



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ



FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química

**Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO_2 por medio de
lixiviación con ácido oxálico**

Tesis que para obtener el grado de:

Maestría en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta:

Barbosa Alonso Víctor Manuel

Director de Tesis: **Dr. José Elías Pérez López**

SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P.

FECHA: Diciembre 2024



UASLP-Sistema de Bibliotecas
Repositorio Institucional Tesis digitales Restricciones de uso
DERECHOS RESERVADOS
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en este Trabajo Terminal está protegido por la Ley Federal de Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos.

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde se obtuvo, mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto o con fines de lucro, reproducción, edición o modificación será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO₂ por medio de lixiviación con ácido oxálico © 2024 by Víctor Manuel Barbosa Alonso is licensed under [Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/)

Este proyecto se realizó en el Laboratorio de Hidrometalurgia adscrito al Instituto de Metalurgia de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí y en el Laboratorio de Polímeros adscrito al Instituto de Física de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, en el periodo comprendido entre julio de 2023 a octubre de 2024, bajo la dirección de Dr. José Elías Pérez López y fue apoyado por Becas Nacional (Tradicional) 2022 – 2 de CONAHCYT.

El programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí pertenece al Sistema Nacional de Posgrados de Calidad (SNP) del CONAHCYT, registro 000896. Número de la beca otorgada por CONAHCYT: 832975. Número de CVU: 1243256.

Los datos del trabajo titulado “Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO_2 por medio de lixiviación con ácido oxálico” se encuentran bajo el resguardo de la Facultad de Ciencias Químicas y pertenecen a la Universidad Autónoma de San Luis Potosí.



Solicitud de Registro de Tesis Maestría

San Luis Potosí SLP a
14/octubre/2024

Comité Académico

En atención a: **Coordinador/a del Posgrado**

Por este conducto solicito a Usted se lleve a cabo el registro de tema de tesis de Maestría, el cual quedo definido de la siguiente manera: Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO₂ por medio de lixiviación con ácido oxálico.

que desarrollará el/la estudiante: Víctor Manuel Barbosa Alonso

bajo la dirección y/o Co-dirección de: Dr. José Elías Pérez López

Asimismo, le comunico que el proyecto en el cual trabajará el alumno involucrará el manejo de animales de experimentación, estudios con seres humanos o muestras derivadas de los mismos, el manejo y/o generación de organismos genéticamente modificados y requiere de aval de Comité de Ética e investigación de la FCQ.

(Complete la opción que aplique en su caso):

() Sí debido a que: _____

() No

(X) No Aplica

Sin otro particular, quedo de Usted.

A T E N T A M E N T E

Víctor Manuel Barbosa Alonso

Dr. José Elías López Pérez



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ



FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química

“Recuperación de Li y Co a partir de baterías de LiCoO₂ por medio de lixiviación con ácido oxálico”

Tesis que para obtener el grado de:

Maestría en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta:

Barbosa Alonso Víctor Manuel

SINODALES:

Presidente:

Dr. Roel Cruz Gaona

Secretario:

Dr. José Elías Pérez López

Vocal:

Dra. Alma Gabriela Palestino

Escobedo

Vocal:

Dr. José Rurik Farías Mancilla

Vocal:

SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P.

FECHA: Diciembre 2024

INTEGRANTES DEL COMITÉ TUTORIAL ACADÉMICO

Dr. José Elías Pérez López: Director de tesis. Adscrito al Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, S.L.P.

Dra. Alma Gabriela Palestino Escobedo: Tutor de tesis. Adscrita al Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, S.L.P.

Dr. Roel Cruz Gaona: Tutor de tesis. Adscrito al Posgrado en Metalurgia e Ingeniería de Materiales de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, S.L.P.

Dr. José Rurik Farías Mancilla: Tutor de tesis. Adscrito al Departamento de Física y Matemáticas del Instituto de Ingeniería y Tecnología de la Universidad Autónoma de Ciudad Juárez, Ciudad Juárez, Chihuahua.



Carta Cesión de Derechos

San Luis Potosí SLP a 14/ octubre /2024

En la ciudad de San Luis Potosí el día 14 del mes de octubre del año 2024 El que suscribe Víctor Manuel Barbosa Alonso Alumno(a) del programa de posgrado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química adscrito a la Facultad de Ciencias Químicas manifiesta que es autor(a) intelectual del presente trabajo terminal, realizado bajo la dirección de: Dr. José Elías Pérez López y cede los derechos del trabajo titulado "Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO₂ por medio de lixiviación con ácido oxálico" a la **Universidad Autónoma de San Luis Potosí**, para su difusión con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir de forma total o parcial texto, gráficas, imágenes o cualquier contenido del trabajo si el permiso expreso del o los autores. Éste, puede ser obtenido directamente con el autor o autores escribiendo a la siguiente dirección victor.mbarbosa@outlook.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Víctor Manuel Barbosa Alonso



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ
Facultad de Ciencias Químicas
Centro de Investigación y Estudios de Posgrado
Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química
Programa de Maestría

Formato M28

Carta de Análisis de Similitud

San Luis Potosí SLP a 14 de noviembre 2024

L.B. María Zita Acosta Nava
Biblioteca de Posgrado FCQ

Asunto: Reporte de porcentaje de similitud de tesis de grado

Por este medio me permito informarle el porcentaje de similitud obtenido mediante Ithenticate para la tesis titulada **Recuperación de Li y Co de baterías de LiCoO₂ por medio de lixiviación con ácido oxálico** presentada por el autor **Víctor Manuel Barbosa Alonso**. La tesis es requisito para obtener el grado de Maestría en el Posgrado en Ciencias en Ingeniería Química. El análisis reveló un porcentaje de similitud de **14%** excluyendo referencias y metodología.

Agradezco sinceramente su valioso tiempo y dedicación para llevar a cabo una revisión exhaustiva de forma de la tesis. Quedo a su disposición para cualquier consulta o inquietud que pueda surgir en el proceso.

Sin más por el momento, le envío un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E

Dr. Erik César Herrera Hernández
Coordinador Académico del Posgrado
en Ciencias en Ingeniería Química

Agradecimientos.

El presente trabajo de investigación fue realizado en el laboratorio de Hidrometalurgia del Instituto de Metalurgia de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí y en el Laboratorio de Polímeros del Instituto de Física de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí con el apoyo de CONACYT a través de la beca de maestría número 832975.

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento al siguiente personal de la universidad por su colaboración, sin la cual este proyecto no habría sido posible:

A la L.Q. Martha Imelda Franco Vázquez por su invaluable orientación y ayuda para realizar diversas pruebas en el laboratorio de hidrometalurgia.

A la Q.B.F. María de Lourdes González González por su apoyo y asesoría para realizar diversas pruebas en el laboratorio de polímeros.

A la L.Q. Izanami López Acosta y al resto del personal del Laboratorio de Análisis Químicos por su apoyo para la realización de análisis químicos por espectroscopía de absorción atómica.

A la M.M.I.M. Rosa Lina Tovar Tovar y a la L.Q. Claudia Hernández Galván por su apoyo en la caracterización de muestras minerales mediante difracción de rayos X.

