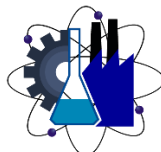




UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS



FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA

DOCTORADO EN INGENIERÍA AMBIENTAL Y TECNOLOGÍAS SUSTENTABLES

METODOLOGÍA PARA LA RECUPERACIÓN SELECTIVA Y EFICIENTE DEL LITIO DE CÁTODOS DE BATERÍAS DE DESECHO MEDIANTE LIXIVIACIÓN ÁCIDA VERDE

**TESIS QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
DOCTOR EN INGENIERÍA AMBIENTAL Y TECNOLOGÍAS SUSTENTABLES**

P R E S E N T A :

HUGO HERRERA GUTIERREZ

DIRECTOR:

DR. LUIS CISNEROS VILLALOBOS

CODIRECTOR:

DR. ALVARO TORRES ISLAS

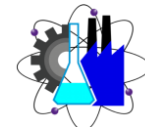
Cuernavaca Morelos a 20 de marzo de 2026



DEDICATORIA

A mis hijos:

Valeria, Fátima y Hugo Emmanuel, por ser la bella fuente que me inspira todos los días.



AGRADECIMIENTOS

A Dios, por permitirme alcanzar una meta más.

A mi esposa Erika, por su amor, comprensión y constante motivación.

A mis padres María Esperanza y Oscar Esteban, por ser siempre los pilares que me dan apoyo y confianza.

A mi director de tesis Dr. Luis Cisneros Villalobos y codirector Dr. Álvaro Torres Islas, por sus observaciones críticas y sus aportaciones académicas. Su orientación, compromiso y disposición constante han sido fundamentales para el desarrollo y consolidación de esta investigación.

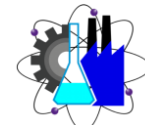
A los miembros de mi Comité Tutoral, Dr. Luis Cisneros Villalobos, Dr. Álvaro Torres Islas, Dr. José Gerardo Vera Dimas, Dr. Roy López Sesenes, Dr. Outmane Oubram, Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña y Dr. Jorge Guillermo Calderón Guízar, por el tiempo dedicado a revisar cada avance, así como la confianza depositada en mi trabajo. Su experiencia y rigor científico han contribuido no solo a fortalecer este proyecto, sino también a mi formación como investigador.

A Dra. Mariana Romero Aguilar, Dra. Josefina Vergara Sánchez, Dr. Luis Cisneros Villalobos, Dr. Gerardo Vera Dimas, Dr. Roy López Sesenes, Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña y Dr. Mario Murillo Tovar, por los seminarios que impartieron durante mi formación doctoral.

A la Dra. María de Jesús Cruz Carrillo, por su valioso apoyo en la caracterización de las muestras preparadas. Su colaboración fue fundamental para el desarrollo de este trabajo.

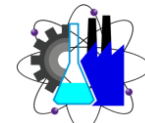
A la Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería de la UAEM, por brindar el espacio de formación académica, crecimiento profesional y desarrollo personal durante mis estudios de Doctorado. Llevaré siempre con orgullo el haber formado parte de esta comunidad académica y el aprendizaje invaluable adquirido dentro de sus aulas y laboratorios.

A SECIHTI por el estímulo otorgado.

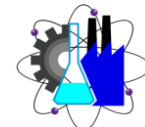


ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	v
LISTA DE TABLAS	vii
SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS	viii
UNIDADES	ix
SIMBOLOGÍA	x
NOMENCLATURA QUÍMICA.....	x
GLOSARIO DE TÉRMINOS	xii
RESUMEN.....	xvi
ABSTRACT	xvii
INTRODUCCIÓN GENERAL.....	1
Motivo de la investigación	1
Relevancia del trabajo.....	3
Definición del problema.....	3
Restricciones.....	4
Hipótesis	4
Objetivos	5
CAPITULO 1. ANTECEDENTES	6
1.1. Los acuerdos internacionales en materia de transición energética	6
1.2. El litio como mineral estratégico.....	9
1.3. Impactos ambientales por la explotación de yacimientos de litio	12
1.4. Contexto nacional (México).....	13



CAPITULO 2. MARCO TEÓRICO	15
2.1. Propiedades del litio	15
2.2. Reacciones químicas del litio en las baterías tipo NMC	17
2.3. Contenido teórico de litio en baterías tipo NMC	18
2.4. Procesos de lixiviación ácida verde	20
2.5. Formación de oxalatos	21
2.6. Precipitación de oxalatos y formación de citrato de litio	24
2.7. Recuperación de litio de baterías de desecho mediante lixiviación con ácidos orgánicos 26	
2.8. Gestión de residuos de baterías.....	27
CAPITULO 3. DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA.....	29
3.1. Etapa 1. Diseño e implementación de reactor experimental	30
3.2. Etapa 2. Desmantelamiento de baterías de litio	34
3.3. Etapa 3. Preparación de la masa negra de cátodo	37
3.4. Etapa 4. Diseño experimental	38
3.5. Etapa 5. Caracterización de la muestra lixiviada.....	40
CAPITULO 4. APLICACIÓN Y RESULTADOS	43
CAPITULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	56
REFERENCIAS	59
Declaración de uso de IA.....	67
Anexo 1. Ficha técnica de la pila investigada.....	69

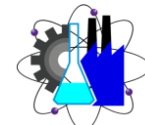


LISTA DE FIGURAS

Figura I.1. Perfil de calentamiento global histórico y tendencia hacia el año 2050	1
Figura I.2. Perfil típico de demanda horaria en la Región Central del SIN Mexicano	2
Figura I.3. Pila de iones de litio INR18650A205 P, del fabricante YLE.	4
Figura 1.1. Acontecimientos que sustentan la necesidad actual de una transición energética ..	6
Figura 1.2. Exportaciones históricas de carbonato e hidróxido de litio de Argentina	9
Figura 1.3. Exportaciones históricas de carbonato e hidróxido de litio de Chile	10
Figura 1.4. Distribución de los recursos mundiales de litio en el año 2024	10
Figura 1.5. Producción mundial del litio	11
Figura 2.1. Serie galvánica, destacando el alto potencial electroquímico del litio	16
Figura 2.2. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de níquel	22
Figura 2.3. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de manganeso	23
Figura 2.4. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de cobalto	23
Figura 2.5. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de litio	24
Figura 3.1. Diagrama de bloques que integran el diseño propuesto de reactor experimental .	30
Figura 3.2. Diagrama esquemático del hardware	31
Figura 3.3. Calibración del sensor de temperatura	32
Figura 3.4. Estándares de pH y tiras reactivas usadas en la caracterización del sensor de pH	32
Figura 3.5. Curva de calibración del sensor de pH	33
Figura 3.6. Diseño de la ventana del software	34
Figura 4.1. Centro de Acopio de la DGGA del Estado de Morelos	43
Figura 4.2. Batería de desecho de ordenador portátil	44
Figura 4.3. Estado de carga de dos pilas que formaban parte de una batería de desecho	44
Figura 4.4 a) Secuencia del desmantelamiento y separación de electrodos de una pila de iones de litio, b) Cantidad en gramos del cátodo obtenido	45
Figura 4.5. Disolución del aluminio con una solución de $NaOH$	46
Figura 4.6. Filtrado al vacío del aluminato de sodio	47
Figura 4.7. Masa negra de cátodo libre de aluminio	47
Figura 4.8. Tratamiento térmico de la masa negra de cátodo en mufla	48

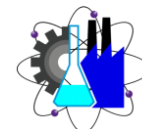


Figura 4.9. Preparación de una solución 1M de ácido cítrico + 0.6M de ácido oxálico.....	49
Figura 4.10. Proceso de lixiviación ácida verde, en ejecución.....	49
Figura 4.11. Curva de calibración del litio	50
Figura 4.12. Curva de calibración del níquel	50
Figura 4.13. Curva de calibración del manganeso	51
Figura 4.14. Curva de calibración del cobalto.....	51
Figura 4.15. Midiendo la concentración de litio por EAA	52



LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Los ODS vinculados con la transición energética	8
Tabla 1.2. Concentración de litio por tipo de yacimiento y países productores en el año 2025	11
Tabla 1.3. Impactos ambientales por tipo de actividad minera	12
Tabla 2.1. Propiedades fisicoquímicas del litio y su relevancia en los sistemas electroquímicos de almacenamiento	16
Tabla 2.2. Cálculos de fracción másica teórica del litio por fórmula unitaria	19
Tabla 2.3. Fracción másica teórica de elementos en baterías tipo NMC	19
Tabla 2.4. Principios de la lixiviación verde.....	21
Tabla 2.5. Recuperación de litio reportada en la literatura usando ácidos orgánicos.	26
Tabla 3.1. Respuesta del sensor de pH durante su caracterización.	33
Tabla 3.2. Importancia de la clasificación de baterías de iones de litio al final de su vida útil para la optimización de los procesos de lixiviación y recuperación de litio.....	36
Tabla 3.3. Factores y niveles del diseño experimental propuesto.....	39
Tabla 4.1. Cantidad en gramos de materiales recuperados de una pila de iones de litio tipo NMC-18650.	45
Tabla 4.2. Resultados de las curvas de calibración para EAA.....	52
Tabla 4.3. Resultados de lixiviación de litio.....	53
Tabla 4.4. Resultados de lixiviación de níquel.	53
Tabla 4.5. Resultados de lixiviación de manganeso.	53
Tabla 4.6. Resultados de lixiviación de cobalto.	53
Tabla 4.7. Condiciones establecidas para la prueba experimental No. 1 de 81 (prueba de concepto).....	54
Tabla 4.8. Comparación de resultados con publicación científica.....	55



SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

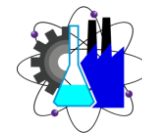
Abs	Absorbancia (magnitud adimensional)
ACV	Análisis de Ciclo de Vida (LCA, por sus sigla en inglés)
Conc.	Concentración
DE	Desviación Estándar
dil, 1:X, 1/X	Dilución
EAA	Espectrofotometría de Absorción Atómica (AAS, por sus sigla en inglés)
FD	Factor de dilución
FV	Fotovoltaico
DGGA	Dirección General de Gestión Ambiental
LCO	Óxido de Litio-Cobalto
LFP	Litio Ferro-Fosfato
LitioMX	Litio para México
LOD	Sigla en inglés de Límite de Detección
LOQ	Sigla en inglés de Límite de Cuantificación
NCA	Níquel, Cobalto, Aluminio
NMC	Níquel, Manganeso, Cobalto
ODS	Objetivo de Desarrollo Sostenible
ONU	Organización de las Naciones Unidas
pH	Potencial de hidrógeno
PVDF	Fluoruro de Polivinilideno
Redox	Reacción de reducción-oxidación



SHE	Sigla en inglés de Electrodo de Hidrógeno Estándar
SIN	Sistema Interconectado Nacional
sol.	Solución
s/dil	Sin diluir
S/L	Proporción sólido a líquido
vol.	Volumen

UNIDADES

%	Por ciento
°C	Grados Celsius
g	Gramos
g/kg	Gramos por kilogramo
g/L	Gramos por litro
g/mol	Gramos por mol
h	Hora
kW	Kilowatt
kWp	Kilowatt pico
L	Litro
M	Molaridad
MM	Masa molar
min	Minuto
Mton	Millón de toneladas
MW	Mega watts



rpm Revoluciones por minuto

s Segundo

μL Microlitros

μm Micrómetro

V Voltio

SIMBOLOGÍA

→ Se transforma en

↓ Se precipita

↑ Se desprende en forma de gas

⇌ Reacción reversible

e^- Electrón

δ Grado de desintercalación

β Coeficiente de modelo matemático

ε Error experimental

η Eficiencia

ω Fracción másica

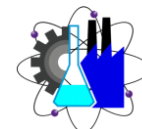
NOMENCLATURA QUÍMICA

$\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$ Aluminato de sodio hidratado

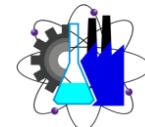
CH_3COOH Ácido acético

Cit^{3-} Anion citrato

CoC_2O_4 Oxalato de cobalto



CO_2	Dióxido de carbono
$C_2O_4^{2-}$	Anion oxalato
$C_4H_6O_5$	Ácido málico
C_6	Grafito
HCl	Ácido clorhídrico
HNO_3	Ácido nítrico
H_2O	Molécula de agua
$H_2C_2O_4$	Ácido oxálico
H_2SO_4	Ácido sulfúrico
H_3Cit	Ácido cítrico
H^+	Catión hidrógeno
$LiNi_xMn_yCo_zO_2$	Óxido de litio, níquel, manganeso y cobalto
$LiPF_6$	Hexafluorofosfato de litio
$Li_2C_2O_4$	Oxalato de litio
Li_3Cit	Citrato de litio
Li^+	Catión litio
MnC_2O_4	Oxalato de manganeso
$NaOH$	Hidróxido de sodio
NiC_2O_4	Oxalato de níquel



GLOSARIO DE TÉRMINOS

Agente complejante. Sustancia que se une a iones metálicos formando complejos estables, reduciendo su reactividad en solución.

Agente lixiviante. Sustancia que actúa como un disolvente selectivo que facilita la separación de los elementos deseados de la matriz sólida en la que se encuentran.

Agente oxidante. Sustancia química que acepta electrones de otra sustancia durante una reacción química.

Agente quelante. Sustancia química que tiene la capacidad de unirse a iones metálicos mediante múltiples enlaces, formando un complejo estable llamado “quelato”. Este proceso permite inmovilizar o eliminar metales del medio en el que se encuentran.

Agente reductor. Sustancia química que cede electrones a otra sustancia durante una reacción química.

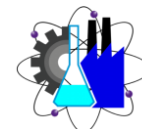
Ánodo. Electrodo negativo de una pila de iones de litio, donde ocurre la oxidación durante la descarga, derivado del desplazamiento de los iones de litio hacia el cátodo a través del electrolito.

Batería. Conjunto de unidades de almacenamiento eléctrico que funcionan en serie o paralelo para suministrar energía a un dispositivo.

Carga residual. Energía que queda en una batería desechada, suficiente para causar riesgos si no se maneja correctamente.

Cátodo. Electrodo positivo de una pila de iones de litio, donde ocurre la reducción durante la descarga, derivado del desplazamiento de los iones de litio desde el ánodo a través del electrolito.

Complejación. Proceso químico mediante el cual un átomo o ion central, generalmente un metal, se une a uno o varios ligandos (moléculas o iones) para formar un complejo coordinado, estabilizando la especie y modificando sus propiedades químicas y reactividad.



Contaminación cruzada. Mezcla de residuos de distintas baterías por la inadecuada clasificación en su confinamiento, que dificulta la recuperación segura de litio y aumenta riesgos ambientales y de seguridad.

Densidad de energía gravimétrica, energía específica. Cantidad de energía almacenada o liberada por unidad de masa.

Densidad energética, densidad volumétrica. Cantidad de energía almacenada o liberada por unidad de volumen.

Desintercalación. Proceso mediante el cual los iones de litio (Li^+) salen de la estructura cristalina del cátodo y se desplazan a través del electrolito hacia el ánodo.

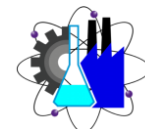
Economía circular. Modelo económico que busca reducir residuos y optimizar recursos mediante la reutilización, reparación, reciclaje y recuperación de materiales, prolongando el ciclo de vida de los productos.

Efluente. Cualquier líquido de desecho o vertido que sale de una fuente; normalmente contiene contaminantes o residuos y se libera al medio ambiente, como ríos, lagos o sistemas de alcantarillado.

Electrodo de Hidrógeno Estándar. También conocido como Electrodo de Hidrógeno Normal (SHE, por sus siglas en inglés), es el electrodo de referencia universal utilizado en electroquímica para medir y comparar potenciales de otros electrodos; por convención su potencial estándar es cero voltios.

Electroobtención. Proceso electroquímico utilizado para recuperar y purificar metales a partir de soluciones acuosas que contienen iones metálicos disueltos, aplicando una corriente eléctrica para que los iones metálicos en solución se reduzcan y se depositen como metal sólido puro en el cátodo.

Espodumena. Mineral del grupo de los piroxenos que constituye una de las principales fuentes de litio en roca dura a nivel mundial.



E-factor. Métrica que cuantifica la eficiencia de un proceso químico en términos de la cantidad de residuos generados, ampliamente usado para evaluar el impacto ambiental de síntesis químicas.

Hidrometalurgia. Área de la metalurgia que se encarga de extraer metales de sus minerales mediante procesos químicos en soluciones acuosas, como la lixiviación, la precipitación y la electroobtención.

Intercalación. Proceso mediante el cual los iones de litio (Li^+) se desplazan a través del electrolito y se insertan reversiblemente dentro de la estructura cristalina del ánodo.

