



Recuperação de Grafite de Baterias de Íons de Lítio por Lixiviação Ácida

Isabella C. F. dos Santos (G)^{1*}, Ana Olivia Goes Moraes (G)¹, Ingrid Cesar Pereira Leu (G)¹, Fernanda Vieira (PQ)², Liliani Pacheco Tavares (PQ)¹, Eduardo Sarmento Valente (PQ)¹, Nelcy D. S. Mohallem (PQ)³, Juliana Batista da Silva (PQ)¹

¹ Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear, CDTN, ² NANOS, ³ Departamento de Química - UFMG.

isabella.santos@cdtn.br, silvajb@cdtn.br

RESUMO

O crescente uso de baterias de íons de lítio (LIBs) em veículos elétricos tem levado a um aumento significativo na produção de resíduos e na demanda por materiais críticos como cobre, cobalto, níquel, lítio e grafite. A reciclagem dos componentes ânodos permanece pouco explorada, apesar de sua importância estratégica. Em resposta a esse desafio, este estudo investigou a recuperação de grafite dos ânodos de baterias de íons de lítio em fim de vida, focando na digestão do ânodo inteiro, sem separação prévia dos materiais. Foram realizados testes exploratórios variando os tipos de ácido, a temperatura e os tempos de digestão. A digestão com água régia foi identificada como a condição mais eficiente. Após a digestão, a solução foi centrifugada e filtrada para garantir a separação completa dos componentes sólidos. O resíduo sólido, correspondente ao grafite, foi caracterizado utilizando técnicas como DRX, FRX, TGA e MEV.

Palavras-chave: Grafite, Reciclagem, Baterias de Íons de Lítio.

Introdução

Com o avanço tecnológico, especialmente da expansão da eletromobilidade, as baterias de íon de lítio se apresentam notáveis por sua densidade de energia e eficiência. Porém, sua vida útil e o descarte de baterias levantam preocupações ambientais. Diante desse cenário, o presente trabalho teve como objetivo a recuperação do grafite proveniente do ânodo de baterias de íons de lítio representa uma estratégia promissora para o reaproveitamento de um material de alto valor agregado. Este estudo investigou a recuperação de grafite, focando na digestão do ânodo inteiro, sem separação prévia dos materiais.

Experimental

O ânodo da bateria foi submetido à digestão com ácido nítrico concentrado, visando separar o cobre do grafite. As soluções ácidas foram aplicadas na proporção de 10 mL por grama de material (10 mL·g⁻¹). Os ensaios foram realizados a 80 °C, uma temperatura frequentemente citada na literatura como ideal para a digestão de materiais contendo carbono e metais de transição. Após esse processo, as amostras foram centrifugadas a 3000 rpm por 10 minutos, visando à separação da fração sólida remanescente da solução contendo os íons metálicos dissolvidos. A eficiência de cada etapa foi analisada considerando a clareza da separação física entre as fases e no rendimento da recuperação dos sólidos, com destaque para o grafite residual.

O grafite obtido após a centrifugação apresentou contaminantes residuais, como ligantes poliméricos e materiais carbonáceos

amorfo, que comprometem sua reutilização direta. Sendo assim, a caracterização minuciosa e a purificação do material foram etapas fundamentais para verificar seu potencial de reaproveitamento.

Foram testadas estratégias de tratamento térmico, como a calcinação a 430°C por 30 minutos, além de lavagens repetidas com solventes orgânicos, como o DMSO, visando à remoção de contaminantes metálicos e orgânicos ainda presentes na matriz carbonácea. Em seguida, o grafite foi disperso novamente em etanol e seca em estufa a 80 °C, promovendo a evaporação completa do solvente. O grafite purificado foi caracterizado por diferentes técnicas analíticas, incluindo Análise Termogravimétrica (TG), Difração de Raios X (DRX), Distribuição de Tamanho de Partícula por Espalhamento a Laser, Fluorescência de Raios X (FRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), permitindo avaliar sua composição, morfologia e nível de pureza.

Resultados e Discussão

A caracterização do grafite teve início com a análise por Fluorescência de Raios-X (FRX) que confirmou a eficácia do processo na remoção do cobre presente no ânodo, resultando em um material de carbono com elevado grau de pureza, variando entre 98,5% e 99,2%. As concentrações residuais de cobre permaneceram inferiores a 1% em todas as amostras analisadas, conforme apresentado na Tabela 1.



Tabela 1. Resultados da caracterização por FRX das amostras tratadas (triplicata).