A Ana Iris Peña Maldonado del Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN) del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica (IPICYT).

Dedicatoria.

Quiero dedicar esta tesis con profundo cariño y gratitud a mis padres, a mi hermano Carlos y a mi novia Fer, quiénes han sido un pilar muy importante para mí y siempre me han apoyado incondicionalmente. Sin ellos no hubiera logrado llegar hasta aquí.

Agradezco especialmente al Dr. Elías Pérez por brindarme la oportunidad de unirme a su grupo de trabajo y por adentrarme a estudiar un área desconocida para mí, que hoy me ha permitido crecer tanto profesional como personalmente. También quiero agradecer al Dr. Roel Cruz Gaona por su valiosa guía, conocimientos y su constante disposición para apoyarme en cada etapa de este proyecto.

A mis compañeros de maestría y de laboratorio; Antonio, Mariana, Jitzell, Edgar, Alonso y Abel, gracias por su amistad y su ayuda a lo largo de este camino. También agradezco a Luis Navarro por su confianza en mí, dándome la oportunidad de aplicar mis conocimientos en la práctica, permitiéndome crecer profesionalmente.

Finalmente, agradecer a mis amigos, quienes han estado a mi lado durante muchos años, compartiendo buenos momentos y brindándome su apoyo incondicional. Los nombro con afecto, sin seguir un orden en particular: Arroyo, Daniel, Roberto, Fer Torres, Arturo Robledo, Diana, Lupita, Arturo Sánchez, Valeria y Mario.

Resumen

Este trabajo estudia un método de reciclaje de baterías de LiCoO_2 mediante un proceso de lixiviación con ácido oxálico. Este ácido forma oxalato de litio, el cual es soluble, y oxalato de cobalto, el cual se precipita, simplificando la separación posterior. Este método incluye un pretratamiento para extraer el material catódico de LiCoO_2 , la optimización de la lixiviación a través de un diseño de experimentos tipo Box-Behnken, la recuperación de ácido oxálico, y la conversión de los productos de litio y cobalto en formas útiles para la fabricación de nuevas baterías.

El pretratamiento consistió en un desmantelamiento, tratamiento térmico, trituración y clasificación del material por tamaño de partícula, lo que permitió recuperar el LiCoO_2 de manera segura y con menos impurezas. Durante la lixiviación, se logró recuperar el 96% del litio y 99% de cobalto en dos etapas bajo condiciones de 80°C , 2 horas y una concentración de ácido oxálico 2.1M. Se logró recuperar el 51% del ácido oxálico del oxalato de cobalto mediante una lixiviación con HCl 5M, seguido de una cristalización por enfriamiento a 4°C . Se logró precipitar el 71% de litio como Li_2CO_3 y el 99.3% de cobalto como $\text{Co}(\text{OH})_2$. El estudio demuestra que este método es una opción eficiente para reincorporar litio y cobalto en nuevas baterías. Este estudio resulta relevante al demostrar que el uso de ácido oxálico tiene el potencial de simplificar los procesos hidrometalúrgicos convencionales, facilitando las etapas posteriores de separación.

Palabras Clave: baterías, recuperación, litio, cobalto, ácido oxálico.

Abstract

This work studies a recycling method for LiCoO_2 batteries through a leaching process with oxalic acid. This acid produces lithium oxalate, which is soluble, and cobalt oxalate, which precipitates, simplifying subsequent separation. This method includes a pretreatment to extract the cathode material from LiCoO_2 , optimization of leaching through a Box-Behnken design of experiments, recovery of oxalic acid, and conversion of the lithium and cobalt into products which can be used for the manufacture of new batteries.

The pretreatment consisted of dismantling, heat treatment, crushing and classification of the material by particle size, which allowed the LiCoO_2 to be recovered safely and with fewer impurities. During leaching, 96% of the lithium and 99% of cobalt were recovered in two stages under conditions of 80°C , 2 hours and a concentration of 2.1M oxalic acid. It was possible to recover 51% of the oxalic acid from cobalt oxalate by leaching with 5M HCl, followed by crystallization by cooling to 4°C . It was possible to precipitate 71% of lithium as Li_2CO_3 and 99.3% of cobalt as $\text{Co}(\text{OH})_2$. The study demonstrates that this method is an efficient alternative to reincorporate lithium and cobalt into new batteries. This study is significant as it demonstrates that the use of oxalic acid has the potential to simplify conventional hydrometallurgical processes by facilitating subsequent separation stages.

Keywords: batteries, recovering, lithium, cobalt, oxalic acid.

Contenido

1.	INTRODUCCIÓN.	16
2.	ANTECEDENTES.	18
2.1.	Baterías de Li.	18
2.2.	Materiales Catódicos.	19
2.3.	Litio (Li).	21
2.4.	Cobalto (Co).	22
2.5.	Problemas con disposición.	23
2.6.	Legislación.	23
2.7.	Métodos de reciclaje.	25
2.8.	Lixiviación con ácidos inorgánicos.	28
2.9.	Lixiviación con ácidos orgánicos.	28
2.10.	Ácido Oxálico.	29
2.11.	Diagramas de Pourbaix.	31
3.	JUSTIFICACIÓN.	32
4.	HIPÓTESIS.	32
5.	OBJETIVO GENERAL.	32
5.1.	Objetivos Específicos.	33
6.	MATERIALES Y MÉTODOS.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.	Pretratamiento.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.1.	Recolección.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.2.	Descarga.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.3.	Desmantelamiento.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.4.	Identificación de cátodos.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.5.	Tratamiento térmico.	¡Error! Marcador no definido.
6.1.6.	Trituración y clasificación por tamaño de partícula.	¡Error! Marcador

no definido.

- 6.2. Caracterización del material catódico. **¡Error! Marcador no definido.**
- 6.3. Lixiviación con ácido oxálico. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 6.3.1. Diseño de experimentos. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 6.3.2. Procedimiento de lixiviación..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 6.3.3. Caracterización de los productos de lixiviación.. **¡Error! Marcador no definido.**
- 6.4. Recuperación de Ácido oxálico del precipitado..... **¡Error! Marcador no definido.**
- 6.5. Modificación de productos en materiales precursores de baterías de litio. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 6.5.1. Precipitación de Litio. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 6.5.2. Precipitación de Cobalto..... **¡Error! Marcador no definido.**
- 7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1. Pretratamiento. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.1. Recolección..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.2. Descarga. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.3. Desmantelamiento..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.4. Identificación de cátodos. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.5. Tratamiento térmico..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.1.6. Trituración y Clasificación..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.2. Caracterización de Material Catódico. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.3. Lixiviación con ácido oxálico. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.3.1. Diseño de experimentos. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.3.2. Optimización. **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.3.3. Segunda Etapa de Lixiviación..... **¡Error! Marcador no definido.**
 - 7.3.4. Análisis UV-VIS del lixiviado. **¡Error! Marcador no definido.**

7.3.5.	Análisis por FTIR-ATR del precipitado.....	¡Error! Marcador no definido.
7.3.6.	Análisis de Difracción de Rayos X del precipitado..	¡Error! Marcador no definido.
7.4.	Recuperación de ácido oxálico.	¡Error! Marcador no definido.
7.4.1.	Lixiviación de oxalato de cobalto con HCl.....	¡Error! Marcador no definido.
7.4.2.	Cristalización de ácido oxálico.....	¡Error! Marcador no definido.
7.5.	Modificación de productos en materiales precursores de baterías de litio.	¡Error! Marcador no definido.
7.5.1.	Precipitación de Cobalto.....	¡Error! Marcador no definido.
7.5.2.	Precipitación de Litio.	¡Error! Marcador no definido.
7.6.	Caso de estudio.	¡Error! Marcador no definido.
8.	CONCLUSIONES.	¡Error! Marcador no definido.
9.	BIBLIOGRAFÍA.	¡Error! Marcador no definido.
10.	ANEXOS.....	¡Error! Marcador no definido.