Licor. Solución líquida que contiene el agente lixivante y las especies químicas disueltas extraídas desde un sólido durante el proceso de lixiviación.

Lixiviación. Proceso químico o físico mediante el cual se extraen sustancias solubles de un sólido mediante el uso de un líquido.

Mineral estratégico. Recurso mineral que un país considera esencial para su seguridad, economía y desarrollo tecnológico, y cuyo suministro puede ser limitado o depender de otros países.

Minería urbana. Proceso de recuperación de materiales valiosos o reciclables a partir de los residuos generados en áreas urbanas, como electrónicos, metales, plásticos y otros desechos, con el objetivo de reducir el impacto ambiental y fomentar la economía circular.

Masa negra. Polvo fino oscuro que se obtiene al triturar y separar mecánicamente baterías al final de su vida útil. En este trabajo, se refiere al material activo de cátodo tipo NMC.

Material intercalante. Sustancia que se coloca entre capas de otro material para mejorar sus propiedades, como resistencia, aislamiento o conducción.

Fórmula unitaria. Representación química que indica la proporción más simple y en números enteros de los átomos que forman un compuesto.

Pegmatita. Roca ígnea de grano extremadamente grueso que se forma en las etapas finales de cristalización de un magma; puede concentrar litio en minerales como la espodumena.



Pila. Unidad de almacenamiento eléctrico que puede funcionar de forma individual para suministrar energía a un dispositivo.

Pirometalurgia. Rama de la metalurgia que se encarga de la extracción y purificación de metales a partir de sus minerales mediante procesos que implican altas temperaturas, como la fundición, calcinación y reducción.

Potencial de fuga térmica. Magnitud que indica la facilidad con la que el calor puede escapar de un sistema o material hacia su entorno.

Potencial electroquímico. Energía por unidad de carga que tiene una especie química debido a su combinación de energía química y eléctrica, expresado en voltios.

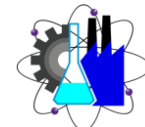
Potencial estándar de reducción. Magnitud que indica la tendencia de una especie química a ganar electrones y, por lo tanto, a reducirse, medida en condiciones estándar (25 °C, 1 atm, 1 M de concentración para soluciones).

Potencial redox. Medida de la tendencia de una sustancia a ganar o perder electrones en una reacción de oxidación-reducción, expresada en voltios respecto a un electrodo de referencia.

Selectividad. Capacidad del agente lixivante para disolver preferentemente el elemento de interés presente en un mineral o salmuera, minimizando la disolución de otros elementos presentes.

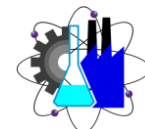
Serie galvánica, escala galvánica. Conjunto de metales y aleaciones ordenados según su potencial electroquímico en un electrolito determinado, de manera que el metal con mayor tendencia a perder electrones se sitúa al principio.

Smart grid. Sistema eléctrico avanzado que utiliza tecnologías digitales y de comunicación para monitorear, controlar y optimizar la generación, distribución y consumo de energía, permitiendo integrar fuentes de energía renovable de manera eficiente, reduciendo pérdidas y emisiones de carbono.



RESUMEN

El constante incremento en la demanda de baterías de iones de litio y la consecuente generación de desechos, han derivado en la necesidad de desarrollar metodologías para la recuperación de materiales clave al final de la vida útil, considerando un enfoque de desarrollo sostenible. Particularmente el litio, que se encuentra presente en los cátodos de las baterías tipo NMC de desecho, representa hoy en día, un mineral estratégico a nivel mundial, cuya recuperación eficiente podría contribuir tanto a la economía circular como a la mitigación de los impactos ambientales derivados de la explotación minera convencional. En el presente trabajo de tesis doctoral, se desarrolló y validó preliminarmente una metodología para la recuperación selectiva y eficiente del litio contenido en los cátodos de las baterías de desecho, mediante lixiviación ácida usando compuestos orgánicos, con un enfoque que considera los principios de la química verde, en donde los agentes lixiviantes son menos agresivos que los ácidos convencionalmente utilizados. La metodología propuesta inicia con el diseño e implementación de un reactor experimental de lixiviación, mediante el cual se puede optimizar el control de factores críticos como temperatura, agitación, relación S/L y tiempo de reacción. Posteriormente, se atiende el procedimiento para el desmantelamiento seguro de baterías de iones de litio tipo NMC, separando manualmente los cátodos de cada pila, donde el material activo se desprende del colector de aluminio para obtener el óxido metálico, el cual se somete a procesos de acondicionamiento fisicoquímico hasta obtener la denominada masa negra de cátodo. Se propone el diseño experimental para el tratamiento de la masa negra mediante procesos de lixiviación ácida con agentes orgánicos, permitiendo la evaluación de las condiciones experimentales que favorecen la extracción selectiva del litio frente a los metales de transición. El licor resultante finalmente es caracterizado mediante la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica, permitiendo cuantificar la concentración de litio y demás metales disueltos. Los resultados obtenidos de la validación preliminar de la metodología propuesta demostraron que permite alcanzar buenos porcentajes de recuperación de litio con elevada selectividad respecto a los metales de transición, reduciendo simultáneamente el impacto ambiental asociado al uso de reactivos inorgánicos fuertes, confirmándose la reproducibilidad del proceso y su potencial escalabilidad.



ABSTRACT

The constant increase in the demand for lithium-ion batteries and the consequent generation of waste have led to the need to develop methodologies for the recovery of key materials at the end of their useful life, considering a sustainable development approach. Particularly lithium, which is present in the cathodes of waste NMC-type batteries, currently represents a strategic mineral worldwide, whose efficient recovery could contribute both to the circular economy and to the mitigation of environmental impacts derived from conventional mining exploitation. In this doctoral thesis work, a methodology for the selective and efficient recovery of lithium contained in the cathodes of waste batteries was developed and preliminarily validated, through acid leaching using organic compounds, with an approach that considers the principles of green chemistry, where the leaching agents are less aggressive than the acids conventionally used. The proposed methodology begins with the design and implementation of an experimental leaching reactor, through which it is possible to optimize the control of critical factors such as temperature, agitation, S/L ratio, and reaction time. Subsequently, the procedure for the safe dismantling of NMC-type lithium-ion batteries is addressed, manually separating the cathodes from each cell, where the active material is detached from the aluminum collector to obtain the metal oxide, which is then subjected to physicochemical conditioning processes until obtaining the so-called black cathode mass. An experimental design is proposed for the treatment of the black mass through acid leaching processes with organic agents, allowing the evaluation of experimental conditions that favor the selective extraction of lithium over transition metals. The resulting leachate is finally characterized using the Atomic Absorption Spectrophotometry technique, allowing the quantification of the concentration of lithium and other dissolved metals. The results obtained from the preliminary validation of the proposed methodology demonstrated that it allows achieving good lithium recovery percentages with high selectivity with respect to transition metals, simultaneously reducing the environmental impact associated with the use of strong inorganic reagents, confirming the reproducibility of the process and its potential scalability.

INTRODUCCIÓN GENERAL

Motivo de la investigación

A lo largo de la historia de la humanidad, nuestro entorno ha sido alterado por la mano del hombre para la satisfacción de sus propias necesidades, dejando fuera de toda consideración al resto de las especies y sus ecosistemas. Antes de la revolución industrial, la alteración antropogénica del medio ambiente fue mínima y paulatina, con efectos que podrían considerarse reversibles o de bajo impacto; sin embargo, a partir de la revolución industrial, esta alteración se aceleró exponencialmente, llegando hasta nuestros días un efecto mundialmente alarmante, el cambio climático. En la Figura I.1 se muestra el incremento histórico de la temperatura global con respecto a los niveles de la época preindustrial.

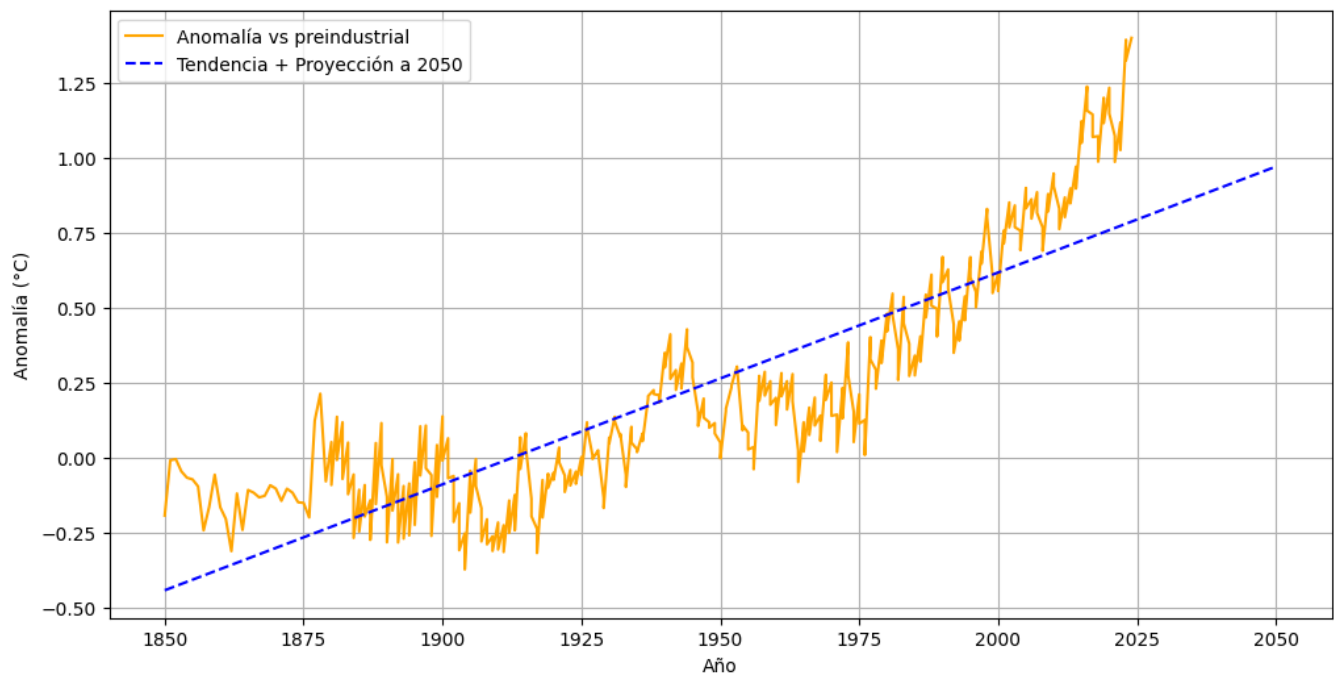


Figura I.1. Perfil de calentamiento global histórico y tendencia hacia el año 2050 [1].

A raíz de lo anterior, surgieron marcos globales para la atención del calentamiento global y otros desafíos, como la Agenda 2030 y sus Objetivos de Desarrollo Sostenible de la ONU, dentro de los cuales se encuentra el objetivo de Energía Asequible y No Contaminante, en el cual se hace referencia directa a la eficiencia y transición energéticas.

Es precisamente en esta estrategia de transición energética, donde se presenta el problema que motiva el presente trabajo de investigación: en el sector eléctrico, las fuentes primarias de energía renovable que pueden hacerle frente a la dependencia energética de los recursos de origen fósil, son en efecto, un recurso sostenible pero con una disponibilidad intermitente (como lo energía solar) o de captación variable (como la energía eólica) [2], siendo necesario contar con medios de almacenamiento de energía para contrarrestar estas desventajas; en la Figura I.2 se muestra un ejemplo con la evidencia de lo anteriormente expuesto, donde se aprecia que la mayor disponibilidad del recurso solar no corresponde con el periodo de la máxima demanda de energía eléctrica en un perfil de demanda típico. Por supuesto que las escalas de energía mostradas no son las mismas y en este caso, toda la energía eléctrica producida por el generador FV se estaría aprovechando en la red; sin embargo, el perfil de generación de energía eléctrica a través del recurso solar es similar a gran escala en sistemas fotovoltaicos que no cuentan con seguimiento de la trayectoria solar, por lo que de igualarse la capacidad máxima de generación FV con la demanda máxima, no se podría conseguir la independencia de los recursos energéticos convencionales sin medios de almacenamiento que puedan aprovechar el recurso solar cuando este no se demanda (área de color gris en la gráfica de la Figura I.2).

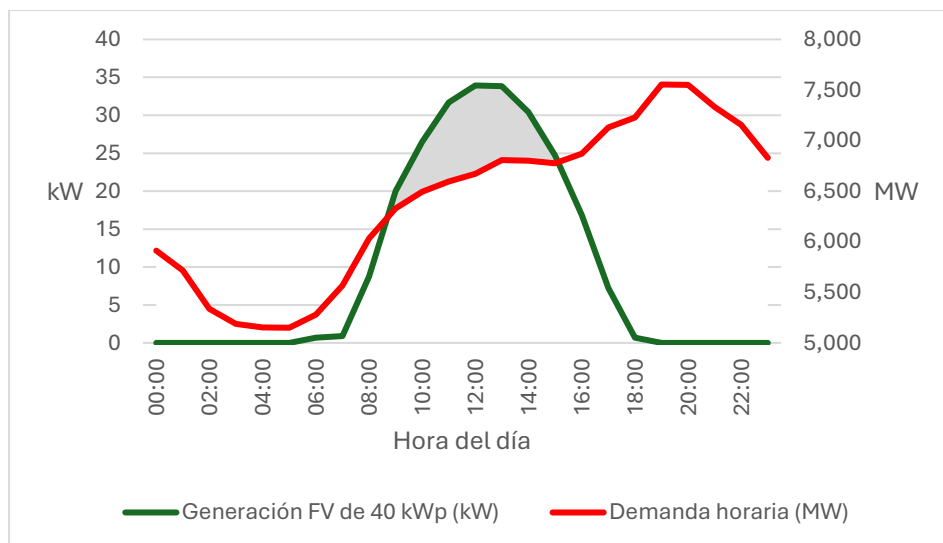
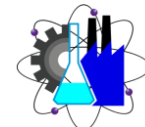


Figura I.2. Perfil típico de demanda horaria en la Región Central del SIN Mexicano [3] comparado con un perfil típico de generación de un sistema FV de 40 kWp [4].



Otro de los sectores que requieren una transición energética para hacerle frente a la aceleración del cambio climático, es el de transporte, donde se busca reemplazar los motores de combustión interna por motores eléctricos, los cuales necesitan contar con medios de almacenamiento como las baterías de litio [5].

En consecuencia, se ha incrementado la demanda mundial del litio, tanto actual como las proyectadas a corto y mediano plazo, ya que este elemento es la materia prima clave para la fabricación de baterías, representando una amenaza para la sostenibilidad de este mineral, que hoy en día ya se le cataloga como estratégico. Para mantener el enfoque sostenible de la transición energética ya anunciada mundialmente, se debe enfocar la investigación hacia diversos medios para satisfacer la creciente demanda del litio, y obtenerlo a través del reciclaje de baterías que han llegado al final de su vida útil brinda esa posibilidad [6], [7], [8].

Relevancia del trabajo

En la actualidad, existen diversas metodologías ya establecidas para la recuperación del litio a partir de baterías de desecho [9], [10], [11]; sin embargo, a pesar de que las metodologías revisadas en la literatura han reportado porcentajes elevados de recuperación, estas se han aplicado a microescala en laboratorios y, en la mayoría de los casos, dejando fuera el enfoque de desarrollo sostenible. Este trabajo de investigación se realizó bajo esa orientación, pudiendo ser una base sólida para la implementación a gran escala de las metodologías investigadas hoy en día.

Definición del problema

Se requiere desarrollar una metodología para la recuperación selectiva, eficiente y sostenible del litio a partir de materiales de cátodo de baterías de desecho, usando procesos de lixiviación ácida verde.

Restricciones

Este trabajo de investigación presenta las siguientes restricciones:

- Se analizan muestras de cátodo de baterías de iones de litio tipo NMC, las cuales tienen dentro de su composición química a los elementos níquel, manganeso y cobalto.
- Se obtiene la masa negra a partir del desmantelamiento de baterías de desecho, teniendo como único dato disponible el tipo de composición química del cátodo de acuerdo con la ficha técnica del fabricante (Anexo 1), por lo que la eficiencia de recuperación de litio se calcula a partir del contenido teórico de acuerdo con la fórmula unitaria; la pila de desecho analizada en este trabajo es del tipo cilíndrica INR-18650.

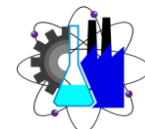


Figura I.3. Pila de iones de litio INR18650A205 P, del fabricante YLE.

- Se analizan los procesos de lixiviación ácida donde se utilizan reactivos considerados en la química verde, como el ácido cítrico y el ácido oxálico.
- La cuantificación de metales se limita a los disueltos en el licor resultante del proceso de lixiviación, dejando fuera del análisis la cuantificación de metales en el sólido residual no disuelto.

