidra;

6) mezclar la sal de litio anhidra obtenida en el paso 5) con un solvente orgánico, introducir gas PF_5 , hacer reaccionar y filtrar para obtener un líquido orgánico; y

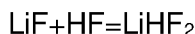
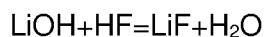
7) congelar y filtrar el líquido orgánico obtenido en el paso 6) para obtener hexafluorofosfato de litio.
30

Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 1), los componentes del electrolito incluyen al menos uno de carbonato de etileno, carbonato de propileno, carbonato de dimetilo y carbonato de metilo y etilo.
35

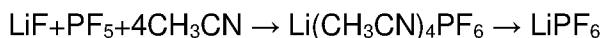
La celda de batería desmontada se coloca en la solución de hidróxido de litio que contiene el catalizador. Por un lado, el solvente electrolito (tal como carbonato de dimetilo) se descompone en alcoholes y dióxido de carbono bajo la acción del catalizador y el dióxido de carbono reacciona con hidróxido de litio para generar precipitados de carbonato de litio; por otro lado, el soluto de electrolito hexafluorofosfato de litio reacciona con hidróxido de litio, la ecuación es la siguiente:



A través de la reacción del precipitado con ácido fluorhídrico, se remueven los grupos hidróxido y carbonato en el precipitado y se presentan las siguientes reacciones:



Además, a través de la calcinación, LiHF_2 se descompone en fluoruro de litio y fluoruro de hidrógeno, obteniendo de este modo la sal de litio anhidra con solo fluoruro de litio y fosfato de litio; y entonces la sal de litio anhidra se hace reaccionar con pentafluoruro de fósforo en un solvente orgánico para obtener fosfato de litio regenerado, el proceso es como sigue, tomando acetonitrilo como ejemplo:



Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 1), la temperatura de congelación no es superior a $-50\text{ }^\circ\text{C}$; más preferentemente, la temperatura de congelación es $\leq -55\text{ }^\circ\text{C}$; y aún más preferentemente, la temperatura de congelación es $\leq -60\text{ }^\circ\text{C}$.

Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 2), el catalizador incluye al menos uno de sal de amonio cuaternario y metilaminodietanol; más preferentemente, la sal de amonio cuaternario es sal de cloruro o sal de bromuro, el número total de átomos de carbono en el grupo hidrocarburo es ≤ 12 ; en algunas realizaciones preferidas de la presente solicitud, el catalizador es al menos uno de

$[(CH_3)_3NCH_2CH_2Cl]Cl$ o $[(CH_3CH_2)_3NCH_2CH_2OH]Cl$.

Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 2), la concentración del catalizador es 5 g/l a 60 g/l; más preferentemente, la
5 concentración del catalizador es 8 g/l a 55 g/l; y aún más preferentemente, la concentración del catalizador es 10 g/l a 50 g/l.

Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 2), la concentración del hidróxido de litio es 0,1 mol/l a 4 mol/l.

10 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 2), el tiempo de reacción es 0,3 h a 3 h; más preferentemente, el tiempo de reacción es 0,4 h a 2,5 h; y aún más preferentemente, el tiempo de reacción es 0,5 h a 2 h.

15 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 2), la cantidad de solución líquida es suficiente para cubrir el núcleo de batería.

Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 3), la concentración de la solución de hidróxido de litio es 0,1 mol/l a 4 mol/l.

20 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 5), el fluoruro de hidrógeno se recicla por calentamiento y evaporación hasta sequedad; y más preferentemente, el fluoruro de hidrógeno se recicla por calentamiento a una temperatura de 50 °C a 70 °C.

25 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 5), la temperatura de calcinación es 500 °C a 800 °C; más preferentemente, la temperatura de calcinación es 550 °C a 750 °C; y aún más preferentemente, la temperatura de calcinación es 600 °C a 700 °C.

30 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 5), el tiempo de calcinación es 0,3 h a 3 h; más preferentemente, el tiempo de calcinación es 0,4 h a 2,5 h; aún más preferentemente, el tiempo de calcinación es 0,5 h a 2 h.

35 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 6), el solvente orgánico incluye al menos uno de acetonitrilo, éter dietílico, pirrol y piridina;

más preferentemente, el solvente orgánico incluye uno de acetonitrilo, éter dietílico y pirrol; aún más preferentemente, el solvente orgánico es uno de acetonitrilo y éter dietílico.