1. INTRODUCCIÓN.

En la actualidad, las baterías de litio (Li) dominan el mercado global debido a su alto desempeño energético en comparación con otros tipos de baterías. Entre sus principales ventajas se encuentran su alta densidad energética, baja tasa de autodescarga, mayor eficiencia en los ciclos de carga y descarga, y un largo tiempo vida útil (Deng & Aifantis, 2023). Estas características han consolidado el uso de las baterías de litio en diferentes aplicaciones; tales como dispositivos electrónicos, vehículos eléctricos e híbridos y sistemas de almacenamiento de energía.

La superioridad de las baterías de litio radica en las propiedades únicas del litio, un elemento químico con bajo peso molecular y con un alto potencial electroquímico, confiriéndole una densidad energética superior en comparación con otros tipos de baterías (Yamaki, 2009). Las baterías están conformadas por cuatro componentes principales: cátodo, ánodo, separador y electrolito. El cátodo es el elemento que contiene el litio en forma de óxido, el cual es reforzado con algún otro metal, tales como cobalto (Co), níquel (Ni) y manganeso (Mn). Estos metales contribuyen a mejorar las propiedades del material catódico dependiendo de los requisitos de desempeño de la batería. El material catódico más utilizado en dispositivos electrónicos es el óxido de litio y cobalto (LiCoO_2) debido a su excelente rendimiento energético y durabilidad (Zeng et al., 2014).

En los últimos años, el auge del mercado de las baterías de litio ha generado preocupaciones debido al impacto ambiental que presentan al final de su vida útil; así como la disponibilidad de los materiales necesarios para su fabricación. Las tasas de reciclaje de baterías de litio en economías desarrolladas, como la Unión Europea y los Estados Unidos, son muy bajas, alcanzando solo un 5 % (Jacoby, 2019). Por otra parte, si no se invierte en la extracción y en el desarrollo de nuevas

tecnologías de recuperación de materiales de las baterías, la industria global podría enfrentar una escasez de litio y cobalto en los próximos años (International Energy Agency, 2022). Sin embargo, estos problemas representan un área de oportunidad en los ámbitos de investigación y de negocios. Las baterías usadas contienen concentraciones más altas de litio y cobalto que las fuentes naturales. Según la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2023), se necesitarían reciclar entre 5 y 15 toneladas de baterías para recuperar una tonelada de cobalto, y 28 toneladas para obtener una tonelada de litio. En comparación, para obtener una tonelada de cobalto se requiere de 300 toneladas de mineral proveniente de la naturaleza; y para una tonelada de litio se necesitan procesar 750 toneladas de salmuera natural. Por lo tanto, el reciclaje de baterías de litio representa una oportunidad para impulsar la sostenibilidad y fomentar una economía circular.

En los últimos años, se han estudiado diferentes procesos para el reciclaje de baterías de litio, entre los que se encuentran los pirometalúrgicos, hidrometalúrgicos y el reciclaje directo. Los procesos pirometalúrgicos consisten en fundir las baterías en hornos que operan a altas temperaturas, y así formar aleaciones. Los procesos hidrometalúrgicos implican la disolución de los metales en ácidos, seguidos de su separación por medio de una extracción con solventes y posteriormente una precipitación. Por su parte, el reciclaje directo tiene como objetivo recuperar y restaurar los componentes de las baterías sin descomponerlos ni sintetizarlos nuevamente. Entre estos procesos, los hidrometalúrgicos han destacado ya que requieren un menor consumo energético, y permiten recuperar una mayor variedad de materiales con una alta pureza.

Dentro del enfoque de los procesos hidrometalúrgicos, la etapa de lixiviación se puede realizar con ácidos inorgánicos u orgánicos. La lixiviación con ácidos inorgánicos está basada en la capacidad que presentan para disolver los metales presentes en los minerales. Por otro lado, los ácidos orgánicos contienen grupos funcionales que pueden formar complejos con los metales, facilitando su disolución y extracción. Uno de los ácidos orgánicos más prometedores es el ácido oxálico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), el cual puede actuar como agente lixivante, reductor y precipitante. Estas características permiten que los procesos de lixiviación, separación y precipitación ocurran simultáneamente (Verma et al., 2019). Durante la lixiviación utilizando

ácido oxálico, metales como el litio tienden a formar compuestos de oxalato solubles; mientras que otros, como el cobalto, precipitan como oxalatos insolubles. El uso de ácido oxálico tiene el potencial de simplificar los procesos hidrometalúrgicos convencionales, facilitando la separación posterior a la lixiviación y disminuyendo los costos del proceso.

Por lo anteriormente descrito, el presente trabajo propone un método eficiente de lixiviación selectiva con ácido oxálico con el objetivo de recuperar litio y cobalto a partir de baterías de LiCoO_2 . Donde, una vez recuperados el litio y el cobalto, estos puedan ser utilizados para la fabricación de nuevos cátodos de baterías de litio.

2. ANTECEDENTES.

2.1. Baterías de Li.

Las baterías son dispositivos electroquímicos capaces de convertir energía química en eléctrica y viceversa. Éstas consisten en dos o más celdas electroquímicas conectadas entre sí, las cuales convierten la energía química en eléctrica a partir de reacciones electroquímicas en los electrodos (Pistoia, 2005). Una batería típica consta de cuatro elementos principales: cátodo, ánodo, electrolito y separador. El cátodo, electrodo positivo, recibe electrones del circuito externo durante la descarga. Por otra parte, el ánodo, electrodo negativo, libera electrones hacia el circuito externo durante el mismo proceso. El electrolito actúa como puente entre el ánodo y el cátodo, manteniendo el balance de cargas entre ellos. Mientras que el separador es una barrera permeable que previene cortocircuitos al mantener una separación física entre el cátodo y el ánodo.