Hipótesis

Un adecuado diseño experimental que considere el monitoreo y control de los parámetros experimentales de los procesos de lixiviación, permitirá la optimización en la recuperación selectiva y eficiente del litio a partir de baterías de desecho, considerando reactivos orgánicos.



Objetivos

General. Desarrollar una metodología que permita la recuperación selectiva, eficiente y sostenible del litio contenido en cátodos de baterías de desecho, mediante la aplicación de procesos de lixiviación, usando reactivos de la química verde.

Particulares:

1. Diseñar e implementar un reactor experimental para la aplicación de procesos de lixiviación.
2. Realizar el desmantelamiento de una batería de iones de litio del tipo NMC hasta obtener la separación de los cátodos de cada pila recuperada.
3. Separar el material de cátodo (óxido metálico) del colector de aluminio.
4. Preparar la muestra para obtener la masa negra de cátodo.
5. Proponer el diseño experimental para llevar a cabo procesos de lixiviación de la masa negra de cátodo para la separación selectiva y eficiente del litio del óxido metálico.
6. Realizar una prueba de concepto para la validación preliminar del diseño de experimental propuesto.
7. Caracterizar el licor obtenido en la prueba de concepto por la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica.
8. Calcular la selectividad y eficiencia de extracción del litio.

CAPITULO 1. ANTECEDENTES

En este capítulo se abordan los antecedentes que dieron lugar a que en la actualidad se le considere al litio como un mineral estratégico, ya que hoy en día es un elemento clave para sectores que definen el desarrollo económico, tecnológico y geopolítico a nivel mundial [12].

1.1. Los acuerdos internacionales en materia de transición energética

En la Figura 1.1 se pueden observar dos ejes con los principales acontecimientos que sustentan la necesidad de cambiar la forma en que se produce y usa la energía, llamada transición energética, donde se busca tener una menor dependencia de las fuentes de energía de origen fósil centrandose la atención hacia fuentes de energía más limpias y sostenibles como la solar, eólica, hidráulica o geotérmica. A continuación, se describe a grandes rasgos cada uno de estos ejes de acontecimientos, centrandose la atención a los puntos clave que iniciaron el camino hacia una transición energética.

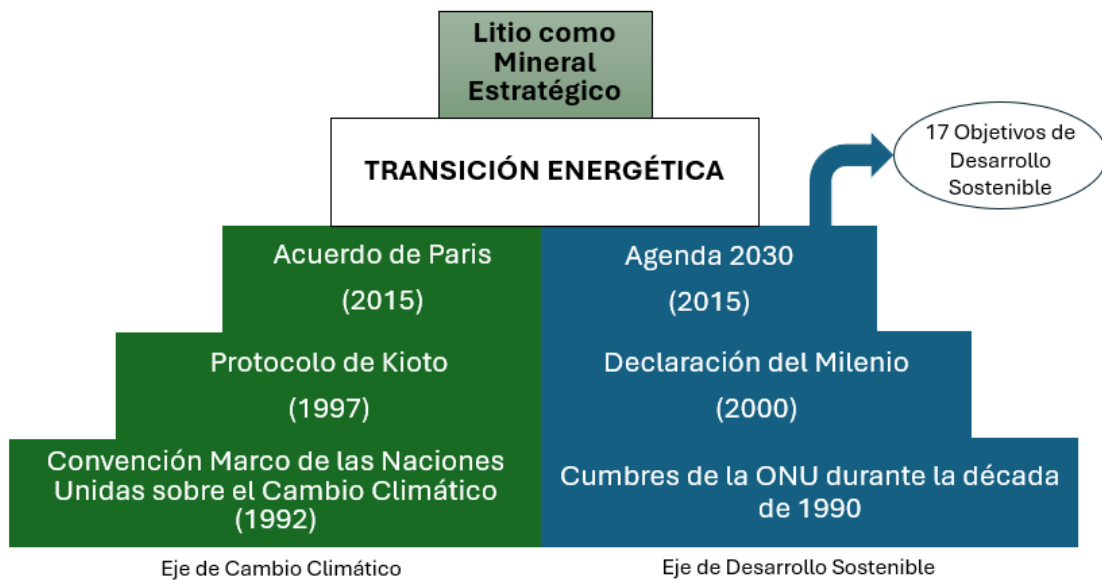


Figura 1.1. Acontecimientos que sustentan la necesidad actual de una transición energética.

El primer eje de acontecimientos se relaciona con el cambio climático e inicia con la Convención Marco de las Naciones Unidas sobre el Cambio Climático, adoptada en 1992 y entrando en vigor desde 1994, donde se reconoce por primera vez el cambio climático como un problema global, causado principalmente por las emisiones de gases de efecto invernadero de forma antropogénica; en esta convención, se sentó la base para llevar a cabo una transformación



energética, al identificar a éste sector como la principal fuente de emisiones. Años más tarde, en 1997, se adopta un acuerdo internacional llamado Protocolo de Kioto, donde surgen metas obligatorias de reducción de emisiones para los países desarrollados, incentivando la eficiencia energética. Este eje de acontecimientos culmina con el tratado internacional vinculante llamado el Acuerdo de París [13], aprobado en 2015 y entrando en vigor en 2016, donde se fija como objetivo principal limitar el calentamiento global por debajo de 2°C, preferiblemente a 1.5°C en comparación con los niveles de temperatura preindustriales.

El segundo eje de acontecimientos se relaciona con un enfoque de desarrollo sostenible e inicia con una serie de cumbres de la ONU en la década de los 90s, siendo la principal la Cumbre de la Tierra en Río de Janeiro (1992), donde se adopta la Agenda 21, la cual es precursora directa de la agenda 2030 y en donde se impulsan las primeras estrategias para promover energías renovables que contribuyan a la reducción de las emisiones. En el año 2000, surge la Declaración del Milenio de la ONU, la cual representó un fundamento normativo y ético del camino hacia las energías limpias, siendo un punto de partida para vincular la energía, el desarrollo, la justicia social y la sostenibilidad. Este eje de acontecimientos culmina con la Agenda 2030, impulsada por la ONU en 2015, y de la cual emergieron 17 Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS), siendo los Objetivos 7, 8, 9, 11, 12 y 13 los que se relacionan con la transición energética, conforme el esquema mostrado en la Tabla 1.1.

Por lo tanto, la transición energética se convierte en la clave para el cumplimiento del objetivo principal del Acuerdo de París y contribuye con el cumplimiento de la Agenda 2030; sin embargo, cuando se analiza la viabilidad técnica para reemplazar los combustibles fósiles por fuentes de energía sostenibles, surge el principal obstáculo que impide la total independencia de los recursos energéticos convencionales: la intermitencia y dependencia climática de los recursos renovables, como la energía solar y eólica. Para hacerle frente a este obstáculo, es necesario contar con medios de almacenamiento que garanticen una disponibilidad energética en cualquier momento.

Tabla 1.1. Los ODS vinculados con la transición energética.

ODS	Relación con la transición energética	Ejemplos de proyectos/acciones	Beneficios clave
ODS 7: Energía asequible y no contaminante	Promueve el acceso a energías limpias y renovables, eficiencia energética y tecnologías sostenibles.	Instalación de paneles solares en comunidades rurales, electrificación con energía eólica.	Acceso universal a energía limpia y asequible.
ODS 8: Trabajo decente y crecimiento económico	Generación de empleos verdes en energías renovables y fomento de economías sostenibles.	Programas de capacitación en energías renovables, creación de parques solares con empleo local.	Crecimiento económico sostenible y empleo decente.
ODS 9: Industria, innovación e infraestructura	Fomento a la innovación en tecnologías limpias, infraestructura energética sostenible e industrias bajas en carbono.	Desarrollo de smart grids, eficiencia energética industrial, innovación en baterías y almacenamiento de energía.	Industria resiliente e innovación tecnológica limpia.
ODS 11: Ciudades y comunidades sostenibles	Implementación de soluciones energéticas urbanas sostenibles, transporte limpio y planificación urbana eficiente.	Reducción de emisiones en transporte urbano, edificios verdes y soluciones de movilidad sostenible.	Ciudades más sostenibles y resilientes al cambio climático.
ODS 12: Producción y consumo responsables	Reducción del desperdicio de energía, optimización de recursos y promoción del consumo responsable en sectores energéticos.	Reciclaje de materiales, eficiencia energética en la producción industrial, gestión responsable de residuos.	Uso eficiente de recursos y reducción de residuos.
ODS 13: Acción por el clima	Mitigación del cambio climático mediante la descarbonización, energías renovables y adaptación a impactos climáticos.	Planes de reducción de emisiones de carbono, transición a energías renovables, proyectos de adaptación climática.	Mitigación del cambio climático y protección del medio ambiente.

1.2. El litio como mineral estratégico

El litio, al ser el más ligero de los metales y con mayor potencial electroquímico, ha mantenido un rol clave en la fabricación de baterías desde 1991, cuando se comercializó la primera batería de iones de litio.

Por lo comentado en la Sección 1.1 de este capítulo, puede entenderse que la demanda del litio se haya disparado a partir del año 2015 [14], como lo muestran las gráficas de exportación de carbonato e hidróxido de litio de Argentina en la Figura 1.2 y de Chile en la Figura 1.3, países que tienen más de la mitad de las reservas mundiales del litio.

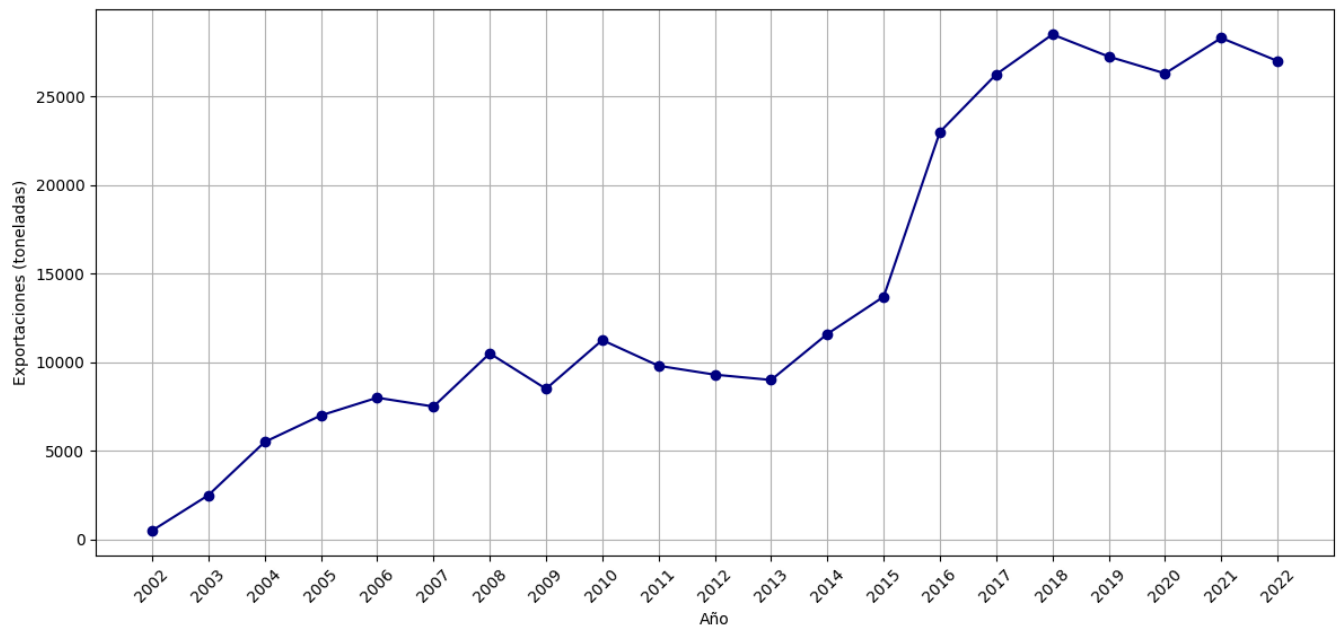


Figura 1.2. Exportaciones históricas de carbonato e hidróxido de litio de Argentina [15].

De acuerdo con el Servicio Geológico de Estados Unidos, los recursos mundiales de litio disponibles en fuentes de salmueras, roca dura y arcilla se calcularon en 115 millones de toneladas en el año 2024, distribuidos conforme lo indica la gráfica de la Figura 1.4.

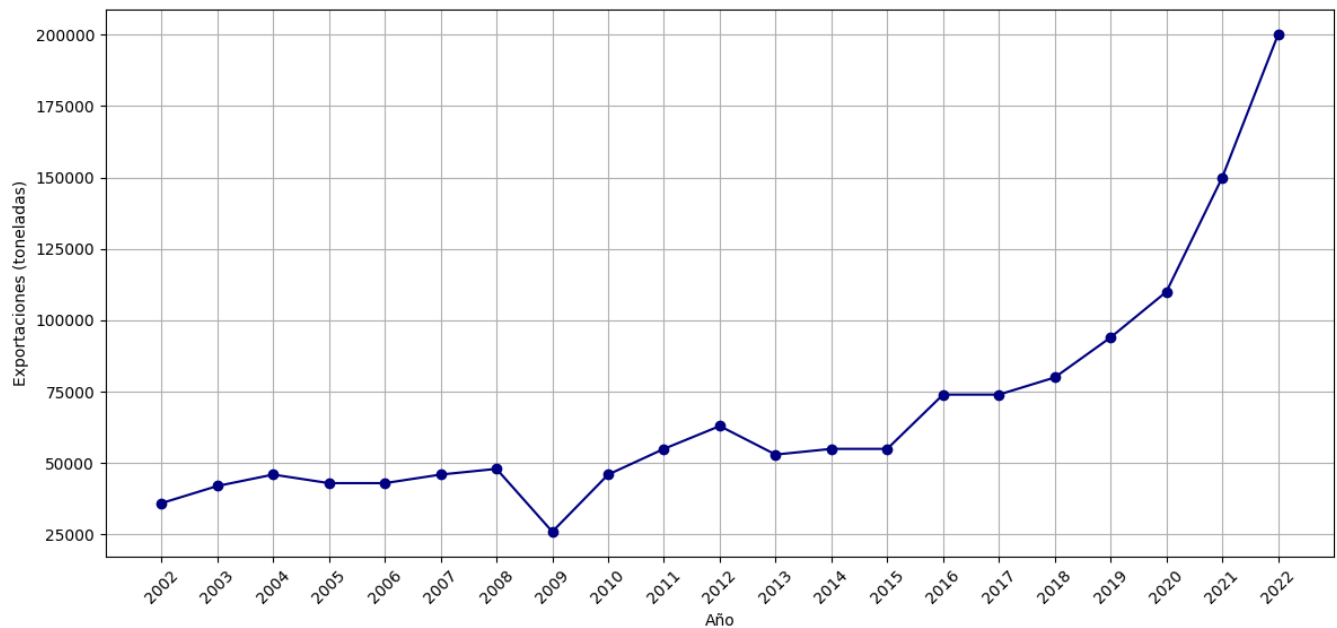


Figura 1.3. Exportaciones históricas de carbonato e hidróxido de litio de Chile [15].

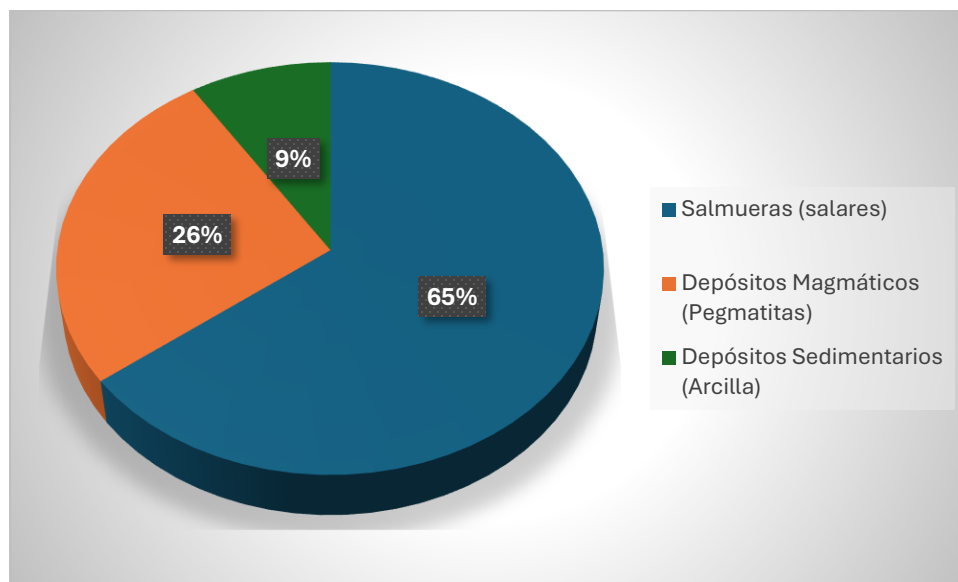


Figura 1.4. Distribución de los recursos mundiales de litio en el año 2024 [16].