5 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 6), la relación líquido-sólido del solvente orgánico a la sal de litio anhidra es (30 a 60) ml:1 g; más preferentemente, la relación líquido-sólido del solvente orgánico a la sal de litio anhidra es (35 a 55) ml:1 g; aún más preferentemente, la relación líquido-sólido del solvente orgánico a la sal de litio anhidra es (40 a 50) ml: 1 g.

10 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 6), la presión de reacción es 0,2 MPa a 0,8 MPa; más preferentemente, la presión de reacción es 0,25 MPa a 0,75 MPa; aún más preferentemente, la presión de reacción es 0,3 MPa a 0,7 MPa.

15 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 6), el tiempo de reacción es 0,5 h a 3 h; más preferentemente, el tiempo de reacción es 0,8 h a 2,5 h; aún más preferentemente, el tiempo de reacción es 1 h a 2 h.

20 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 6), la temperatura durante la filtración es 40 °C a 80 °C; más preferentemente, la temperatura durante la filtración es 45 °C a 75 °C; aún más preferentemente, la temperatura durante la filtración es 50 °C a 70 °C.

25 Preferentemente, en el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio, en el paso 7), la temperatura de congelación es -40 °C a -10 °C; más preferentemente, la temperatura de congelación es -35 °C a -15 °C; y aún más preferentemente, la temperatura de congelación es -30 °C a -20 °C.

30 Preferentemente, en el paso 7), el método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio incluye además un paso de secado de la torta de filtro obtenida por filtración, y el secado se realiza bajo una atmósfera de nitrógeno; más preferentemente, la temperatura de secado es 0 °C a 8 °C, y el tiempo de secado es 10 h a 26 h; aún más preferentemente, la temperatura de secado es 0 °C a 5 °C, y el tiempo de secado es 12 h a 24 h.

35 Se proporcionan los efectos beneficiosos de las realizaciones de la presente solicitud.

1. De acuerdo con la presente solicitud, la batería de iones de litio de desecho se congela y entonces se desmonta para evitar la volatilización y descomposición del electrolito para contaminar el ambiente; el hexafluorofosfato de litio preparado de acuerdo con el método de la presente solicitud tiene una alta pureza y cumple con el requerimiento estándar de

5 “Electrolito de hexafluorofosfato de litio HG/T 4066-2015”.

2. Puesto que el electrolito de la batería de desecho se ha usado durante mucho tiempo, hay muchas impurezas en su interior y es difícil continuar reutilizando el electrolito, especialmente las reacciones secundarias de diferentes ésteres se llevan a cabo en el solvente, el solvente no se puede reutilizar básicamente. En la presente solicitud, por medio de descomposición catalítica, el electrolito genera alcoholes y dióxido de carbono que son fácilmente solubles en agua, para evitar la agregación y el fuego provocado por la insolubilidad del electrolito y agua, y promover adicionalmente la reacción bajo la acción de hidróxido de litio. Tanto el flúor como el litio en el soluto de electrolito hexafluorofosfato de litio tienen un alto valor económico. El

10 hidróxido de litio se usa para precipitar hexafluorofosfato de litio, y entonces se realizan una serie de reacciones para obtener hexafluorofosfato de litio regenerado. Todo el proceso solo consume hidróxido de litio y el costo de reciclaje es bajo.

3. Usando el método de que el fosfato de litio es insoluble en solvente orgánico, el hexafluorofosfato de litio se genera por fluoruro de litio y pentafluoruro de fósforo, y entonces el fosfato de litio se separa para obtener hexafluorofosfato de litio puro.

20

Otros aspectos serán evidentes después de leer y comprender los dibujos y descripción detallada de la invención.

25

Breve descripción de las figuras

Los dibujos se usan para proporcionar una comprensión adicional de las soluciones técnicas en la presente, constituyen una parte de la memoria descriptiva, y explican las soluciones técnicas en la presente junto con las realizaciones de la presente solicitud, y no constituyen una limitación de las soluciones técnicas en la presente.

30

La figura 1 es un diagrama esquemático de un método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio de acuerdo con un ejemplo.

35

Descripción detallada

El contenido de la presente solicitud se describirá adicionalmente con detalle más adelante a través de ejemplos específicos. A menos que se especifique de otro modo, las materias primas o dispositivos usados en los ejemplos se pueden obtener de canales comerciales convencionales, o se pueden obtener por métodos de la técnica anterior. A menos que se especifique de otro modo, la prueba o métodos de prueba son rutinarios en la técnica.