Las baterías de litio comerciales aprovechan la capacidad del litio para almacenar y liberar energía mediante el proceso electroquímico de intercalación del litio. Durante el proceso de carga de una batería de litio, los iones litio (Li^+) se desintercalan del material catódico, liberando electrones hacia el circuito externo. Posteriormente, los Li^+ se intercalan en la estructura del ánodo, donde por medio de un electrón proveniente del circuito externo, vuelven a su estado atómico original, permitiendo así el almacenaje de energía química. Por otra parte, durante el proceso de descarga, los Li^+ se desintercalan de la estructura del material anódico y regresan a la estructura del cátodo (Korthauer, 2018). Al mismo tiempo,

en el ánodo se libera un electrón hacia el circuito eléctrico para suministrar electricidad en algún dispositivo electrónico. Este proceso se puede observar en la **Figura 1**.

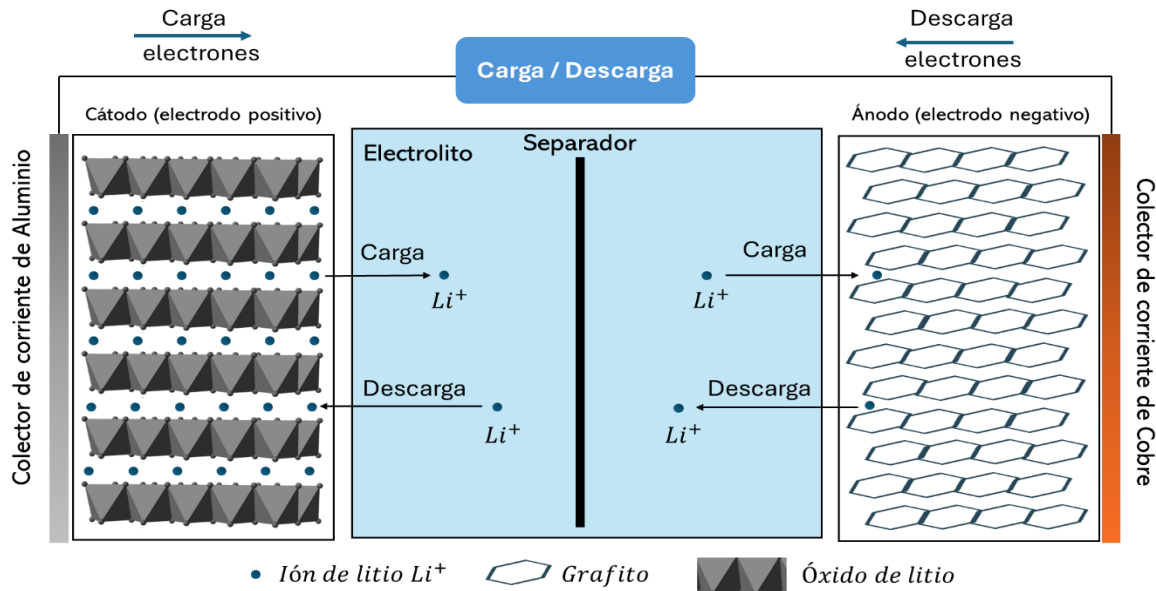


Figura 1. Diagrama de funcionamiento de batería de litio.

Los componentes principales de las baterías de litio tienen diferentes composiciones. Los cátodos se componen de óxidos de litio como el óxido de litio y cobalto ($LiCoO_2$), el óxido de litio y manganeso ($LiMn_2O_4$) y el fosfato de litio y hierro ($LiFePO_4$), mientras que los ánodos se fabrican utilizando grafito. Los electrolitos consisten en sales de litio disueltas en solventes orgánicos, y los separadores están hechos de polímeros.

En la fabricación de las celdas, el primer paso es la elaboración de los electrodos. El cátodo se fabrica revistiendo una lámina delgada de aluminio con una mezcla de negro de carbono (aditivo conductor), fluoruro de polivinilideno (aglutinante), n-metil-2-pirrolidona (solvente) y el óxido de litio correspondiente. Posterior al revestimiento, el cátodo es calentado para evaporar el solvente. Por otro lado, los ánodos son fabricados de manera similar utilizando una lámina delgada de cobre con una mezcla de grafito y fluoruro de polivinilideno. Las láminas de los electrodos positivo y negativo son intercaladas con separadores en forma de "sándwich", enrollándose e introduciéndose en una carcasa (Yamaki, 2009). Antes de sellar la celda, ésta se llena con el electrolito adecuado.

2.2. Materiales Catódicos.

Los cátodos se pueden fabricar con diferentes óxidos de litio dependiendo de los requerimientos de las baterías. Los cátodos son los componentes más valiosos de las baterías debido a los materiales que lo conforman. Los materiales más utilizados son LiMn_2O_4 (LMO), LiFePO_4 (LFP), $\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y}\text{O}_2$ (NMC) y LiCoO_2 (LCO).

2.2.1. LiMn_2O_4 – Óxido de litio y manganeso (LMO).

El óxido de litio y manganeso (LiMn_2O_4) es un compuesto con una estructura cristalina de tipo espinela. Esta estructura confiere una mayor estabilidad térmica y facilita el flujo de iones de litio en la celda, permitiendo una carga y descarga rápida (Hannan et al., 2018). Además, sus componentes son más baratos que otros materiales catódicos que incluyen Co y Ni. Sin embargo, este material presenta limitaciones; como un límite de capacidad de almacenamiento de energía de aproximadamente 120 mAh/g y una mayor pérdida de carga durante los ciclos de carga y descarga, la cual es atribuida a la desintegración del manganeso en el electrolito debido a las altas temperaturas (Gandoman et al., 2019). El LiMn_2O_4 encuentra su principal aplicación en herramientas eléctricas, sistemas de almacenamiento de energía y vehículos eléctricos.

2.2.2. LiFePO_4 – Fosfato de litio y hierro (LFP).

El fosfato de litio y hierro (LiFePO_4) es un compuesto con una estructura cristalina de tipo olivino. Este material se destaca por ser económico, altamente seguro y amigable con el ambiente. Su estructura de olivino le otorga una baja resistencia eléctrica, lo que se traduce en un tiempo de vida útil prolongado y una capacidad de carga mejorada. Además, es altamente estable en condiciones de sobrecarga, pudiendo operar en un amplio rango de temperaturas, desde $-30\text{ }^\circ\text{C}$ hasta $60\text{ }^\circ\text{C}$, y sus componentes son económicos y no tóxicos (Huang et al., 2006). Sin embargo, su capacidad específica, aproximadamente 150 mAh/g, y su voltaje de operación, 3.5 V, son inferiores en comparación con otros materiales catódicos (Zanoletti et al., 2024). Las baterías de LiFePO_4 tienen aplicaciones en herramientas y vehículos eléctricos, debido a su seguridad, fiabilidad y respeto

medioambiental.

2.2.3. $\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_{1-x-y}\text{O}_2$ – Óxido de litio-cobalto-níquel-manganeso (NMC).

Este óxido de litio conformado por una mezcla de níquel, manganeso y cobalto es uno de los más demandados por la industria. Este material catódico tiene una estructura en capas y exhibe un buen desempeño energético. La cantidad de Ni, Co y Mn necesarios en el cátodo se determina en función de los requisitos de la batería. Una mayor concentración de níquel mejora la capacidad de descarga de la batería, una mayor presencia de manganeso mejora la estabilidad y una mayor cantidad cobalto mejora la eficiencia de carga y descarga de la batería (Warner, 2019). Las baterías de NMC son las preferidas en la industria de vehículos eléctricos debido a su alta capacidad energética de 160 mAh/g y su alto voltaje de operación de 3.9 V (Huang et al., 2022). A pesar de su excelente desempeño, estas baterías son muy costosas debido al precio del níquel y cobalto.