Actualmente, la producción mundial del litio es impulsada principalmente por la demanda de baterías para vehículos eléctricos y la proyectada para el año 2035 incluye la demanda para el almacenamiento de energía de fuentes renovables, siendo el principal medio de producción actual la explotación de yacimientos de roca dura y salmueras [17], tal como se representa en

la gráfica de la Figura 1.5 y donde no se considera la producción de litio a partir de otras fuentes ni se contabiliza el litio reciclado.

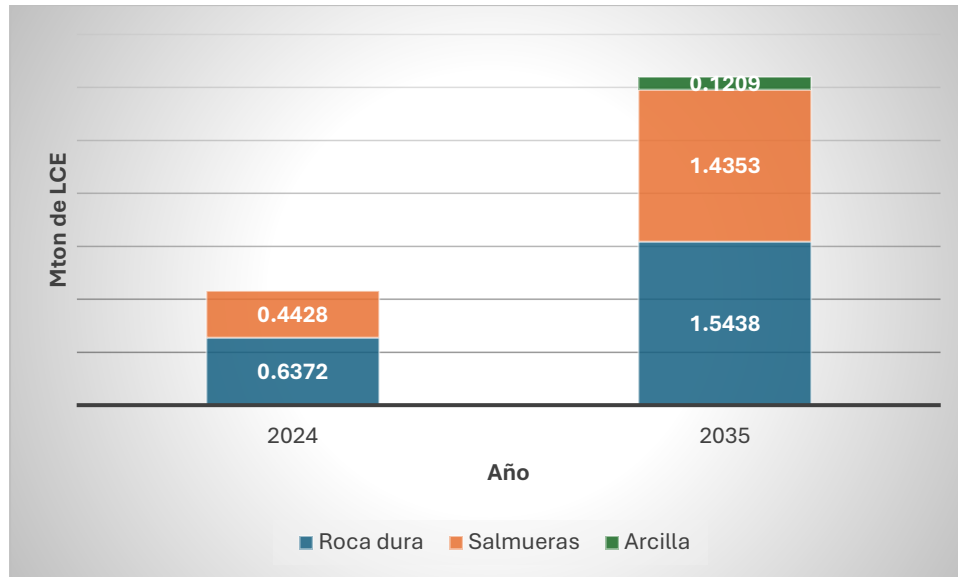


Figura 1.5. Producción mundial del litio [18].

El litio se encuentra en diferentes tipos de yacimientos, cada uno con características específicas en cuanto a su concentración y relevancia comercial. Los principales tipos de yacimientos son roca dura, salmueras y arcillas, como se puede observar en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Concentración de litio por tipo de yacimiento y países productores en el año 2025.

Tipo de yacimiento	Concentración del litio (%)	Principales países productores
Roca dura	5	Australia, Estados Unidos y China
Salmueras	0.1	Chile, Argentina, Bolivia y China
Arcilla	0.001	Ninguno

Los yacimientos de roca dura contienen minerales como la espodumena, con concentraciones de litio cercanas al 5% en peso. Estos depósitos son explotados principalmente en países como Australia, Estados Unidos y China, siendo Australia el mayor productor mundial de litio proveniente de pegmatitas [19]. Por otro lado, las salmueras continentales presentan concentraciones más bajas, alrededor del 0.1%, pero constituyen una fuente crucial debido a la extensión y riqueza del llamado triángulo del litio, que comprende Chile, Argentina y Bolivia. China también es un actor importante en la producción de litio a partir de salmueras [20].

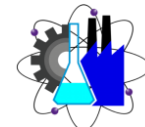
Finalmente, los yacimientos de arcilla poseen concentraciones muy bajas de litio, del orden de 0.001%, y hasta la fecha no existen explotaciones comerciales significativas debido a las dificultades técnicas asociadas con la extracción [21]; sin embargo, existe un interés en la comunidad científica para investigar metodologías que puedan rentabilizar el proceso de extracción a largo plazo, proyectándose para el año 2035 una producción de carbonato de litio equivalente del orden del 4% a nivel mundial, a partir de esta tipo de minería.

1.3. Impactos ambientales por la explotación de yacimientos de litio

Los impactos ambientales provocados por la producción del litio en la actualidad, varían de acuerdo con el tipo de yacimiento y se presentan los de mayor gravedad en la Tabla 1.3. La extracción de litio en salmueras genera un gran impacto ambiental derivado del consumo masivo de agua, como el agotamiento de los recursos hídricos; además, derivado del bombeo de salmuera, se provoca el hundimiento de suelos y la salinización de agua dulce, afectando gravemente a comunidades locales y la biodiversidad [22]. En la extracción de litio a través de fuentes de roca dura se destaca la elevada huella del carbono debido al uso intensivo de energía en los procesos de trituración y lixiviación química, emitiéndose alrededor de 15 toneladas de CO_2 por cada tonelada de litio [23], mientras que la extracción en yacimientos de arcilla implica minería a cielo abierto, resultando en deforestación, erosión, destrucción de hábitats y una alta contaminación del aire por polvo y químicos [24].

Tabla 1.3. Impactos ambientales por tipo de actividad minera.

Actividad minera	Impacto ambiental	TIPO DE YACIMIENTO		
		Salmuera	Roca dura	Arcilla
Consumo masivo de agua	Descenso crítico del nivel freático y destrucción de hábitats	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Bombeo de salmuera	Salinización de agua dulce y hundimiento del terreno	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Trituración, calcinación y procesamiento químico	Altas emisiones de CO_2	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Minería a cielo abierto	Destrucción directa de hábitats, deforestación, contaminación de suelos y fuentes hídricas, grandes volúmenes de residuos sólidos y emisión de polvos	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>



Por lo anterior, se deduce que no es sostenible el camino hacia la transición energética si no se consideran otras fuentes de producción para satisfacer la demanda proyectada del litio, siendo de vital importancia hoy en día considerar la economía circular como parte de la estrategia para un desarrollo sostenible [25], donde se busque alargar la vida útil de los productos y al final, puedan ser reciclados.

1.4. Contexto nacional (México)

En México, el principal tipo de yacimiento de litio corresponde a depósitos en arcillas, lo que representa un reto técnico para su extracción comercial [26], primero para lograr su rentabilidad y posteriormente para minimizar los impactos ambientales y sociales que provocaría el uso excesivo de agua. El 20 de abril de 2022 se aprobó y publicó la reforma a la Ley Minera para nacionalizar el litio; en esta modificación, se estableció que la exploración, explotación y aprovechamiento del litio son de utilidad pública y reserva estas actividades exclusivamente para el Estado, a través del organismo público descentralizado denominado Litio para México, con el acrónimo LitoMx, el cual quedó facultado para manejar toda la cadena de valor del litio. Esta reforma se impulsó tras considerar al litio un mineral estratégico para la transición energética y el desarrollo económico nacional.

El presente trabajo de tesis impacta de manera directa a algunas de las atribuciones que LitoMx estableció para el cumplimiento de su objeto, las cuales son las siguientes:

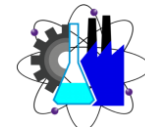
- Desarrollar y ejecutar proyectos de ingeniería e investigación relacionadas con el beneficio y aprovechamiento del litio.
- Investigar y desarrollar la tecnología requerida en la industria relacionada con la utilización del litio.
- Promover el aprovechamiento sustentable del litio para la transición energética.
- Asociarse con instituciones públicas y privadas para la producción, transformación y distribución de productos derivados del litio.

Con estos antecedentes se pone en evidencia que el presente trabajo de tesis, es de relevancia actual, encuentra respaldo en las leyes mexicanas vigentes, así como en los acuerdos y compromisos internacionales, generando un impacto positivo en la viabilidad sostenible de la transición energética, ya que se investiga una metodología alterna para la recuperación del



mineral estratégico a partir de baterías que han llegado al final de su vida útil, lo cual, también impacta de manera positiva al problema de residuos peligrosos o de manejo especial.

En México, el manejo de baterías de iones de litio de desecho, por ejemplo de celulares, laptops o vehículos eléctricos, está en una etapa de desarrollo normativo y tecnológico, con importantes retos regulatorios, científicos y prácticos; la regulación formal sobre baterías de iones de litio es incipiente y muchas de las normas aún se aplican de forma indirecta y con carácter voluntario, necesitando de propuestas legislativas que busquen clasificar explícitamente las baterías de desecho como residuos peligrosos cuando cumplan con criterios de toxicidad y peligrosidad, así como regular la recolección, tratamiento y reciclaje con planes de manejo obligatorios.



CAPITULO 2. MARCO TEÓRICO

La creciente demanda de litio, impulsada por el auge de las baterías de iones de litio en dispositivos electrónicos, vehículos eléctricos y medios de almacenamiento para fuentes de energía renovables, ha generado una presión significativa sobre los recursos naturales y ha incrementado la generación de baterías en desecho [27]. En este contexto, la recuperación de litio a partir de baterías de desecho se presenta como una alternativa estratégica desde un enfoque de desarrollo sostenible, al contribuir a la economía circular y a la reducción de impactos asociados a la minería convencional. El presente marco teórico aborda los fundamentos conceptuales, químicos y tecnológicos relacionados con los procesos de reciclaje y recuperación de litio, así como los antecedentes científicos que sustentan el desarrollo de metodologías eficientes y sostenibles para el aprovechamiento de este recurso crítico.

2.1. Propiedades del litio

El litio es un elemento químico destacado por sus propiedades únicas que lo convierten en un componente clave en la fabricación de baterías modernas. Es el metal más ligero de la tabla periódica y posee un alto potencial electroquímico, lo que le permite almacenar y liberar grandes cantidades de energía en relación con su masa. Además, sus iones se desplazan con facilidad entre los electrodos, favoreciendo procesos de carga y descarga rápidos y eficientes. Estas características, junto con su buena densidad energética y capacidad para soportar numerosos ciclos sin perder rendimiento significativo, hacen que el litio sea esencial en baterías recargables utilizadas en dispositivos electrónicos, vehículos eléctricos [28] y sistemas de almacenamiento de para fuentes de energía renovables [29]. En la Tabla 2.1 se muestran las propiedades del litio con su relevancia en los sistemas electroquímicos de almacenamiento [30, 31, 32, 33, 34], mientras que en la gráfica de la Figura 2.1 se puede observar que el litio tiene el potencial estándar de reducción más negativo de la serie galvánica (-3.04 V), lo que pone en evidencia su enorme tendencia a oxidarse y, por tanto, su alto potencial electroquímico como ánodo en baterías de litio de estado sólido; sin embargo, en baterías de iones de litio, éste elemento se encuentra dentro del cátodo como ion (Li^+) y no en su forma metálica, ya que en ese estado es muy reactivo y el riesgo de incendio es muy alto. La otra ventaja que posee el litio frente a otros metales, es que es el sólido más ligero dentro de la tabla periódica, lo que se traduce en mayor energía específica.

Tabla 2.1. Propiedades fisicoquímicas del litio y su relevancia en los sistemas electroquímicos de almacenamiento.

Propiedad fisicoquímica del litio	Descripción técnica	Relevancia en sistemas electroquímicos de almacenamiento
Bajo peso atómico (6.94 g/mol)	Metal alcalino con la menor masa molar de la tabla periódica	Contribuye a una elevada relación energía/peso en celdas electroquímicas
Potencial electroquímico estándar elevado (-3.04 V vs SHE)	Presenta una fuerte tendencia a la oxidación	Permite alcanzar altos voltajes operativos y mayor densidad energética
Alta densidad de energía gravimétrica	Capacidad de almacenar energía significativa por unidad de masa	Fundamental para aplicaciones de alta eficiencia energética, como vehículos eléctricos
Alta movilidad iónica de Li ⁺	Radio iónico pequeño que facilita la difusión en electrolitos y materiales intercalantes	Favorece cinéticas rápidas de carga y descarga y mejora el rendimiento electroquímico
Estabilidad cíclica	Capacidad de mantener el rendimiento tras numerosos ciclos electroquímicos	Aumenta la vida útil y la confiabilidad de las baterías recargables

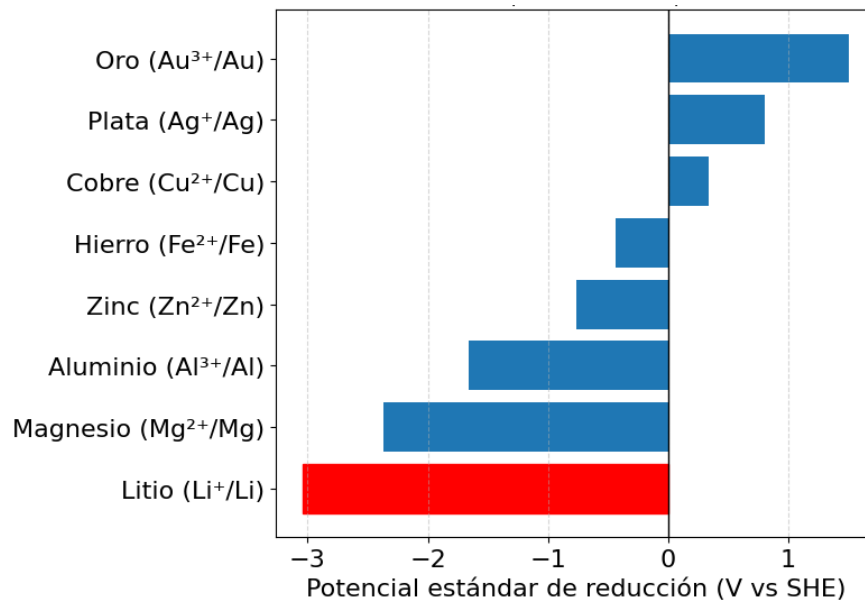
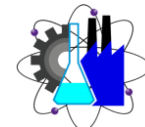


Figura 2.1. Serie galvánica, destacando el alto potencial electroquímico del litio.



2.2. Reacciones químicas del litio en las baterías tipo NMC

Las baterías de iones de litio son sistemas electroquímicos recargables que almacenan y liberan energía mediante el movimiento de iones de litio entre un cátodo y un ánodo a través de un electrolito. Entre las químicas más utilizadas está el NMC (níquel, manganeso y cobalto) como material de cátodo, formando un óxido metálico compuesto [35].

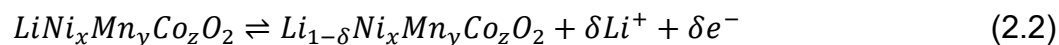
Una batería tipo NMC típica está integrada de la siguiente manera:

- Ánodo: generalmente grafito, donde los iones de litio se intercalan durante la carga.
- Cátodo: óxido de metálico compuesto, con la Fórmula General 2.1 [36].
- Electrolito: solución de sales de litio (como $LiPF_6$) en solventes orgánicos.
- Separador: membrana porosa que evita el contacto directo entre ánodo y cátodo, permitiendo el paso de iones.



donde $x + y + z = 1$.

Durante la carga de una batería, iones de litio se extraen del cátodo tipo NMC y a través del medio electrolítico pasa por los poros del separador hasta llegar al ánodo, siendo la Ecuación 2.2 la que describe la reacción en el cátodo, mientras que la Ecuación 2.3 describe la reacción que ocurre en el ánodo.

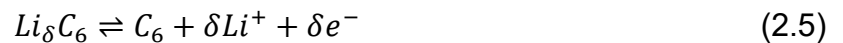
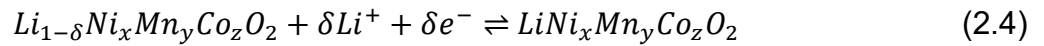


donde δ representa la fracción de litio extraído del cátodo (desintercalación). Esta reacción es reversible y provoca un flujo de electrones a través del circuito externo.



donde el grafito C_6 actúa como depósito de iones de litio y δ representa la fracción de litio insertado en el ánodo (intercalación).

Durante la descarga, el proceso se invierte y el flujo de electrones proporciona la energía eléctrica cuando el circuito externo se cierra a través de una carga. Las Ecuaciones 2.4 y 2.5 describen las reacciones electroquímicas correspondientes.



El litio es un elemento fundamental en la eficiencia de la batería, ya que su bajo peso atómico le permite una alta densidad energética, su tamaño iónico pequeño favorece el desplazamiento entre electrodos pasando a través de los poros del separador y su reactividad controlada permite ciclos de carga y descarga repetidos sin degradación significativa [37].