Ejemplo 1

Con referencia al diagrama esquemático de la figura 1, el método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio en el presente ejemplo incluyó los siguientes pasos:

1) después de que se descargó la batería de iones de litio de desecho, se congeló por debajo de -60 °C al usar nitrógeno líquido;

2) se desmontó la batería de iones de litio de desecho congelada y se retiró una celda de batería que contiene un electrolito;

3) la celda de batería se sumergió en una solución de hidróxido de litio que contiene un catalizador durante 2 h, el núcleo de batería se cubrió con el líquido, la concentración de la solución de hidróxido de litio fue 0,1 mol/l, el catalizador fue metilaminodietanol y la concentración fue 10 g/l;

4) la celda de batería obtenida después de la reacción en el paso 3) se retiró y se lavó con una solución de hidróxido de litio con una concentración de 0,1 mol/l para obtener una solución de lavado; la solución de lavado se mezcló con la solución de hidróxido de litio obtenida después de la reacción en el paso 3) para obtener una solución mezclada;

5) la solución mezclada se filtró para obtener el producto filtrado y el residuo de filtro;

6) el residuo de filtro se adicionó a una cantidad suficiente de solución de ácido fluorhídrico, y entonces la mezcla se calentó y se evaporó hasta sequedad para reciclar el exceso de fluoruro de hidrógeno, y se calcinó a una temperatura de 600 °C durante 2 h para obtener sal de litio anhidra;

7) de acuerdo con la relación líquido-sólido de 40 ml:1 g, se adicionó sal de litio anhidra en

acetonitrilo anhidro y la mezcla se colocó en un ambiente cerrado, en el cual el gas PF_5 se introdujo lentamente, de tal forma que la presión de sistema de reacción fue 0,3 Mpa, para reaccionar durante 2 h. Después de que se completó la reacción, la mezcla se calentó a 50 °C y se filtró para obtener un líquido orgánico;

5

8) el líquido orgánico se congeló a -30 °C para separar los cristales y se filtró para obtener una torta de filtro; y

10

9) la torta de filtro se secó a 0 °C durante 24 h bajo atmósfera de nitrógeno para obtener hexafluorofosfato de litio.

El hexafluorofosfato de litio preparado cumple con el requerimiento estándar de “Electrolito de hexafluorofosfato de litio HG/T 4066-2015”.

15 **Ejemplo 2**

Con referencia al diagrama esquemático de la figura 1, el método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio en el presente ejemplo incluyó los siguientes pasos:

20 1) después de que se descargó la batería de iones de litio de desecho, se congeló por debajo de -60 °C al usar nitrógeno líquido;

2) se desmontó la batería de iones de litio de desecho congelada y se retiró una celda de batería que contiene un electrolito;

25

3) la celda de batería se sumergió en una solución de hidróxido de litio que contiene un catalizador durante 1 h, el núcleo de batería se cubrió con el líquido, la concentración de la solución de hidróxido de litio fue 2 mol/l, el catalizador fue $[(\text{CH}_3)_3\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}]\text{Cl}$ y la concentración fue 30 g/l;

30

4) la celda de batería obtenida después de la reacción en el paso 3) se retiró y se lavó con una solución de hidróxido de litio con una concentración de 2 mol/l para obtener una solución de lavado; la solución de lavado se mezcló con la solución de hidróxido de litio obtenida después de la reacción en el paso 3) para obtener una solución mezclada;

35

5) la solución mezclada se filtró para obtener el producto filtrado y el residuo de filtro;

6) el residuo de filtro se adicionó a una cantidad suficiente de solución de ácido fluorhídrico, y entonces la mezcla se calentó y se evaporó hasta sequedad para reciclar el exceso de fluoruro de hidrógeno, y se calcinó a una temperatura de 650 °C durante 1 h para obtener sal de litio anhidra;

7) de acuerdo con la relación líquido-sólido de 45 ml:1 g, se adicionó sal de litio anhidra en acetonitrilo anhidro y la mezcla se colocó en un ambiente cerrado, en el cual el gas PF_5 se introdujo lentamente, de tal forma que la presión de sistema de reacción fue 0,5 Mpa, para reaccionar durante 1,5 h. Después de que se completó la reacción, la mezcla se calentó a 60 °C y se filtró para obtener un líquido orgánico;

8) el líquido orgánico se congeló a -25 °C para separar los cristales y se filtró para obtener una torta de filtro; y

9) la torta de filtro se secó a 3 °C durante 18 h bajo atmósfera de nitrógeno para obtener hexafluorofosfato de litio.