2.2.4. LiCoO_2 – Óxido de litio y cobalto (LCO).

El LiCoO_2 se destaca como el material más utilizado en baterías de litio actualmente. Este material tiene una estructura en capas que le permite alcanzar una alta energía específica de 142 mAh/g y un alto voltaje de operación entre 3.8-4.2 V (Eftekhari, 2019). El LiCoO_2 presenta limitaciones, como una vida útil relativamente corta, baja estabilidad térmica y capacidad de carga limitada (Buchmann, 2016). Debido al costo elevado del cobalto, se han hecho esfuerzos para reducir la cantidad de cobalto utilizada en las celdas y/o reemplazarlo con otros elementos. A pesar de esto, la presencia del LiCoO_2 sigue siendo significativa en el mercado global de baterías, siendo el más utilizado para dispositivos portátiles como celulares y computadores portátiles.

2.3. Litio (Li).

El litio es el componente más importante para la fabricación de baterías de litio, ya que el almacenamiento de energía depende de la presencia de este material en las baterías. El litio es el elemento metálico con menor peso molecular y es fuertemente electropositivo, haciéndolo muy reactivo. Este elemento se considera

moderadamente abundante al estar presente con una abundancia de 65 partes por millón en la corteza terrestre. Los principales depósitos de litio se encuentran en forma de salmueras, arcillas y en el agua de mar. Los depósitos de salmuera representan el 66% de las reservas de litio a nivel mundial, y la extracción de litio a partir de salmueras es la opción más rentable (Dirección General de Desarrollo minero, 2018).

El mercado de litio tuvo un valor de \$8.20 billones de dólares en 2023, proyectándose un crecimiento anual del 12.8 % para el período 2024-2030 (Grand View Research, 2024). Las reservas mundiales de litio se estiman en alrededor de 105 millones de toneladas, principalmente ubicadas en Bolivia, Chile, Argentina y Australia (US Geological Survey, 2024). Sin embargo, la extracción de litio requiere de grandes cantidades de agua, y los países con mayores reservas de litio tienen problemas de estrés hídrico. Por otro lado, debido al incremento en la demanda de litio y a pesar de las inversiones en la extracción de grandes cantidades, se espera una escasez de este elemento a partir del 2028 (International Energy Agency, 2022). Por ende, se deben estudiar fuentes alternativas a las salmueras y nuevos métodos para la extracción de litio.

2.4. Cobalto (Co).

El cobalto es uno de los componentes principales en la fabricación de cátodos para baterías de litio. Éste es un elemento metálico duro pero quebradizo con tonalidad gris plateado.

El mercado del cobalto estuvo valorado en \$15.81 billones de dólares en 2022 y tiene una proyección de crecimiento anual del 5.8 % para el período 2024-2032 (Grand View Research, 2024). El cobalto es empleado principalmente en la producción de baterías para carros eléctricos, aunque también tiene aplicaciones en la industrias médica y aeroespacial. Las reservas mundiales de cobalto fácilmente extraíbles, estimadas en 8.3 millones de toneladas, se ubican principalmente en Australia, Congo, Cuba, Indonesia y Rusia (US Geological Survey, 2023).

El país con la mayor producción de cobalto es Congo, donde la explotación de este mineral se lleva a cabo de manera artesanal en pequeñas minas y en

condiciones laborales precarias, con casos de trabajo infantil, largas jornadas laborales y falta de medidas de seguridad adecuadas. Además, las comunidades locales enfrentan problemas de salud debido a la exposición a productos químicos tóxicos utilizados durante la extracción de cobalto. Esta situación se agrava con la vinculación de la extracción de cobalto con conflictos armados por el control de este recurso mineral. A pesar de los esfuerzos por sustituir al cobalto por otros elementos más económicos para producir baterías de litio, la creciente demanda y la previsión de escasez de cobalto a partir del 2025 (International Energy Agency, 2022) plantean desafíos en la cadena de producción de nuevas baterías de litio.

2.5. Problemas con disposición.

Se estima que menos del 1 % de las baterías de litio se reciclan al final de su vida útil (Yanamandra et al., 2022). Esta tasa baja de reciclaje indica que la mayoría de las baterías de litio son confinadas o desechadas en vertederos no regulados. La gestión de las baterías de litio desechadas depende de las regulaciones de cada país. Mientras que en algunos países hay sistemas de recolección bien definidos y regulados, en otros no existe legislación alguna. Por lo general, las baterías de litio de menor tamaño son recolectadas en puntos designados o por medio de centros de recolección de basura electrónica y residuos peligrosos; donde posteriormente son transportadas a centros de reciclaje o confinamiento.

A pesar de llevarse a cabo el confinamiento, existe el riesgo de incendio el cual puede provocar la liberación de polvos y gases peligrosos al ambiente (Mrozik et al., 2021). Además, las baterías también pueden terminar en vertederos no regulados donde también existe el riesgo de incendio, y además la corrosión de las baterías puede liberar sustancias peligrosas como el electrolito y metales pesados, que pueden contaminar los suelos y el agua (Mrozik et al., 2021). La problemática del manejo actual de las baterías de litio al finalizar su vida útil, plantea la necesidad de investigar y desarrollar tecnologías de reciclaje más avanzadas para evitar un mayor impacto en el medio ambiente.

2.6. Legislación.

2.6.1. Estados Unidos.

La legislación en Estados Unidos no se ha actualizado para atender el reciclaje de baterías de litio. La única normativa vigente es el acta de Baterías de 1996, que se centra en baterías de Ni-Cd y plomo-ácido. Esta ley estandariza el etiquetado de las baterías, prohíbe la fabricación de cierto tipo de baterías que contienen mercurio y establece programas educativos para el reciclaje de baterías. Pocos estados de Estados Unidos han actualizado sus políticas para reciclar baterías de litio. Estas actualizaciones incluyen la responsabilidad de los fabricantes en asumir los costos asociados con la recolección, reciclaje y disposición de las baterías recargables, la reducción del contenido de sustancias peligrosas y la provisión de información clara para el reciclaje de baterías.

En 2022 se presentó la Iniciativa Estadounidense Sobre Materiales Para Baterías y se implementó la Ley de Reducción de Inflación. Estas regulaciones buscan mitigar los efectos del cambio climático, fomentar el uso de energías renovables y fortalecer las cadenas de suministro domésticas de baterías. La Iniciativa Estadounidense Sobre Materiales Para Baterías busca producir 2 millones de baterías para vehículos eléctricos y establecer una producción doméstica de los materiales necesarios para fabricarlas (The White House, 2022).