Es importante mencionar que el rendimiento y estabilidad de las baterías tipo NMC dependen de la proporción de níquel, manganeso y cobalto en el cátodo, donde estos elementos determinan cómo se realiza el intercambio iónico; el níquel aumenta la capacidad, pero reduce la estabilidad térmica; el manganeso mejora la estabilidad y seguridad y, el cobalto, ayuda a la conductividad y estabilidad estructural [35].

2.3. Contenido teórico de litio en baterías tipo NMC

Los cátodos de las baterías de iones de litio tienen una Fórmula General conforme 2.1, donde el litio está presente como Li^{1+} en una proporción de un átomo por fórmula unitaria.

Existen cuatro variantes en baterías de iones de litio tipo NMC, las cuales se diferencian por la proporción del níquel, manganeso y cobalto en la composición química del cátodo; la fracción másica teórica de los elementos presentes en cada una de estas variantes puede obtenerse a partir de los cálculos de las masas molares de cada uno de los elementos con la correspondiente proporción, usando la Ecuación 2.6; en la Tabla 2.2 se presentan los cálculos de la fracción másica teórica del litio para cada variante NMC, usando la proporción de cada elemento que las definen y en la Tabla 2.3 se resumen los resultados obtenidos, incluyendo las fracciones másicas teóricas del níquel, manganeso y cobalto.

$$\omega_{metal} = \frac{MM_{metal}}{MM_{cátodo}} \times 100 \quad (2.6)$$

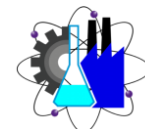
donde ω_{metal} , es la fracción másica del elemento a determinar (%), MM_{metal} es su masa molar (g/mol) y $MM_{cátodo}$ es la masa molar total del cátodo (g/mol).

Tabla 2.2. Cálculos de fracción másica teórica del litio por fórmula unitaria.

NMC333 (Ni:Mn:Co = 1:1:1)	NMC532 (Ni:Mn:Co = 5:3:2)
Fórmula: $LiNi_{1/3}Mn_{1/3}Co_{1/3}O_2$ Masa molar aproximada: $Li = 6.94 \text{ g/mol}$ $Ni \approx 58.69 \text{ g/mol} \times 1/3 \approx 19.56 \text{ g/mol}$ $Mn \approx 54.94 \text{ g/mol} \times 1/3 \approx 18.31 \text{ g/mol}$ $Co \approx 58.93 \text{ g/mol} \times 1/3 \approx 19.64 \text{ g/mol}$ $O = 16 \text{ g/mol} \times 2 = 32 \text{ g/mol}$ $Masa \text{ total} \approx 96.45 \text{ g/mol}$ Fracción de Litio: $\omega_{Li} \approx \frac{6.94 \text{ g/mol}}{96.45 \text{ g/mol}} \times 100 \approx 7.2\%$	Fórmula: $LiNi_{0.5}Mn_{0.3}Co_{0.2}O_2$ Masa molar aproximada: $Li = 6.94 \text{ g/mol}$ $Ni \approx 58.69 \text{ g/mol} \times 0.5 \approx 29.35 \text{ g/mol}$ $Mn \approx 54.94 \text{ g/mol} \times 0.3 \approx 16.48 \text{ g/mol}$ $Co \approx 58.93 \text{ g/mol} \times 0.2 \approx 11.79 \text{ g/mol}$ $O = 16 \text{ g/mol} \times 2 = 32 \text{ g/mol}$ $Masa \text{ total} \approx 96.56 \text{ g/mol}$ Fracción de Litio: $\omega_{Li} \approx \frac{6.94 \text{ g/mol}}{96.56 \text{ g/mol}} \times 100 \approx 7.2\%$
NMC622 (Ni:Mn:Co = 6:2:2)	NMC811 (Ni:Mn:Co = 8:1:1)
Fórmula: $LiNi_{0.6}Mn_{0.2}Co_{0.2}O_2$ Masa molar aproximada: $Li = 6.94 \text{ g/mol}$ $Ni \approx 58.69 \text{ g/mol} \times 0.6 \approx 35.21 \text{ g/mol}$ $Mn \approx 54.94 \text{ g/mol} \times 0.2 \approx 10.99 \text{ g/mol}$ $Co \approx 58.93 \text{ g/mol} \times 0.2 \approx 11.79 \text{ g/mol}$ $O = 16 \text{ g/mol} \times 2 = 32 \text{ g/mol}$ $Masa \text{ total} \approx 96.93 \text{ g/mol}$ Fracción de Litio: $\omega_{Li} \approx \frac{6.94 \text{ g/mol}}{96.93 \text{ g/mol}} \times 100 \approx 7.2\%$	Fórmula: $LiNi_{0.8}Mn_{0.1}Co_{0.1}O_2$ Masa molar aproximada: $Li = 6.94 \text{ g/mol}$ $Ni \approx 58.69 \text{ g/mol} \times 0.8 \approx 46.95 \text{ g/mol}$ $Mn \approx 54.94 \text{ g/mol} \times 0.1 \approx 5.49 \text{ g/mol}$ $Co \approx 58.93 \text{ g/mol} \times 0.1 \approx 5.89 \text{ g/mol}$ $O = 16 \text{ g/mol} \times 2 = 32 \text{ g/mol}$ $Masa \text{ total} \approx 97.27 \text{ g/mol}$ Fracción de Litio: $\omega_{Li} \approx \frac{6.94 \text{ g/mol}}{97.27 \text{ g/mol}} \times 100 \approx 7.1\%$

Tabla 2.3. Fracción másica teórica de elementos en baterías tipo NMC.

Variante NMC	Proporción			ω_{Li} (%)	ω_{Ni} (%)	ω_{Mn} (%)	ω_{Co} (%)
	Ni	Mn	Co				
NMC111	1/3	1/3	1/3	7.2	20.3	19.0	20.4
NMC532	0.5	0.3	0.2	7.2	30.4	17.1	12.2
NMC622	0.6	0.2	0.2	7.2	36.3	11.3	12.2
NMC811	0.8	0.1	0.1	7.1	48.3	5.6	6.1



Como se puede observar, aunque el níquel aumenta de NMC333 a NMC811, la fracción másica de litio solo disminuye ligeramente (de 7.2 a 7.1%). Esto confirma que la cantidad de litio presente en baterías tipo NMC es relativamente independiente de la proporción de níquel, manganeso y cobalto, siempre que la fórmula sea conforme 2.1.

De acuerdo con [38], donde se analiza la composición elemental de la masa negra proveniente de baterías de iones de litio con química NMC tras procesos de pretratamiento (trituration, eliminación de colectores de corriente como aluminio y cobre, y filtración), el contenido de litio se encuentra en el orden del 3.64% del peso total de la masa negra, donde en este caso, se encuentra también presente el material activo del ánodo.

2.4. Procesos de lixiviación ácida verde

La lixiviación ácida verde se define como el conjunto de procesos que emplean agentes lixiviantes de baja toxicidad, biodegradables o de origen renovable, bajo condiciones operativas que minimizan el consumo energético y la generación de residuos secundarios peligrosos, manteniendo altas eficiencias de recuperación de metales, entre ellos el litio.

La lixiviación ácida convencional utiliza ácidos minerales fuertes (ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico), los cuales presentan alta eficiencia, pero implican riesgos ambientales, corrosión elevada y generación de fluidos residuales complejos [39]. En contraste, la lixiviación ácida verde se basa en el empleo de sustancias menos tóxicas y biodegradables, como ácidos orgánicos (ácido cítrico y ácido oxálico) en reemplazo de reactivos tradicionales altamente contaminantes. Estos procesos buscan minimizar el impacto ambiental, reducir la generación de residuos peligrosos y mejorar la seguridad ocupacional, manteniendo al mismo tiempo una eficiencia adecuada en la disolución selectiva de metales como el litio [40]. Además, suelen operar bajo condiciones moderadas de pH y temperatura, favorecen la posibilidad de reciclar el agente lixivante y se integran con enfoques de economía circular, especialmente en el tratamiento de residuos. En la Tabla 2.4 se muestran los principios fundamentales de la lixiviación verde aplicada a la recuperación del litio a partir de baterías de desecho.

Tabla 2.4. Principios de la lixiviación verde.

Principio	Reactivos típicos	Parámetros críticos	Ventajas ambientales	Limitaciones técnicas
Uso de ácidos orgánicos débiles biodegradables	Ácido cítrico, ácido oxálico, ácido acético, ácido málico	pH (1–4), concentración (0.5–2 M), temperatura (25–90 °C), relación S/L	Baja toxicidad, biodegradabilidad, menor generación de efluentes peligrosos [41]	Cinética más lenta que ácidos minerales; posible precipitación por formación de complejos estables [42]
Formación de complejos selectivos	Citratos y oxalatos	Potencial redox y pH	Mayor selectividad hacia Co, Ni o Mn; posibilidad de separación fraccionada [43]	Complejos muy estables pueden dificultar recuperación posterior del metal [44]
Minimización de residuos secundarios	Reutilización del ácido orgánico recuperado	Balace de masa, eficiencia de recuperación (>90% Li)	Reducción de huella ambiental y carga química en efluentes [45]	Necesidad de etapas adicionales de purificación [46]
Compatibilidad con principios de química verde	Reactivos renovables o de baja toxicidad	E-factor, análisis de ciclo de vida (ACV)	Disminución del impacto ambiental global [45]	Requiere evaluación integral técnico-económica [47]

2.5. Formación de oxalatos

La formación de oxalatos se produce a través de la reacción de los iones metálicos en solución con el ion oxalato ($C_2O_4^{2-}$), generando compuestos insolubles que precipitan como sólidos. En el caso de metales de transición como el níquel, el manganeso y el cobalto, la precipitación se favorece por la baja solubilidad de sus oxalatos correspondientes. Por ejemplo, al añadir una sal soluble de oxalato a una disolución que contiene Ni^{2+} , Mn^{2+} o Co^{2+} , se forma un sólido cristalino de oxalato metálico que puede separarse mediante filtración. Este proceso no solo depende de la concentración de los iones y del pH de la solución, sino también de factores como la temperatura. La capacidad de estos metales de transición para formar complejos estables con el ion oxalato los hace especialmente útiles en la síntesis de materiales sólidos y en técnicas de separación y purificación de metales [48].

Cuando se hace reaccionar una muestra de cátodo tipo NMC proveniente de baterías de desecho en una solución con ácido oxálico, los iones metálicos presentes en la masa negra se

la Figura 2.4 se observa que el pH requerido para la formación de oxalato de cobalto se encuentra entre 2 y 4.

$$[\text{ox}^{2-}]_{\text{TOT}} = 10.00 \text{ mM}$$

$$[\text{Mn}^{2+}]_{\text{TOT}} = 10.00 \text{ } \mu\text{M}$$

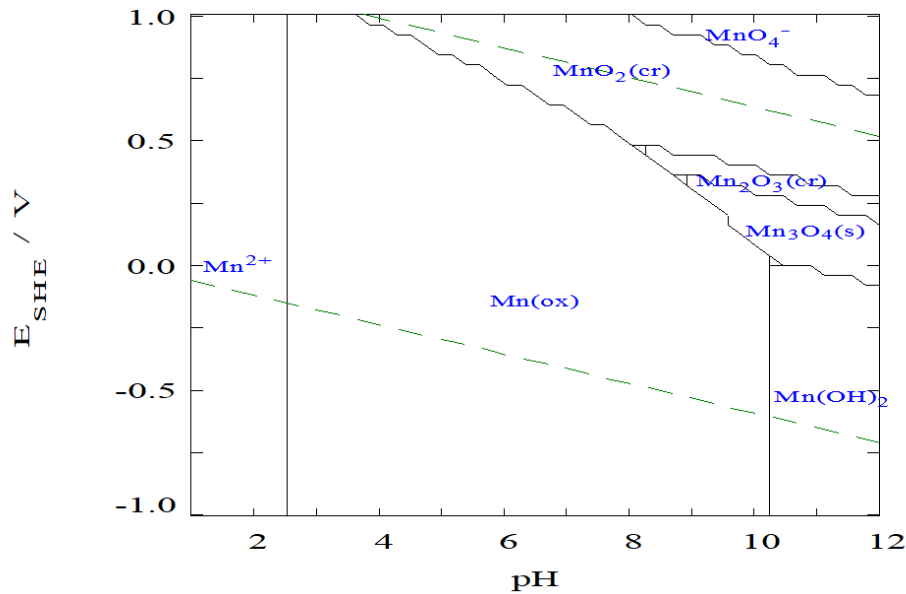


Figura 2.3. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de manganeso.

$$[\text{ox}^{2-}]_{\text{TOT}} = 10.00 \text{ mM}$$

$$[\text{Co}^{2+}]_{\text{TOT}} = 10.00 \text{ } \mu\text{M}$$

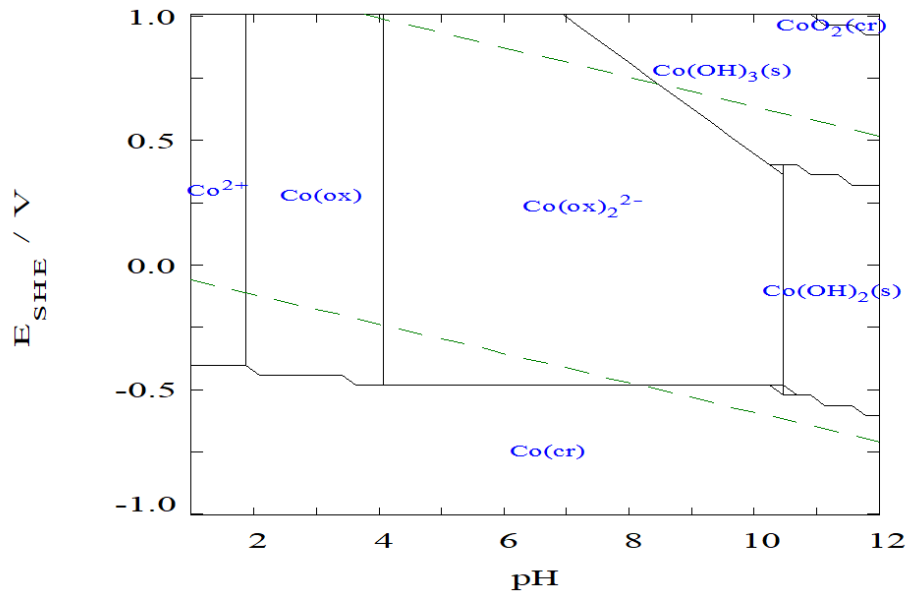


Figura 2.4. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de cobalto.

Por otro lado, en la Figura 2.5 se puede observar que el litio permanece como catión en todo el rango dentro de un medio con ácido oxálico, favoreciéndose la formación de enlaces iónicos si interactúan con aniones, como el citrato.

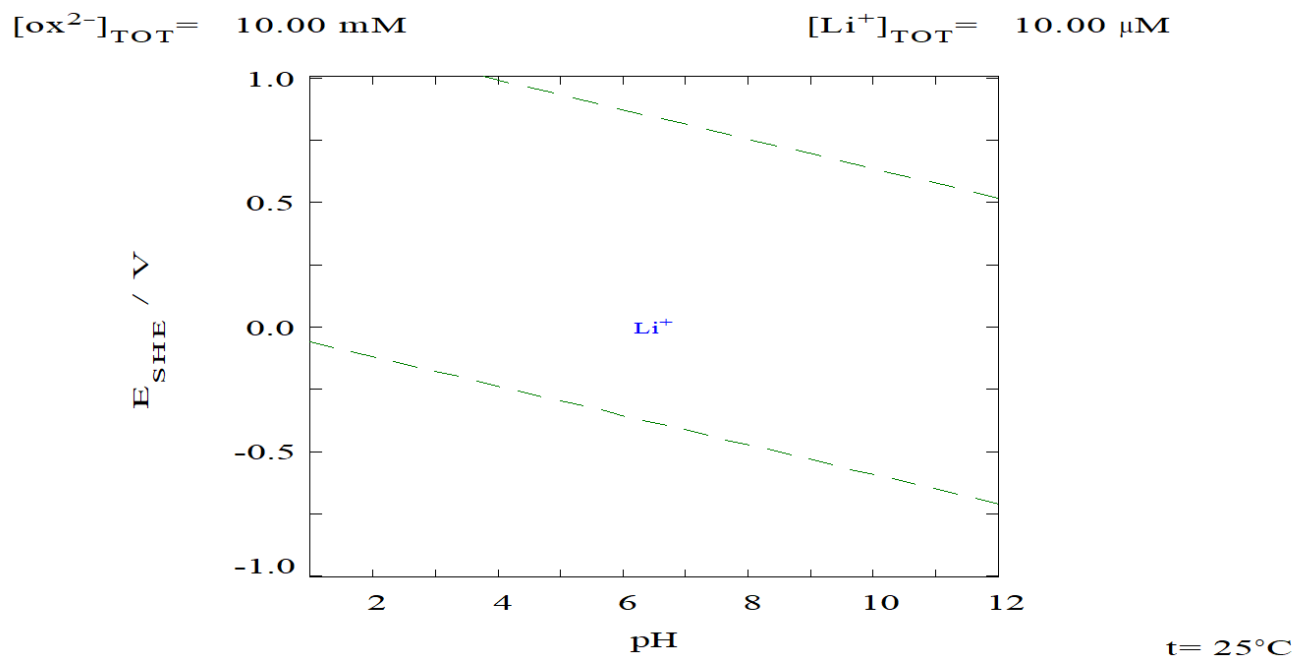


Figura 2.5. Diagrama de Pourbaix para el oxalato de litio.