El hexafluorofosfato de litio preparado cumple con el requerimiento estándar de “Electrolito de hexafluorofosfato de litio HG/T 4066-2015”.

Ejemplo 3

Con referencia al diagrama esquemático de la figura 1, el método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio en el presente ejemplo incluyó los siguientes pasos:

1) después de que se descargó la batería de iones de litio de desecho, se congeló por debajo de -60 °C al usar nitrógeno líquido;

2) se desmontó la batería de iones de litio de desecho congelada y se retiró una celda de batería que contiene un electrolito;

3) la celda de batería se sumergió en una solución de hidróxido de litio que contiene un catalizador durante 0,5 h, el núcleo de batería se cubrió con el líquido, la concentración de la solución de hidróxido de litio fue 4 mol/l, el catalizador fue $[(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}]\text{Cl}$ y la concentración fue 50 g/l;

- 4) la celda de batería obtenida después de la reacción en el paso 3) se retiró y se lavó con una solución de hidróxido de litio con una concentración de 4 mol/l para obtener una solución de lavado; la solución de lavado se mezcló con la solución de hidróxido de litio obtenida después de la reacción en el paso 3) para obtener una solución mezclada;
 - 5) la solución mezclada se filtró para obtener el producto filtrado y el residuo de filtro;
 - 6) el residuo de filtro se adicionó a una cantidad suficiente de solución de ácido fluorhídrico, y entonces la mezcla se calentó y se evaporó hasta sequedad para reciclar el exceso de fluoruro de hidrógeno, y se calcinó a una temperatura de 700 °C durante 0,5 h para obtener sal de litio anhidra;
 - 7) de acuerdo con la relación líquido-sólido de 50 ml:1 g, se adicionó sal de litio anhidra en éter dietílico anhidro y la mezcla se colocó en un ambiente cerrado, en el cual el gas PF_5 se introdujo lentamente, de tal forma que la presión de sistema de reacción fue 0,7 Mpa, para reaccionar durante 1 h. Después de que se completó la reacción, la mezcla se calentó a 70 °C y se filtró para obtener un líquido orgánico;
 - 8) el líquido orgánico se congeló a -20 °C para separar los cristales y se filtró para obtener una torta de filtro; y
 - 9) la torta de filtro se secó a 5 °C durante 24 h bajo atmósfera de nitrógeno para obtener hexafluorofosfato de litio.
- El hexafluorofosfato de litio preparado cumple con el requerimiento estándar de “Electrolito de hexafluorofosfato de litio HG/T 4066-2015”.

REIVINDICACIONES

1. Un método para reciclar un electrolito de batería de iones de litio, caracterizado porque comprende los siguientes pasos:

5

1) congelar una batería de iones de litio de desecho después de la descarga; desmontar la batería de iones de litio de desecho congelada para obtener una celda de batería que contiene un electrolito;

10 2) sumergir la celda de batería obtenida en el paso 1) en una solución de hidróxido de litio que contiene un catalizador para reacción;

3) retirar la celda de batería después de la reacción en el paso 2) y lavar la celda de batería con una solución de hidróxido de litio para obtener una solución de lavado; mezclar la solución de lavado con la solución de hidróxido de litio después de la reacción en el paso 2) para
15 obtener una solución mezclada;

4) filtrar la solución mezclada obtenida en el paso 3) para obtener un producto filtrado y un residuo de filtro;

20

5) mezclar el residuo de filtro obtenido en el paso 4) con una solución de ácido fluorhídrico, calentar y evaporar hasta sequedad, y entonces calcinar para obtener una sal de litio anhidra;

6) mezclar la sal de litio anhidra obtenida en el paso 5) con un solvente orgánico, introducir
25 gas PF_5 , hacer reaccionar y filtrar para obtener un líquido orgánico; y

7) congelar y filtrar el líquido orgánico obtenido en el paso 6) para obtener hexafluorofosfato de litio.

30 2. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 1), los componentes del electrolito comprenden al menos uno de carbonato de etileno, carbonato de propileno, carbonato de dimetilo y carbonato de metilo y etilo.

35 3. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 2), el catalizador comprende al menos uno

de sal de amonio cuaternario y metilaminodietanol.

4. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 2), un tiempo de reacción es 0,3 h a 3 h.

5

5. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 5), una temperatura de calcinación es 500 °C a 800 °C; y un tiempo de calcinación es 0,3 h a 3 h.

10 6. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 6), el solvente orgánico comprende al menos uno de acetonitrilo, éter dietílico, pirrol y piridina.