Elemento	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Cu	0,0102%	0,0050%	0,0162%

A análise termogravimétrica (TG), realizada em atmosfera oxidante, revelou dois estágios de perda de massa. O primeiro ocorreu em aproximadamente 455 °C, correspondendo a uma perda de 3,8%, atribuída à decomposição de resíduos poliméricos ainda presentes no material. Essa observação foi confirmada por imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), que mostram a presença de resíduos poliméricos aderidos à superfície do material (figura 1).

O segundo evento de perda de massa foi identificado a 651 °C, com um valor expressivo de 95,6%, sendo atribuído à decomposição térmica do grafite propriamente dito. A análise de difração de raios X (DRX) confirmou que a estrutura cristalina do grafite foi preservada após o processo químico.

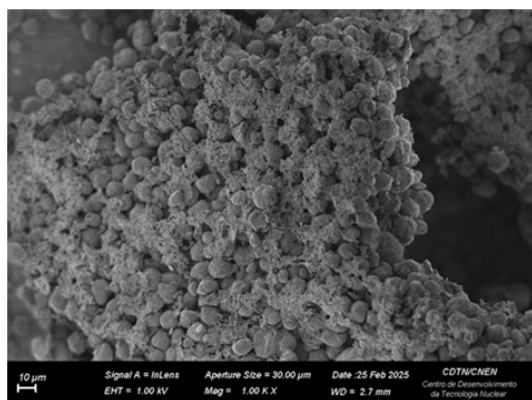


Figura 1. Micrografia por MEV do material de carbono recuperado, evidenciando partículas de grafite e presença de polímero residual.

Para alcançar uma purificação ainda maior do que a observada com o tratamento com DMSO, foi realizado um tratamento térmico da amostra de grafite a 430 °C durante 30 minutos. Esse tratamento resultou em uma notável melhoria na pureza do material, como evidenciado pelas análises por termogravimetria (TG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Figura 2).

A análise por termogravimetria (TG), demonstraram que, após o tratamento térmico a 430 °C por 30 minutos, o material não apresenta mais o pico característico associado ao polímero residual. A ausência desse sinal confirma a efetividade da calcinação na eliminação dos resíduos poliméricos residuais presentes na superfície do grafite. A micrografia obtida após o tratamento térmico mostrou uma estrutura mais homogênea e limpa, reforçando a efetiva eliminação dos contaminantes.

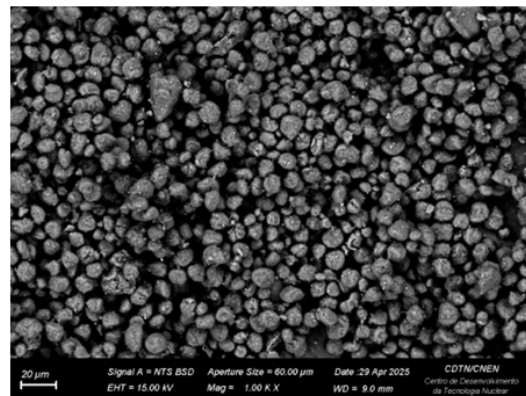


Figura 2. Micrografia por MEV do grafite recuperado após tratamento térmico a 430 °C por 30 minutos.

Conclusões

O presente estudo demonstrou que é possível recuperar grafite de ânodos de baterias de íons lítio por meio de digestão ácida com HNO_3 , seguido de tratamentos físicos e químicos que visam sua purificação. A combinação de lavagens com solventes orgânicos, como DMSO, e tratamento térmico a 430 °C por 30 minutos se apresentou eficaz na remoção de contaminantes metálicos e resíduos poliméricos aderidos à matriz carbonácea. As análises por FRX, TG, DRX e MEV confirmaram a eficiência desses processos, indicando elevada pureza do material final (entre 98,5% e 99,2%), além da preservação da estrutura cristalina do grafite.

Um dos principais objetivos deste trabalho é avaliar o uso do grafite recuperado como adsorvente para a remoção de antibióticos e resíduos de corantes têxteis em águas contaminadas. Estão sendo conduzidos estudos adicionais sobre a capacidade de adsorção, porosidade e de área superficial do grafite recuperado e purificado, utilizando a técnica BET.

Agradecimentos

CDTN, CNEN, FAPEMIG e CNPq.

Referências

- 1.M. Abdollahifar; S. Doose; H. Cavers; A. Kwade, *Adv. Mater. Technol.* **2023**, 8, 2200368.
2. Z. Shang; W. Yu; J. Zhou; X. Zhou; Z. Zeng; R. Tursun; X. Liu; S. Xu, *Transp.* **2024**, 20, 100320.