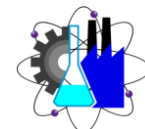
Por lo anterior, en condiciones típicas de lixiviación de la masa negra con el ácido oxálico, donde el pH puede encontrarse entre 1 y 3, se concluye que:

- El Ni^{2+} , Mn^{2+} y Co^{2+} son estables en la solución desde el punto de vista redox, pero al estar presente el $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, precipitan como oxalatos.
- El litio permanece como Li^+ estable en todo el rango acuoso (no es redox-activo).

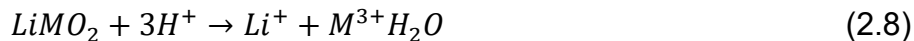
2.6. Precipitación de oxalatos y formación de citrato de litio

El material de cátodo tipo NMC pertenece a la familia de óxidos laminares, donde los cationes de litio ocupan capas octaédricas alternadas con capas que contienen los metales de transición. El litio se encuentra débilmente enlazado en comparación con los metales de transición, lo que facilita su extracción mediante procesos de lixiviación.

La lixiviación en medio compuesto por ácido cítrico y ácido oxálico genera un entorno ácido capaz de promover la disolución parcial del óxido, el cual forma enlaces iónicos con el protón



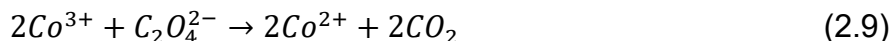
hidrógeno (H^+), formándose un ácido conjugado; lo anterior, se puede representar de forma simplificada conforme la Ecuación 2.8.



donde $M = Ni, Mn, Co$.

El ataque ácido induce la extracción preferencial del litio debido a su mayor movilidad iónica y menor energía de enlace en comparación con los metales de transición. Este fenómeno ha sido descrito como un proceso controlado por difusión a través de la capa límite sólido-líquido [49].

El ácido oxálico desempeña un papel dual en el sistema de lixiviación. En primer lugar, actúa como agente reductor, particularmente frente a especies de Co^{3+} y Ni^{3+} presentes en la matriz del NMC. El ion oxalato ($C_2O_4^{2-}$) se oxida a CO_2 mientras reduce los metales de transición a estados divalentes más estables en solución, tal como lo describe la Ecuación 2.9 para el cobalto.



En segundo lugar y como se observa de la Ecuación 2.10, el oxalato favorece la precipitación selectiva de los metales de transición como oxalatos insolubles.

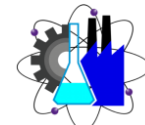


donde M son los metales de transición.

La baja solubilidad de NiC_2O_4 , MnC_2O_4 y CoC_2O_4 desplaza el equilibrio de disolución hacia la derecha, facilitando la separación sólido-líquido y dejando el litio predominantemente en la fase acuosa [50], [51]. Es importante destacar que el litio no forma un oxalato insoluble bajo estas condiciones, debido a la alta solubilidad del $Li_2C_2O_4$, lo que constituye la base de la selectividad del proceso.

El ácido cítrico es un ácido tricarbóxico con capacidad quelante y se disocia progresivamente en función del pH, como se muestra en las Ecuaciones 2.11 a 2.13.





donde el ion que forma el complejo es el citrato Cit^{3-} .

A valores de pH comprendidos entre 4 y 6, la especie predominante Cit^{3-} puede coordinarse electrostáticamente con tres cationes Li^+ , formando citrato de litio, tal como lo describe la Ecuación 2.14.



La formación del complejo citrato contribuye a estabilizar el litio en solución y la elevada solubilidad del citrato de litio en agua permite su recuperación posterior mediante evaporación controlada o cristalización inducida [52].

2.7. Recuperación de litio de baterías de desecho mediante lixiviación con ácidos orgánicos

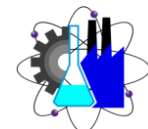
Los métodos tradicionales emplean ácidos minerales como el ácido sulfúrico y el ácido clorhídrico; sin embargo, estos presentan grandes desventajas como alta toxicidad, generación de residuos peligrosos y elevado consumo energético. Por lo tanto, en la última década ha surgido y se ha mantenido un alto interés en el uso de ácidos orgánicos, destacando el ácido cítrico y el ácido oxálico. En la Tabla 2.5 se presentan los porcentajes de recuperación de litio que se han reportado en la literatura usando ácido cítrico y ácido oxálico.

Tabla 2.5. Recuperación de litio reportada en la literatura usando ácidos orgánicos.

Parámetro	Ácido cítrico	Ácido oxálico
Tipo de reacción	Quelante + reductor	Lixivante + precipitante
Selectividad	Baja	Alta
Recuperación de litio reportada	92.53–99.8% [53]	98% [54]

Entre los principales factores que afectan los mecanismos de lixiviación se encuentran:

- ✓ Concentración del agente lixivante
- ✓ Temperatura
- ✓ Relación sólido/líquido
- ✓ Tiempo de reacción
- ✓ Presencia de agentes reductores



Por lo tanto, los altos porcentajes de recuperación de litio referidos en la Tabla 2.5 fueron obtenidos bajo condiciones experimentales muy específicas; por ejemplo, el uso de ácido cítrico se ha utilizado como agente quelante, requiriéndose además la presencia de un agente reductor indirecto como el peróxido de hidrógeno.

2.8. Gestión de residuos de baterías

La gestión inadecuada de baterías al final de su vida útil genera riesgos ambientales asociados a la liberación de metales pesados, electrolitos orgánicos y compuestos fluorados. En este contexto, el reciclaje hidrometalúrgico mediante lixiviación ácida verde emerge como una alternativa tecnológica alineada con los principios de la economía circular, la química verde y la sostenibilidad industrial.

La disposición inadecuada de las baterías de iones de litio al final de su vida útil genera un impacto ambiental significativo. Estos dispositivos contienen metales como litio, níquel, manganeso y cobalto, así como electrolitos inflamables que, al ser desechados en vertederos comunes o incinerados sin control, pueden liberar sustancias tóxicas al suelo y al agua. Esto provoca la contaminación de acuíferos y afecta la biodiversidad, alterando ecosistemas terrestres y acuáticos. Además, cuando se dañan o se exponen a altas temperaturas, pueden producir incendios o explosiones, liberando gases contaminantes que contribuyen al deterioro de la calidad del aire [55].

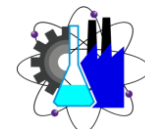
En el ámbito social, la gestión inadecuada de estas baterías representa un riesgo para la salud pública. Las comunidades cercanas a basureros o sitios de disposición informal pueden verse expuestas a metales pesados y compuestos químicos peligrosos, lo que incrementa la probabilidad de enfermedades respiratorias, dérmicas y neurológicas [56]. Asimismo, en contextos donde el reciclaje se realiza de manera informal y sin medidas de seguridad adecuadas, los trabajadores están expuestos a condiciones laborales riesgosas, sin la protección necesaria frente a sustancias tóxicas y posibles incendios [57].

Desde la perspectiva económica, el desecho inadecuado de baterías de iones de litio implica la pérdida de materiales valiosos que podrían recuperarse mediante procesos de reciclaje eficientes. La falta de sistemas adecuados de recolección y tratamiento no solo incrementa los costos asociados a la remediación ambiental y a la atención en salud pública, sino que también



desaprovecha recursos estratégicos cuya extracción primaria es costosa y ambientalmente intensiva. En contraste, una gestión adecuada y el impulso a la economía circular podrían generar empleo, fomentar la innovación tecnológica y reducir la dependencia de la extracción minera, contribuyendo así a un desarrollo más sostenible [58].

En México, la recolección formal de baterías de iones de litio es limitada y muchas veces depende de campañas puntuales de universidades, tiendas y eventos de reciclaje, pero no existe un sistema masivo nacional; por otro lado, la infraestructura local para reciclar baterías, especialmente de gran volumen como las de vehículos eléctricos, es muy incipiente o casi inexistente, por lo que se tendría que exportar este material para su tratamiento, lo que encarece todo el proceso y resta eficiencia ambiental. El rápido crecimiento de vehículos eléctricos y dispositivos electrónicos implica que el volumen de baterías de iones de litio al final de su vida útil aumentará significativamente, lo que debe presionar a dependencias como LitoMx para desarrollar soluciones integrales de reciclaje y reutilización.



CAPITULO 3. DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA

De acuerdo con lo comentado en los capítulos 1 y 2, la demanda de baterías de iones de litio ha generado un incremento significativo en la producción y, en consecuencia, en la acumulación de baterías al final de su vida útil. Este escenario plantea no solo un desafío ambiental asociado a la gestión de residuos peligrosos, sino también una oportunidad estratégica para recuperar metales críticos como el litio, cuyo suministro es fundamental para la transición energética y el desarrollo tecnológico sostenible.

En este contexto, la recuperación eficiente del litio a partir de baterías de desecho se posiciona como una alternativa clave dentro del modelo de economía circular. Entre las diferentes rutas de reciclaje como pirometalurgia, mecánica e hidrometalurgia, la lixiviación ácida destaca por su alta eficiencia de extracción, menor consumo energético y mayor selectividad; sin embargo, los métodos tradicionales emplean ácidos minerales fuertes y reactivos agresivos que pueden generar impactos ambientales significativos.

La lixiviación ácida verde surge como una estrategia innovadora que integra principios de química sostenible, utilizando agentes reactivos menos tóxicos, biodegradables o provenientes de fuentes renovables, como ácidos orgánicos (ácido cítrico y ácido oxálico). Esta metodología busca optimizar la recuperación del litio minimizando la generación de residuos secundarios, reduciendo la huella ambiental del proceso y mejorando su viabilidad económica e industrial.

En éste capítulo se aborda la metodología propuesta para la recuperación eficiente del litio de baterías de desecho mediante lixiviación ácida verde. El enfoque metodológico se fundamenta en criterios de eficiencia, sostenibilidad y escalabilidad industrial, con el objetivo de contribuir al desarrollo de procesos de reciclaje más limpios y competitivos.

La metodología propuesta se divide en 5 etapas. En la etapa 1, se diseña e implementa un reactor experimental, basado tanto en hardware como en software, el cual incorpora elementos tangibles e intangibles para la evaluación de los procedimientos experimentales a realizar; en la etapa 2, se analiza el desmantelamiento de baterías de iones de litio hasta la separación de electrodos; en la etapa 3 se analiza la preparación de la muestra de cátodo a tratar; en la etapa 4 se propone el diseño experimental para la recuperación selectiva del litio mediante procedimientos de lixiviación ácida, utilizando reactivos de química verde y, finalmente en la

etapa 5 se analiza la caracterización de la muestra lixiviada por la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica.

3.1. Etapa 1. Diseño e implementación de reactor experimental

En esta etapa se aborda el diseño e implementación de un reactor destinado a llevar a cabo procesos de lixiviación de cátodos recuperados de baterías en desecho, con el objetivo de optimizar la recuperación eficiente y selectiva del litio. Se propone un sistema que garantice condiciones controladas de reacción, favorezca la transferencia de masa y energía, y permita proyectar la escalabilidad del proceso. Asimismo, se consideran criterios de seguridad, sostenibilidad y viabilidad técnica para el desarrollo de una solución tecnológica orientada al aprovechamiento responsable de recursos estratégicos.

En la Figura 3.1 se puede observar el diagrama de bloques que componen el diseño de un reactor experimental, donde el hardware es el elemento central donde se lleva a cabo el proceso de lixiviación para la recuperación selectiva del litio, mientras que el software recibe la información proveniente del hardware a través del puerto serial, y le da tratamiento dentro del código para tabular, graficar y exportar a Excel el perfil experimental de cada proceso de lixiviación que se lleve a cabo.

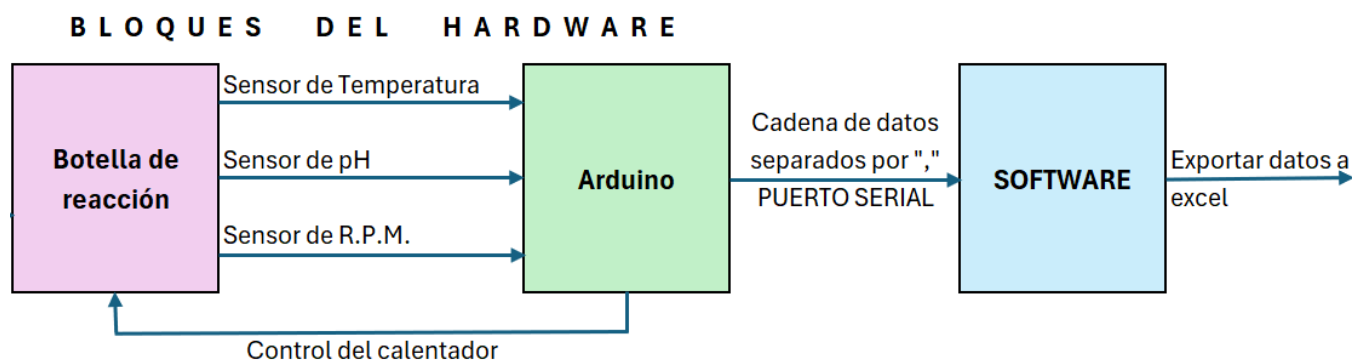


Figura 3.1. Diagrama de bloques que integran el diseño propuesto de reactor experimental.

El diseño del hardware toma como base una botella de reacción de 250 ml de doble capa. Como puede observarse en la Figura 3.2, la doble capa es útil para hacer circular un fluido a una temperatura controlada sin entrar en contacto directo con la solución en reacción, transfiriéndole el calor, mientras que las bocas permiten el ingreso de los sensores de temperatura y pH, así como de los reactivos.

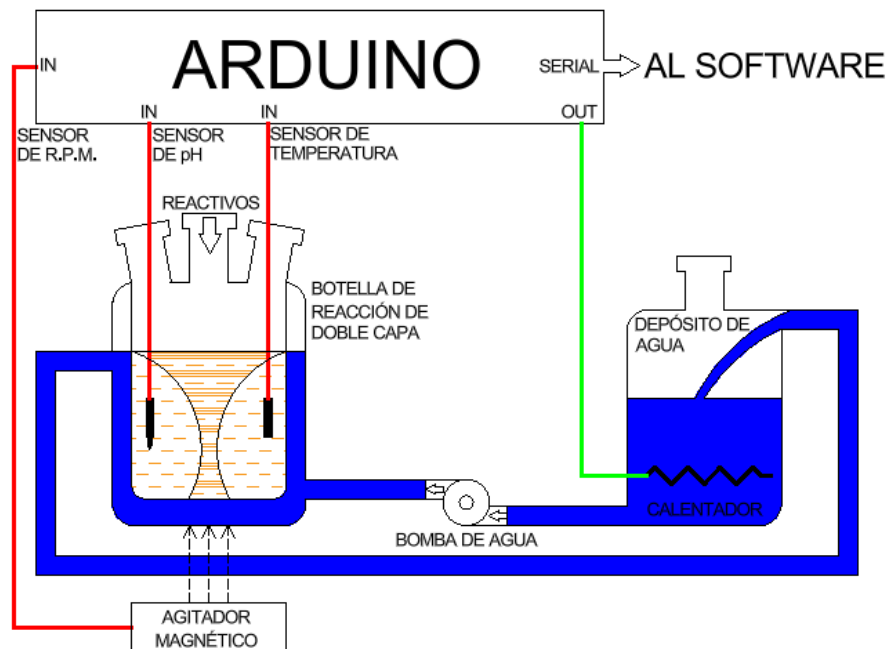


Figura 3.2. Diagrama esquemático del hardware [59].