La ley de Reducción de Inflación otorga incentivos tanto a fabricantes como compradores de vehículos eléctricos (Inflation Reduction Act, 2022). Sin embargo, para ser elegibles a estos incentivos, los componentes de las baterías usadas en estos vehículos deben ser adquiridos de manera que se fortalezcan las líneas de suministro de Estados Unidos. Se estima que para los años 2027 y 2029, el 80 % y 100 % de materiales esenciales para las baterías deben ser extraídos, procesados o reciclados en Estados Unidos o en países con tratados de libre comercio con Estados Unidos. A partir de 2024, solo podrán aplicar a estos incentivos los vehículos eléctricos que cumplan con estos requisitos.

2.6.2. Unión Europea.

Los países de la Unión Europea han demostrado un mayor progreso en el ámbito del reciclaje de baterías de litio. La Unión Europea estableció un Reglamento Relativo a Pilas y Baterías y sus Residuos (2023) y la Directiva Sobre

Residuos de Aparatos Eléctricos y Electrónicos (2012) para abordar este tema. Estos reglamentos establecen esquemas de recolección de baterías al final de su vida útil, a través de puntos de recolección y la responsabilidad financiera de los fabricantes de baterías para cubrir los costos de recolección, tratamiento, reciclaje y disposición.

En 2020 se presentó una modificación al reglamento que establece como objetivo de recolección el 65 % de las baterías de litio para el 2025. Además, para el 2025 se han fijado tasas de recuperación entre el 90-95 % para cobalto, cobre y níquel y entre el 35-70 % para el litio. Así mismo, se establecieron nuevos requerimientos para la fabricación de baterías que incluyen un etiquetado más amplio, un pasaporte para baterías con capacidades mayores a 2 kWh, contenidos mínimos de material reciclado para nuevas baterías industriales y de automóviles y estándares de rendimiento y durabilidad mínima.

En 2020, la comisión europea propuso un nuevo etiquetado que deberá incluir información del fabricante, tipo de batería, modelo de batería, composición química, sustancias peligrosas, huella de carbono, materiales recuperados y materias primas críticas contenidas. Esta información debería ir en la parte externa de las baterías o en un código.

2.6.3. China.

China es líder en la implementación de políticas de reciclaje de baterías de litio. Desde 2016, con la introducción de la Política de Técnicas de Prevención de la Contaminación de Baterías Residuales, el país estableció medidas para mitigar el impacto de las baterías de litio desechadas, además de imponer la responsabilidad extendida a los fabricantes (Sun et al., 2021). Estas políticas se han actualizado con el tiempo, abarcando la necesidad de que los fabricantes diseñen baterías de fácil desensamble, la obligación de proporcionar información sobre el tratamiento de las baterías, y promover la reutilización de las baterías, estableciendo objetivos de recuperación de materiales del 98 % para Ni, Co y Mn, 85 % para Li y 97 % para tierras raras y otros metales (Neumann et al., 2022).

2.7. Métodos de reciclaje.

2.7.1. Pirometalúrgicos.

Estos métodos se basan en la exposición de las baterías a temperaturas elevadas con el objetivo de tratar los óxidos metálicos, permitiendo la recuperación y separación de sus diferentes componentes. En este tipo de procesos, las baterías son introducidas en un horno a altas temperaturas para producir aleaciones sin ningún pretratamiento.

Los principales pasos de este proceso incluyen el precalentamiento, pirólisis y fundición (Zhou et al., 2020). Durante el precalentamiento, la temperatura se incrementa a 300 °C para evaporar los compuestos orgánicos y el electrolito. En la etapa de pirólisis, la temperatura es elevada hasta 700 °C con el objetivo de eliminar los plásticos presentes en las baterías. Finalmente, en la fase de fundición, la temperatura aumenta alrededor de 1500 °C para formar aleaciones de cobalto, cobre, níquel y hierro, mientras que el litio y el aluminio se separan como escoria (Zanoletti et al., 2024). Durante estos procesos se puede incorporar carbón como agente reductor y agente formador de escoria. Además, los componentes orgánicos presentes en las baterías se pueden aprovechar en la minimización del consumo energético (Neumann et al., 2022).

A pesar de las ventajas de estos procesos, en términos de simplicidad y requerimientos operacionales mínimos, aún presentan desafíos importantes. Estos procesos implican un alto consumo energético y la obtención de metales con baja pureza. Así mismo, estos procesos generan gases contaminantes y producen escorias que contienen litio. Donde, para recuperar el litio de la escoria y refinar las aleaciones, resulta necesario recurrir a procesos de refinación adicionales.

2.7.2. Hidrometalúrgicos.

Los procesos hidrometalúrgicos implican el uso de disolventes con el fin de recuperar y separar los componentes de las baterías. Estos procesos consisten generalmente de tres etapas: lixiviación, extracción con solventes y precipitación. En estos procesos, las baterías requieren un pretratamiento, generalmente consiste en; descarga, desmantelamiento y trituración de las baterías. En algunos casos, en la fase de pretratamiento se pueden aplicar procesos de pirólisis, con el objetivo de

eliminar los plásticos, componentes orgánicos y el electrolito presentes en las baterías.

Durante la lixiviación, usualmente se emplean soluciones de ácidos inorgánicos como ácido sulfúrico (H_2SO_4) y ácido clorhídrico (HCl) para disolver los metales presentes en las baterías. En años recientes, se ha investigado el uso de ácidos orgánicos como el ácido oxálico ($H_2C_2O_4$), ácido cítrico ($C_6H_8O_7$) y ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$), los cuales tienden a disolver metales y algunos pueden formar especies solubles e insolubles que facilitan su separación.

Una vez que los metales en solución se encuentran disueltos, se realiza una extracción con solventes para separarlos y de esta forma obtener productos con elevada pureza. En esta fase, es aprovechada la diferencia de solubilidad de los iones metálicos en los diferentes solventes, facilitando la separación de estos. Por lo general, en la separación de metales como cobalto y níquel, se emplean solventes orgánicos no polares como el Cyanex 272, favoreciendo a que el litio permanezca en la solución acuosa. Finalmente, los metales separados son precipitados mediante la adición de agentes precipitantes, así como el ajuste del pH y de la temperatura, esto con el fin de disminuir la solubilidad de las especies presentes en la solución y facilitar su separación.

Entre las ventajas de estos procesos se encuentran; minimización del consumo energético, gran versatilidad, obtención de productos de elevada pureza y alta eficiencia de recuperación. No obstante, también presentan desventajas, como la producción de agua altamente ácida y contaminada, y la producción de gases peligrosos como gas cloro (Cl_2), óxidos de nitrógeno (NO_x) y óxidos de azufre (SO_x) durante la lixiviación ácida. Así mismo, estos procesos requieren varias secuencias operacionales y un pretratamiento para las baterías. Los procesos hidrometalúrgicos a menudo se combinan con procesos pirometalúrgicos para obtener las ventajas de ambos tipos de procesos.

2.7.3. Reciclaje Directo

El reciclaje directo es un proceso de regeneración de las propiedades del material activo en los cátodos. Este método consiste en reintroducir litio en el material catódico degradado para restaurar su composición química y corregir defectos estructurales (Wei et al., 2023). Se han explorado diferentes métodos para

llevar a cabo este proceso, los cuales generalmente incluyen la recuperación del material catódico, la eliminación del aglutinante, la reintroducción del litio en el material degradado y un tratamiento térmico final (Larouche et al., 2020).