15 7. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 6), una relación líquido-sólido del solvente orgánico a la sal de litio anhidra es (30 a 60) ml: 1 g.

20 8. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 6), una presión de reacción es 0,2 MPa a 0,8 MPa; y un tiempo de reacción es 0,5 h a 3 h.

9. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 6), una temperatura durante la filtración es 40 °C a 80 °C.

25

10. El método para reciclar el electrolito de batería de iones de litio de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso 7), una temperatura de congelación es -40 °C a -10 °C.

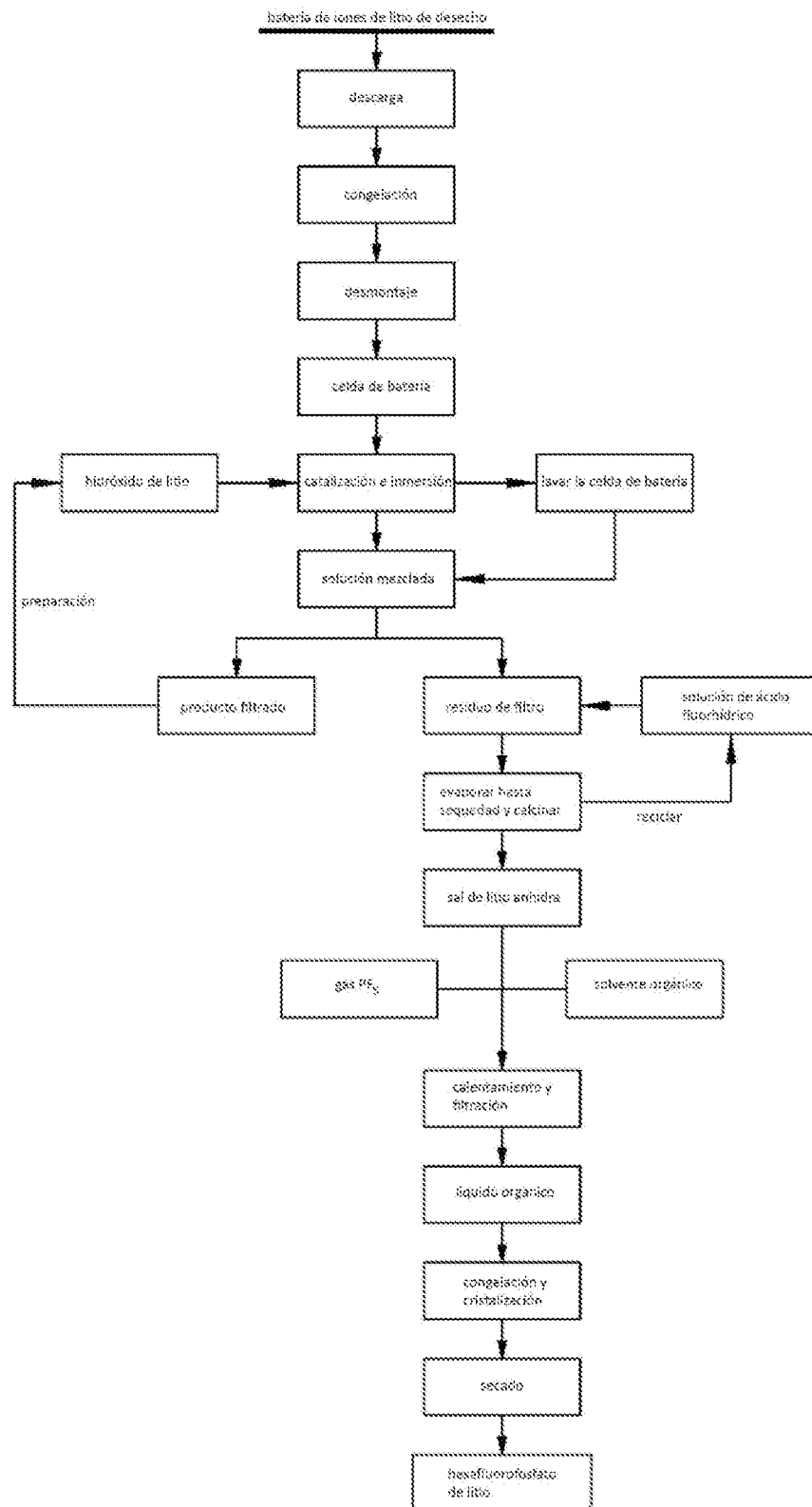


FIGURA 1