Debajo de la botella de reacción se ha proyectado un módulo de agitación magnética de velocidad variable. El control y monitoreo de la temperatura, así como el monitoreo del pH y la velocidad de agitación se realiza por medio de una placa de Arduino. Dentro del código de Arduino, se programa la temperatura deseada, la cual es medida por un sensor introducido por una de las bocas de la botella de reacción, haciendo contacto directo con la solución; cuando la temperatura medida es menor que la temperatura programada en el código de Arduino, a través de una de sus salidas se hace encender el calentador y se hace apagar cuando la temperatura medida es igual a la temperatura programada. Durante la caracterización del sensor de temperatura, se utilizó un termómetro láser comercial para realizar la calibración correspondiente, tal como se observa en la Figura 3.3. La temperatura medida es enviada al puerto serial de Arduino dentro de una cadena de caracteres.



Figura 3.3. Calibración del sensor de temperatura.

El monitoreo de pH se realiza por medio de un sensor introducido por otra de las bocas de la botella de reacción, el cual previamente fue caracterizado por estándares de pH y tiras reactivas (Figura 3.4) para el tratamiento adecuado de la señal dentro del código de Arduino; la respuesta de este sensor durante la caracterización se puede observar en la Tabla 3.1 y en la Figura 3.5 se presenta la curva de calibración, así como la ecuación y el coeficiente de determinación correspondientes. El parámetro de pH va a estar determinado por la cantidad y concentración de los agentes ácidos y oxidantes que se ingresen al proceso, lo cual se requiere hacer de forma manual en esta primera versión del reactor. Una vez calculado el valor de pH por el Hardware, éste dato también es enviado a la cadena de caracteres del puerto serial.



Figura 3.4. Estándares de pH y tiras reactivas usadas en la caracterización del sensor de pH.

En cuanto al monitoreo de la agitación, previamente el controlador del agitador magnético fue caracterizado midiendo la velocidad en función de la posición del potenciómetro de control, y por medio del código de Arduino se calculan las revoluciones por minuto (rpm), dato que también se envía a la cadena de caracteres del puerto serial.

Tabla 3.1. Respuesta del sensor de pH durante su caracterización.

Estándar de pH	Lectura 1 (V)	Lectura 2 (V)	Lectura 3 (V)	Media	DE
4	3.96	3.96	3.97	3.96	0.006
6.86	3.71	3.71	3.72	3.71	0.006
9.18	3.53	3.53	3.54	3.53	0.006

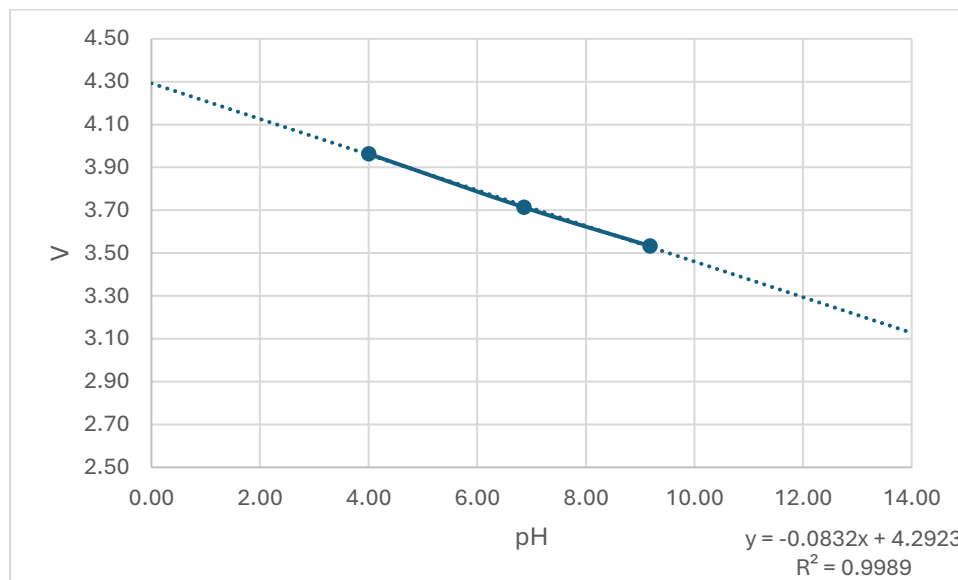
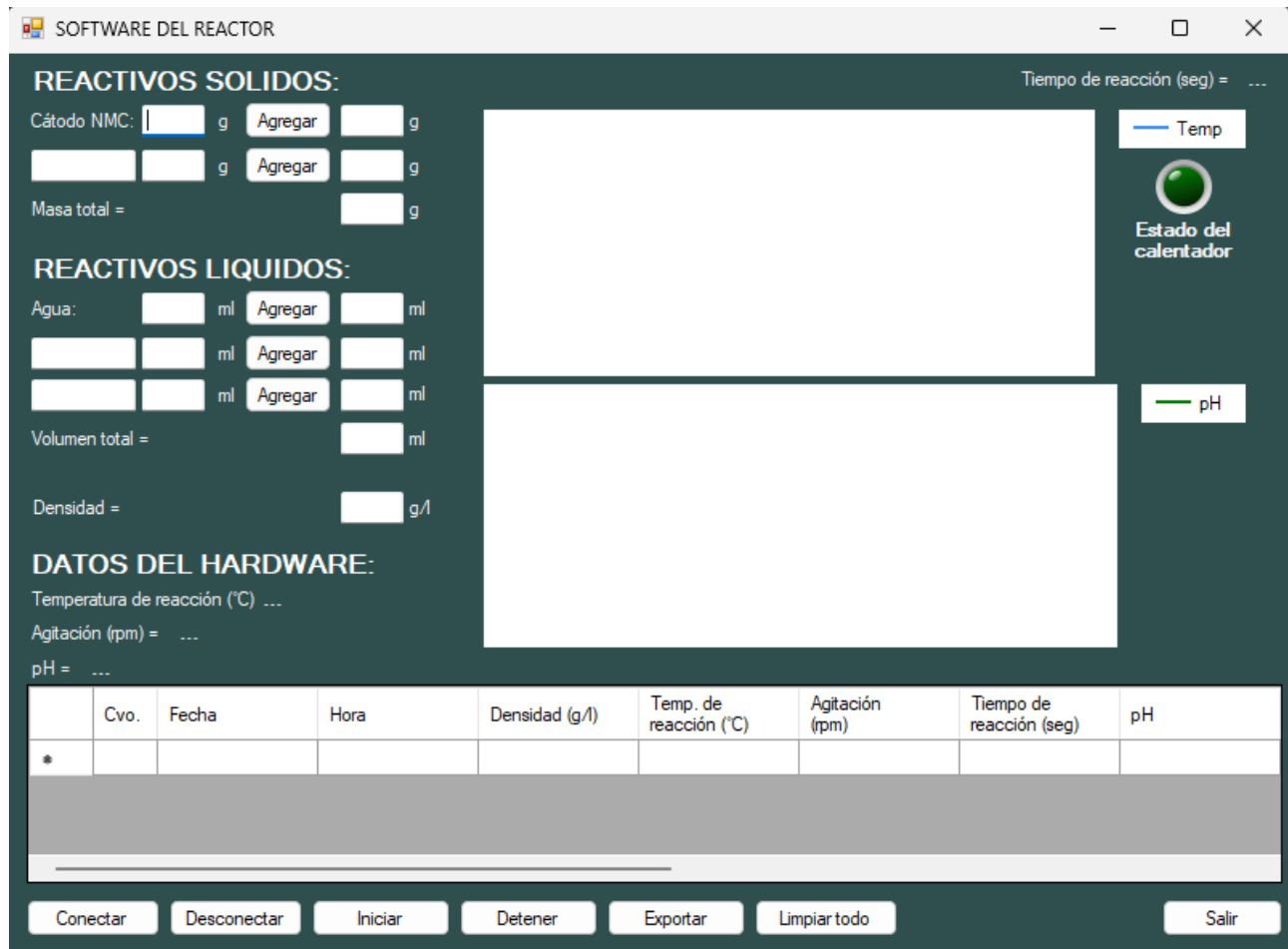


Figura 3.5. Curva de calibración del sensor de pH.

El software se desarrolló en el entorno de programación C# de Visual Studio, utilizando el marco de interfaz de Windows Forms; éste desarrollo tiene la finalidad de recibir, graficar y tabular la información enviada por hardware a través del puerto serial a una tasa de muestreo de 1 cadena de datos por segundo. El software se encarga de separar los datos de la cadena de información recibida y les da tratamiento dentro del código para su representación gráfica y tabulación. Los parámetros de tiempo de reacción y densidad de la solución son calculados dentro del código del software, como se puede observar en la Figura 3.6.



SOFTWARE DEL REACTOR

REACTIVOS SOLIDOS:

Cátodo NMC: g g

g g

Masa total = g

REACTIVOS LIQUIDOS:

Agua: ml ml

ml ml

ml ml

Volumen total = ml

Densidad = g/l

DATOS DEL HARDWARE:

Temperatura de reacción (°C) ...

Agitación (rpm) = ...

pH = ...

Tiempo de reacción (seg) = ...

	Cvo.	Fecha	Hora	Densidad (g/l)	Temp. de reacción (°C)	Agitación (rpm)	Tiempo de reacción (seg)	pH
*								

Conectar Desconectar Iniciar Detener Exportar Limpiar todo Salir

Estado del calentador

Temp

pH

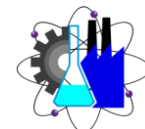
Figura 3.6. Diseño de la ventana del software.

La importancia de esta etapa radica en que se desarrolla una herramienta tecnológica con la que se pueden estudiar los mecanismos de reacción de procesos de lixiviación de metales, registrando en tiempo real los parámetros experimentales que influyen en la eficiencia de recuperación de minerales estratégicos, como temperatura, pH, agitación y densidad de la solución.

3.2. Etapa 2. Desmantelamiento de baterías de litio

Se consideran los siguientes criterios que deben ser tomados en cuenta para llevar a cabo el desmantelamiento baterías de iones de litio desde una perspectiva del desarrollo sostenible:

- Prevención de riesgos, minimizando la probabilidad de incendios y emisiones.
- Economía circular, maximizando la recuperación de materiales.
- Eficiencia energética, reduciendo el uso de recursos durante el proceso.



- Gestión ambiental, controlando emisiones atmosféricas (sustancias volátiles) y residuos sólidos.
- Cumplimiento normativo, alineándose con la normatividad ambiental y de seguridad.

Esta etapa comienza con la recepción y clasificación de baterías de desecho conforme al estado de carga residual, integridad y composición química, considerándose clave para que el reciclaje sea seguro, eficiente y permita la recuperación del litio. En la Tabla 3.2 se indican las consideraciones por las cuales se deben clasificar las baterías de iones de litio que llegan al final de su vida útil.

Una vez clasificadas y almacenadas adecuadamente las baterías de iones de litio se procede con la verificación del estado de carga residual, y cuando aplique, realizar un procedimiento de descarga controlada para evitar sobrecalentamientos, recomendándose un enfoque sostenible donde se aproveche la energía durante la descarga cuando sea viable.

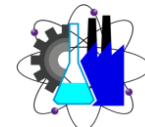
Luego de verificar que las baterías se encuentran en un estado de descarga seguro, se procede con el desmantelamiento iniciando con el retiro de la cubierta plástica, trabajando en un área ventilada y sobre una superficie no conductora, debiéndose utilizar guantes, gafas de protección y herramientas de plástico. Algunas baterías vienen con la cubierta termo-sellada o pegada, y el proceso puede requerir calor controlado con equipo especializado, por lo que el procedimiento a seguir será de acuerdo con el tipo de ensamblaje que haya empleado el fabricante; en este procedimiento y considerando un enfoque sostenible, se recomiendan los sistemas cerrados para evitar emisiones de electrolitos volátiles.

El siguiente procedimiento es desconectar y retirar la circuitería que controla la operación de la batería, de donde se puede recuperar el cobre de los cables de conexión. Posteriormente, las pilas se deben desagrupar, que de acuerdo con su capacidad y voltaje definidos en la etiqueta, pueden observarse conexiones en serie y paralelo; esta interconexión normalmente se hace con láminas de aluminio soldadas a las terminales. Se continúa retirando la cubierta plástica de cada pila y nuevamente se debe verificar el estado de carga residual, y en su caso, completar la descarga correspondiente. El plástico, cobre y aluminio recuperados deben separarse y disponerse adecuadamente para su reciclaje. Este procedimiento termina al seccionar la envoltura metálica y extraer los electrodos para su separación, clasificación y almacenaje.

Para la optimización de este proceso de desmantelamiento, separación, clasificación y almacenaje de electrodos a macro escala, es recomendable la implementación de políticas y normas de fabricación donde se especifique con precisión la composición química, y que además, el ensamble favorezca un desmantelamiento eficiente y mecanizado con un diseño que brinde la posibilidad de reemplazar pilas de forma individual para incrementar la vida útil de la batería, ya que con mucha frecuencia, el desempeño de la batería se reduce considerablemente por el daño en una sola pila, teniendo que ser desechada por completo.

Tabla 3.2. Importancia de la clasificación de baterías de iones de litio al final de su vida útil para la optimización de los procesos de lixiviación y recuperación de litio.

Aspecto	Fundamento técnico de la clasificación	Implicaciones en el proceso de recuperación del litio
Seguridad	Las baterías de iones de litio pueden conservar carga residual y presentar inestabilidad térmica, riesgo de corto circuito interno y potencial de fuga térmica.	La clasificación por estado de carga e integridad estructural minimiza riesgos de incendio y explosión durante la recolección, transporte, almacenamiento y pretratamiento mecánico.
Composición química	Existen diferentes tipos de baterías de iones de litio, cada una con distinta composición catódicas (LFP, NMC, LCO, NCA) y variaciones significativas en la proporción de litio y metales estratégicos.	La clasificación por tipo de batería permite seleccionar rutas de tratamiento específicas, optimizando la recuperación selectiva de litio y otros metales críticos.
Eficiencia	La composición homogénea del material de cátodo es un factor determinante en la optimización de los procesos de recuperación de litio.	La clasificación adecuada reduce la contaminación cruzada, aumenta la eficiencia en los procesos de recuperación y purificación del litio.
Sostenibilidad	La disposición inadecuada de baterías puede generar lixiviación de metales y compuestos tóxicos. Asimismo, la extracción primaria de litio implica impactos hídricos y energéticos significativos.	La correcta clasificación favorece el reciclaje eficiente, reduce la presión sobre la minería primaria y contribuye a la disminución de la huella ambiental asociada a la cadena de suministro del litio.
Cumplimiento normativo y trazabilidad	Las baterías agotadas son consideradas residuos especiales o peligrosos en múltiples marcos regulatorios internacionales.	La clasificación facilita la trazabilidad, el cumplimiento de la normativa vigente y la integración de las baterías en esquemas de economía circular.

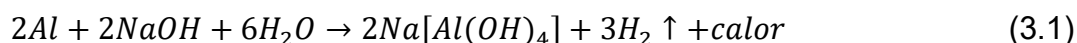


3.3. Etapa 3. Preparación de la masa negra de cátodo

Durante el desmantelamiento y separación de los electrodos, el material activo del cátodo se encuentra adherido a un colector de corriente de aluminio mediante un aglutinante polimérico, generalmente fluoruro de polivinilideno (PVDF).

En esta etapa se describe la obtención de masa negra de cátodo mediante la disolución selectiva del aluminio empleando hidróxido de sodio ($NaOH$), seguida de un proceso de filtración y tratamiento térmico a $600\text{ }^{\circ}C$ durante 4 h para la eliminación de aglutinantes y restos de electrolito, el cual comúnmente contiene sales como $LiPF_6$ disueltas en carbonatos orgánicos.

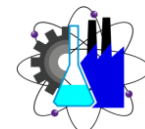
El aluminio es un metal que reacciona vigorosamente en medio alcalino formando aluminato soluble y liberando hidrógeno gaseoso; esta reacción en solución de $NaOH$ se describe mediante la Ecuación 3.1.



Este proceso se caracteriza por:

- Reacción exotérmica fuerte. Considerando un enfoque sostenible, el calor liberado durante esta reacción, puede ser aprovechado para precalentar el agua que se utilizará en el siguiente proceso, donde se requieren temperaturas superiores a los $50^{\circ}C$ para la lixiviación del litio.
- Formación de aluminato de sodio soluble, el cual puede utilizarse como materia prima para obtener aluminio metálico.
- Liberación de hidrógeno gaseoso, debiéndose considerar su confinación y almacenamiento, ya que es considerado un combustible limpio con cero emisiones.
- Alta selectividad frente a los óxidos NMC, que permanecen insolubles.

El calor liberado favorece la cinética de disolución, aunque requiere control térmico para evitar ebullición. Bajo condiciones controladas (concentraciones moderadas de hidróxido de sodio y temperatura mayor a $60\text{ }^{\circ}C$), los óxidos NMC presentan estabilidad relativa frente al ataque alcalino, lo que permite la separación selectiva del colector de aluminio sin disolver significativamente los metales de transición.