Entre las ventajas de estos procesos destacan su menor consumo energético, su seguridad, la alta tasa de regeneración, su rapidez y su menor consumo de reactivos. Sin embargo, también presentan desventajas como su complejidad, la gran cantidad de requerimientos operacionales necesarios y la falta de claridad sobre el tiempo de vida útil de los materiales regenerados.

2.8. Lixiviación con ácidos inorgánicos.

Los agentes lixiviantes más utilizados en la industria extractiva son los ácidos inorgánicos tales como el H_2SO_4 , HCl , H_3PO_4 , HNO_3 , entre otros. Numerosos estudios se han realizado para lixiviar diferentes tipos de baterías con ácidos inorgánicos. Guimarães et al. (2022) lograron una recuperación del 90% de níquel, cobalto y manganeso de baterías de $\text{LiNi}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1}\text{O}_2$ con ácido sulfúrico (1 M) a 50°C durante 1 hora, con una relación sólido/líquido 1:10 y sin uso de un agente reductor. Shuva & Kurny (2013) obtuvieron una recuperación del 89% del litio y cobalto de baterías de LiCoO_2 mediante una solución de HCl (3M) y peróxido de hidrógeno al 3.5% a 80°C durante 1 h y una relación sólido líquido de 1:20 (g/mL). Pinna et al. (2019) lograron disolver 99% del LiCoO_2 a 90°C durante 1 h, con una relación sólido-líquido de 8 g/L y utilizando una solución de ácido fosfórico al 2% (v/v) y peróxido de hidrógeno al 2% (v/v).

Si bien el uso de ácidos inorgánicos presenta ventajas como su bajo costo, disponibilidad y alta efectividad de disolución, su uso conlleva riesgos y desventajas. Los ácidos orgánicos no son selectivos en la disolución de componentes, haciendo necesarios procesos de separación posteriores. Por otro lado, estos compuestos pueden producir gases contaminantes y peligrosos como gases SO_x y gas cloro, lo que representa un riesgo para el ambiente. Además, su alta corrosividad puede afectar a los equipos utilizados, acortando su vida útil y aumentando los costos de mantenimiento.

2.9. Lixiviación con ácidos orgánicos.

El uso de ácidos orgánicos se investigó a partir de la necesidad de buscar alternativas más amigables con el ambiente en comparación con los ácidos inorgánicos tradicionales. Ácidos orgánicos como el ácido cítrico, tartárico, láctico y ascórbico han sido objeto de estudio en este sentido. En una investigación realizada por Xu et al. (2021) se lograron recuperaciones del 99.5% cobalto y 97% de litio empleando una solución compuesta por ácido cítrico (1.5 M), ácido salicílico (0.2 M) y peróxido de hidrógeno al 6% (v/v) a 90°C durante 90 minutos y una relación sólido/líquido de 15g/L. He et al. (2017) informaron una recuperación de 99.07% de litio y 98.64% de cobalto de baterías de NMC utilizando una solución de ácido tartárico (2 M) y peróxido de hidrógeno al 4% (v/v) a 70°C durante 30 minutos, con una relación sólido líquido de 17 g/L. Santhosh & Nayaka (2021) obtuvieron una recuperación de 99% de litio y 98% de cobalto mediante una solución de ácido láctico (0.5 M) y ácido ascórbico (0.02 M) a 90°C durante 6 h y una relación sólido/líquido de 2 g/L.

A pesar de que los ácidos orgánicos tienen un costo superior al de los ácidos inorgánicos, estos tienen varios beneficios. Los ácidos orgánicos son menos dañinos para el ambiente debido a que son biodegradables, no emiten gases tóxicos al ser utilizados como agentes lixiviantes y pueden ser reciclados (Meshram et al., 2020). Por otro lado, algunos ácidos orgánicos como el ácido oxálico y el ácido ascórbico, pueden ser lixiviantes selectivos al formar especies insolubles y agentes reductores (Verma et al., 2020). Esto simplifica los procesos de separación posteriores y evita la necesidad de tener que usar un agente reductor en el proceso de lixiviación.

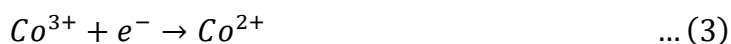
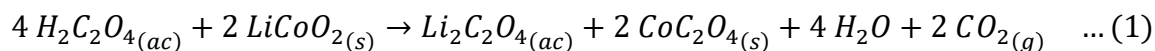
2.10. Ácido Oxálico.

El ácido oxálico es un ácido orgánico con dos grupos funcionales carboxilo (-COOH) en su estructura, se presenta como un sólido cristalino incoloro y se encuentra de forma natural en plantas, aunque también se produce sintéticamente. Este ácido, al ser utilizado como agente lixivante, tiende a formar sales, conocidas como oxalatos. Estas sales, dependiendo de la composición de los metales presentes, pueden ser solubles e insolubles, facilitando la separación de los

metales lixiviados. Así mismo, el ácido oxálico elimina la necesidad de agregar un agente reductor; ya que al oxidarse los oxalatos, se liberan electrones que pueden reducir los metales (Verma et al., 2019).

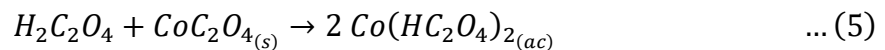
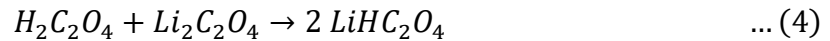
Estudios previos han demostrado la efectividad del ácido oxálico en la recuperación de litio y cobalto. Zeng et al. (2015) lograron una recuperación del 98% de litio y 97% de cobalto, mediante una solución de ácido oxálico (1 M) a 95°C durante 150 minutos y una relación sólido-líquido de 15 g/L. Sohn et al. (2006), obtuvieron una recuperación del 99% de litio y disolvieron menos del 1% de cobalto mediante una solución de ácido oxálico (3 M) a 80°C durante 90 minutos y una relación sólido-líquido de 50 g/L. Verma et al. (2020) reportaron una recuperación del 98% de litio y 99% de cobalto utilizando ácido oxálico de 0.46 M a 100°C y una relación sólido/líquido de 15 g/L. Mediante un diseño de experimentos factorial, Rouquette et al. (2023) identificaron las condiciones óptimas para la lixiviación con ácido oxálico en baterías de NMC, siendo estas a 60°C durante 60 min con una concentración 0.6 M y una relación sólido/líquido de 50g/L. Estos hallazgos destacan la eficacia y el potencial del ácido oxálico como agente lixivante para recuperar diferentes metales.

La reacción general de la lixiviación de LiCoO_2 utilizando ácido oxálico se observa en la ecuación (1) Esta reacción indica la formación del oxalato de litio ($\text{Li}_2\text{C}_2\text{O}_4$), el cual permanece en solución, y del oxalato de cobalto (CoC_2O_4), el cual es precipitado. De los cuatro moles de ácido oxálico necesarios para la reacción, tres se emplean en la formación de los oxalatos de litio y cobalto, mientras que uno se utiliza para reducir el Co^{3+} a Co^{2+} . La reducción del cobalto se puede observar en las ecuaciones (2) y (3).



Además de estas reacciones principales, pueden ocurrir otras reacciones secundarias, como la formación de complejos de oxalato. Todos los complejos de oxalato son especies solubles, lo cual dificulta la separación del oxalato de cobalto y, por lo tanto, se consideran reacciones indeseadas. Estas reacciones secundarias

se pueden observar en las ecuaciones (4) y (5). Estas reacciones pueden ocurrir por temperaturas altas, exceso de ácido oxálico y tiempos de reacción superiores a 2 horas (Wisgerhof & Geus, 1983). Por lo tanto, se deben buscar las condiciones óptimas para que se lleven a cabo las reacciones principales y se minimice la formación de complejos de oxalato de cobalto mediante un diseño de experimentos adecuado.



2.11. Diagramas de Pourbaix.

Los diagramas de Pourbaix son representaciones gráficas que muestran la estabilidad de las especies presentes en un sistema en función del pH y el potencial electroquímico. Estos diagramas ayudan a predecir que especies existen bajo determinadas condiciones de temperatura y composición, y son especialmente útiles para la predicción de productos de lixiviación (Ahmad, 2006). Estos diagramas se construyen en base a la ecuación de Nernst y la solubilidad de las especies en equilibrio.

En la **Figura 2** se presenta un ejemplo de un diagrama de Pourbaix para un sistema de cobalto y ácido oxálico a 25 °C. Las líneas punteadas representan las reacciones redox del agua. Por encima de la línea punteada superior se produce hidrógeno por la reducción de H⁺ y H₂O. Por debajo de la línea punteada inferior se produce oxígeno por la oxidación de H₂O y OH⁻. Estos diagramas son útiles en los procesos de lixiviación para determinar las especies que se pueden formar durante el proceso de lixiviación a ciertos valores de temperatura y composición.

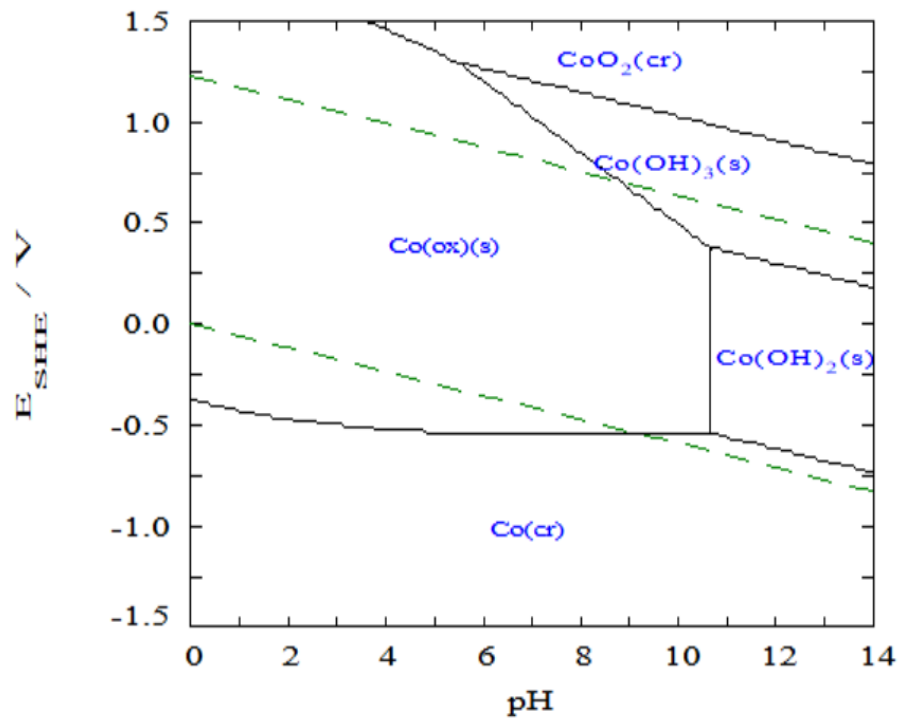


Figura 2. Diagrama de Pourbaix de sistema Co-H₂C₂O₄.

3. JUSTIFICACIÓN.

En la actualidad, debido a la creciente demanda de baterías de litio y la baja tasa de reciclaje de estas, surge la necesidad de desarrollar métodos eficientes y sostenibles para la recuperación de metales valiosos, como el litio y el cobalto, presentes en las baterías de litio. La falta de procesos adecuados de reciclaje de baterías de litio conlleva a la pérdida de valiosos recursos, contribuyendo a la contaminación ambiental y la dependencia de la extracción de materias primas. Además, la extracción directa de metales provenientes de la naturaleza implica impactos negativos en el ambiente e incluso, problemas sociales. Por lo tanto, es necesario desarrollar enfoques alternativos que permitan recuperar eficientemente estos materiales valiosos de las baterías de litio; reduciendo así la necesidad de extraerlos de la naturaleza y mitigando los impactos ambientales y sociales asociados.

En este contexto, se propone un proceso hidrometalúrgico de lixiviación utilizando ácido oxálico para la recuperación eficiente y sostenible de litio y cobalto presentes en las baterías de litio usadas. Además, es necesario que los productos obtenidos a través del proceso propuesto puedan ser reintegrados en la cadena de producción de baterías de litio, promoviendo así un enfoque de economía circular.

4. HIPÓTESIS.

La implementación de un proceso de lixiviación selectiva, utilizando ácido oxálico, favorecerá a una alta eficiencia de recuperación de litio y cobalto en forma de productos que cuáles pueden ser utilizados para la fabricación de nuevos cátodos para baterías de litio. Este método proporcionará una alternativa segura y eficiente para la recuperación de metales valiosos de las baterías, contribuyendo a reducir la dependencia de materias primas extraídas de la naturaleza, mitigando así el impacto ambiental.

5. OBJETIVO GENERAL.

El presente trabajo propone un método de lixiviación selectiva con ácido oxálico, el cual sea eficiente en la recuperación de litio y cobalto a partir baterías desechadas de LiCoO_2 . Los materiales recuperados de la lixiviación se modificarán en productos que puedan ser utilizados en la fabricación de nuevos cátodos para baterías de litio.

5.1. Objetivos Específicos.

- Implementar un método de pretratamiento seguro y que permita recuperar el LiCoO_2 de los cátodos de las baterías con la menor presencia de impurezas.
- Caracterizar el material recuperado de los cátodos para determinar su composición química e identificar impurezas.
- Determinar las condiciones óptimas de lixiviación con ácido oxálico para lograr una recuperación eficiente de litio y cobalto del material catódico.
- Modificar los productos de la lixiviación de manera que se puedan utilizar en la fabricación de nuevas baterías de litio.
- Desarrollar un proceso de regeneración del ácido oxálico a partir del precipitado de oxalato de cobalto para minimizar el uso de reactivos.