El tratamiento térmico posterior de la muestra filtrada tiene como objetivos:

- Evaporación de solventes orgánicos residuales.
- Descomposición del PVDF (400–500 °C).
- Eliminación de residuos fluorados derivados del electrolito.
- Obtención de una masa negra de cátodo estabilizada.
- Pulverización de la muestra.

3.4. Etapa 4. Diseño experimental

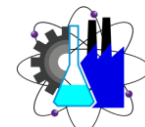
En esta etapa se describe el diseño experimental propuesto para evaluar el proceso de lixiviación de masa negra proveniente de baterías de iones de litio tipo NMC que han llegado al final de su vida útil, empleando como agentes lixiviantes ácido cítrico y ácido oxálico.

El objetivo principal es determinar la influencia de las variables operativas sobre la eficiencia de extracción selectiva del litio frente a los metales de transición, así como establecer las condiciones experimentales óptimas del proceso mediante modelado estadístico.

Se empleó un diseño factorial completo 3^4 , con cuatro factores evaluados en tres niveles codificados (-1, 0, +1). Este diseño permitirá:

- Evaluar efectos principales.
- Analizar interacciones entre variables.
- Detectar posibles efectos cuadráticos.
- Ajustar un modelo matemático predictivo.
- Optimizar las condiciones de lixiviación mediante metodología de superficie de respuesta.

El diseño propuesto completo contempla $3^4 = 81$ pruebas experimentales, mismas que se podrán realizar en orden aleatorio para minimizar efectos sistemáticos y sesgos experimentales; sin embargo, en este trabajo, se seleccionó la primera prueba experimental como una prueba de concepto, tomando como criterio las condiciones experimentales reportadas previamente en otros trabajos [60], dejando para un trabajo futuro completar el resto de pruebas experimentales con el propósito de lograr la optimización.



Para el diseño experimental, se seleccionaron cuatro factores que influyen directamente en la cinética de disolución y la eficiencia del proceso, tal como se indica en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3. Factores y niveles del diseño experimental propuesto.

Factor	Variable	Nivel -1	Nivel 0	Nivel +1
A	Temperatura (°C)	50	70	90
B	Tiempo de reacción (min)	120	150	180
C	Concentración de ácido cítrico (M)	0.5	1	1.5
D	Concentración de ácido oxálico (M)	0.6	0.8	1

La temperatura incrementa la energía cinética del sistema y favorece la ruptura de enlaces en la estructura del material activo; el tiempo de reacción determina el grado de conversión del sólido y la extensión de la lixiviación; la concentración de ácido cítrico actúa como agente complejante formando citratos metálicos solubles; mientras que, la concentración de ácido oxálico favorece mecanismos de complejación y posible reducción parcial del sistema, influyendo en la disolución selectiva.

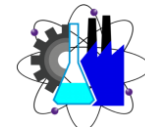
Con el fin de reducir la complejidad del diseño experimental y aislar los efectos de las variables principales, se establecieron condiciones operativas constantes para ciertos parámetros:

- Relación sólido/líquido: 40 g/L.
- Agitación constante a 500 rpm.
- pH: determinado naturalmente por las concentraciones de los ácidos empleados y constantemente monitoreado por el reactor experimental diseñado.
- A presión atmosférica.

La fijación de la relación S/L y la agitación constante permite minimizar limitaciones por transferencia de masa externa y mantener condiciones homogéneas en todos los ensayos.

Las variables de respuesta a evaluar son:

- Eficiencia de extracción del litio.
- Eficiencia de extracción del níquel.
- Eficiencia de extracción del manganeso.



- Eficiencia de extracción del cobalto.
- Selectividad del proceso de extracción del litio.
- Consumo de recursos.

Los resultados experimentales se podrán ajustar a un modelo polinómico de segundo orden, como el de la Ecuación 3.2.

$$Y = \beta_0 + \sum \beta_i X_i + \sum \beta_{ii} X_i^2 + \sum \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (3.2)$$

donde Y representa la variable respuesta, X_i corresponde a las variables independientes codificadas, β son los coeficientes de modelo y ε es el error experimental.

Este diseño experimental propuesto permitirá:

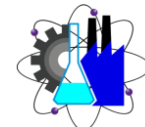
- Identificar las variables críticas que afectan la extracción selectiva del litio.
- Evaluar posibles interacciones entre temperatura y concentración de ácidos.
- Establecer un modelo matemático predictivo del proceso.
- Determinar condiciones óptimas para la recuperación de metales estratégicos presentes en baterías de desecho tipo NMC mediante lixiviación con ácidos orgánicos.

Con el propósito de evaluar la consistencia de resultados, cada prueba experimental se debe repetir al menos en triplicado, manteniendo las mismas condiciones y reportar la media \pm DE.

3.5. Etapa 5. Caracterización de la muestra lixiviada

Esta metodología considera la técnica analítica de Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) para llevar a cabo la caracterización de las muestras lixiviadas. Para muestras provenientes de un proceso de lixiviación de masa negra de baterías tipo NMC, la EAA permite cuantificar iones de litio (Li^+) y metales de transición una vez que la matriz sólida está disuelta y los analitos están en solución acuosa.

Una vez terminado el proceso de lixiviación de la masa negra, el licor lixiviado obtenido se filtra a través de una membrana de 0.45 μm para separar sólidos no disueltos, obteniendo una solución apta para el análisis instrumental. El licor filtrado se transfiere a un matraz aforado de 100 ml y se ajusta con agua desionizada hasta su aforo correcto, garantizando un volumen preciso para los posteriores cálculos de concentración. Si las concentraciones esperadas son



altas, se debe diluir la muestra con la solución que se usó en la lixiviación, tantas veces sea necesario hasta estar dentro del rango de calibración del instrumento EAA. Proceder como se indica a continuación:

- Preparar al menos 5 estándares multi elementales en un rango adecuado.
- Incluir un blanco de matriz (ácido cítrico/oxálico) y un blanco de ácido nítrico para compensar posibles efectos de matriz.
- Construir curva de calibración para cada elemento.
- Verificar linealidad ($R^2 \geq 0.995$), límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ).
- Analizar las soluciones de muestra y estándares bajo condiciones instrumentales específicas (longitud de onda, flujo de gas, etc.).
- Repetir cada medición al menos en triplicado y reportar la media \pm DE.
- Aplicar correcciones de matriz si son necesarias.

La eficiencia de recuperación (%) del litio, níquel, manganeso y cobalto se determinan de acuerdo con las Ecuaciones 3.3, 3.4, 3.5 y 3.6, respectivamente.

$$\eta_{Li} = \frac{C_{Li,medida} \cdot V_{sol}}{m_{muestra} \cdot \omega_{Li}} \times 100 \quad (3.3)$$

$$\eta_{Ni} = \frac{C_{Ni,medida} \cdot V_{sol}}{m_{muestra} \cdot \omega_{Ni}} \times 100 \quad (3.4)$$

$$\eta_{Mn} = \frac{C_{Mn,medida} \cdot V_{sol}}{m_{muestra} \cdot \omega_{Mn}} \times 100 \quad (3.5)$$

$$\eta_{Co} = \frac{C_{Co,medida} \cdot V_{sol}}{m_{muestra} \cdot \omega_{Co}} \times 100 \quad (3.6)$$

y, de forma general, se tiene la siguiente Ecuación 3.7:

$$\eta_x = \frac{C_{x,medida} \cdot V_{sol}}{m_{muestra} \cdot \omega_x} \times 100 \quad (3.7)$$

donde $C_{x,medida}$ es la concentración de x elemento determinada por EAA (mg/L), V_{sol} es el volumen al cual se afora la muestra lixiviada (L), $m_{muestra}$ es la masa negra de cátodo original que se lleva a lixiviación (mg) y ω_x es la proporción en la que se encuentra el x elemento en la masa negra de cátodo original (%), ver Tabla 2.3.



Finalmente, el porcentaje de selectividad S_{Li} en la que se recupera el litio con respecto a los metales de transición se determina de acuerdo con la Ecuación 3.8.

$$S_{Li} = \frac{\eta_{Li} \cdot m_{Li} / MM_{Li}}{\sum \eta_j \cdot m_j / MM_j} \times 100 \quad (3.8)$$

donde m_{Li} es la masa del litio presente en la masa negra original (g), MM_{Li} es la masa molar del litio (g/mol), η_j , m_j y MM_j son la eficiencia de recuperación, masa presente en la masa negra de cátodo original y masa molar, respectivamente, de cada uno de los metales de transición (Ni, Mn y Co).

CAPITULO 4. APLICACIÓN Y RESULTADOS

En este capítulo se presenta la validación preliminar (prueba de concepto) de la metodología propuesta en el capítulo 3, para la recuperación de litio a partir de baterías de desecho tipo NMC. En cuanto al diseño experimental propuesto en la Fase 4, en este trabajo de tesis solo se evaluó la eficiencia de recuperación selectiva del litio de una de las 81 pruebas experimentales establecidas, eligiendo los factores y niveles que, de acuerdo con lo reportado en la literatura, han demostrado elevados porcentajes de recuperación selectiva y eficiente, dejando para un trabajo futuro validar cada una de las pruebas hasta completar la matriz experimental, de tal manera que con los resultados obtenidos se pueda establecer el modelo matemático que facilite la optimización del proceso de lixiviación, empleando ácidos orgánicos (ácido cítrico y ácido oxálico) como agentes lixiviantes, evaluando a su vez los procedimientos de acuerdo con un enfoque más sostenible y ambientalmente amigable. Lo anterior, permitirá evaluar la viabilidad técnica-económica del método propuesto y su potencial de implementación en estrategias de valorización de residuos de baterías de iones de litio. A continuación, se analizan a detalle los resultados de cada uno de los procedimientos aplicados.

Se desmanteló una batería de desecho, obtenida a través de uno de los centros de acopio (Figura 4.1) de la Dirección General de Gestión Ambiental (DGGA) del Estado de Morelos, México, aplicando la Metodología establecida en el capítulo 3 del presente trabajo.



Figura 4.1. Centro de Acopio de la DGGA del Estado de Morelos.

En la Figura 4.2 se muestra la batería considerada en esta validación preliminar de la metodología propuesta, ya sin la cubierta plástica, la cual corresponde al tipo NMC ampliamente utilizada en ordenadores portátiles.

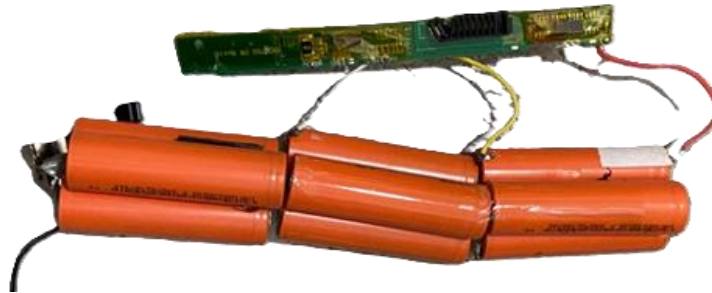


Figura 4.2. Batería de desecho de ordenador portátil.

En la Figura 4.3 se muestra el nivel de descarga residual de dos pilas que formaban parte del grupo en la batería desmantelada, donde una de ellas se encontró prácticamente descargada (0.123 V) y la otra en perfecto estado de carga (3.833 V), caso concluyente de que la batería salió de operación por un daño parcial, lo que representa un factor de afectación para la optimización de los recursos.

Para obtener la masa negra de cátodo a tratar y analizar, se utilizó una pila totalmente descargada (0.01 V), siguiendo la secuencia observada en la Figura 4.4a para la obtención del cátodo, registrando el peso de cada uno de los materiales residuales.



Figura 4.3. Estado de carga de dos pilas que formaban parte de una batería de desecho.

En la Tabla 4.1 se muestra la cantidad en peso de materiales recuperados durante el desmantelamiento y separación de electrodos de una pila: la cantidad en peso de material de cátodo fue de 11.53 g (ver Figura 4.4b). Esta información puede tomarse como referencia para estimar la cantidad de cada producto a recuperarse para un volumen específico de baterías del mismo tipo y realizar proyecciones a macro escala.

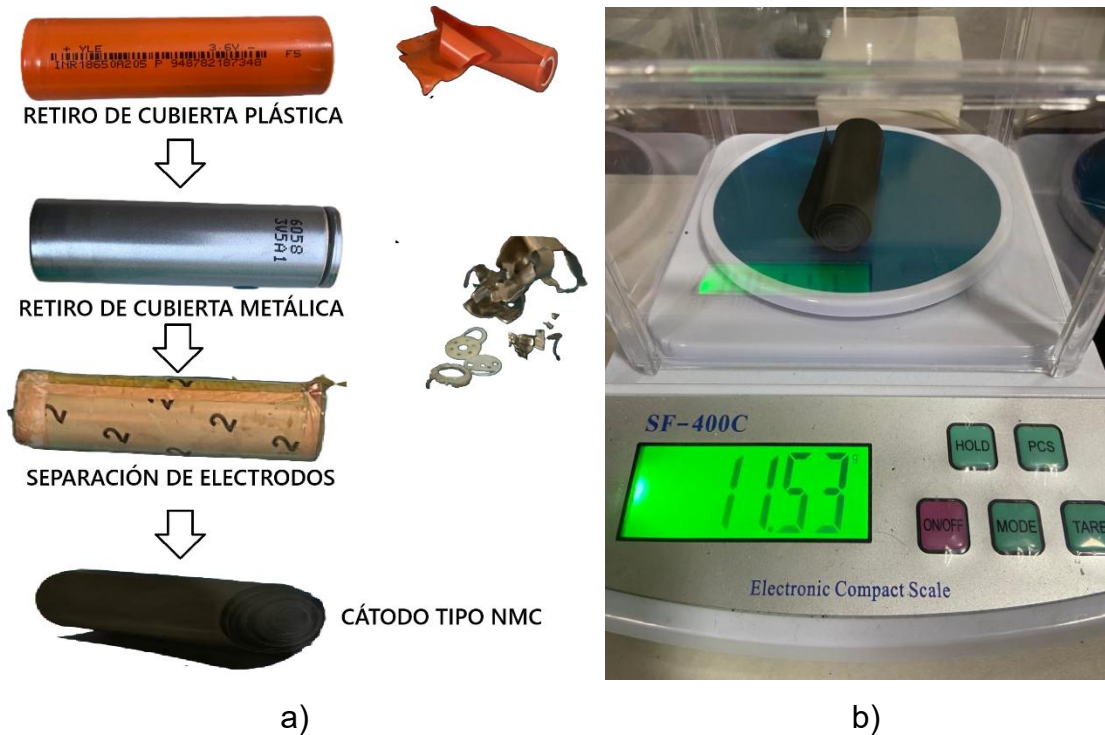


Figura 4.4 a) Secuencia del desmantelamiento y separación de electrodos de una pila de iones de litio, b) Cantidad en gramos del cátodo obtenido.

Tabla 4.1. Cantidad en gramos de materiales recuperados de una pila de iones de litio tipo NMC-18650.

Material recuperado	Peso (g)	(%)
Plásticos (cubierta plástica y aislantes)	1	2.3
Acero niquelado (cubierta metálica)	7.5	17.3
Ánodo (incluye separador y restos de electrolito)	23.4	53.9
Cátodo (incluye restos de electrolito)	11.53	26.5
Total (Masa de la pila)	43.43	100.0

Una vez realizada la separación manual entre ánodo y cátodo, este último se llevó a reacción química con una solución $NaOH$, con el objeto de disolver el aluminio y obtener aluminato de sodio, procediendo como se indica a continuación.

- i. Se colocaron 11.53 g de cátodo en el reactor experimental.
- ii. Se adicionó lentamente a la botella de reacción 100 ml de una solución de $NaOH$ al 10% bajo agitación constante hasta la desaparición visible del aluminio metálico, y al verificar la ausencia de burbujeo (por liberación de H_2) se dejó reposar por 2 horas (Figura 4.5). Durante este procedimiento, se hizo circular agua por el entre capa de la botella de reacción con la finalidad de proporcionar enfriamiento y brindar seguridad al proceso exotérmico.



Figura 4.5. Disolución del aluminio con una solución de $NaOH$.

- iii. El aluminio se transformó en aluminato de sodio soluble $Na[Al(OH)_4]$, mientras que el material activo permaneció como fase sólida suspendida. La suspensión resultante se filtró al vacío (Figura 4.6) y el sólido retenido se lavó repetidamente con agua destilada hasta alcanzar un pH cercano a la neutralidad, obteniéndose 12.06 g de masa negra húmeda libre de aluminio (Figura 4.7), la cual se colocó en una cápsula de porcelana y se calentó en una estufa hasta que dejó de salir humo blanco. Posteriormente, se calentó en la mufla a por 4 horas a $600^\circ C$ (Figura 4.8).



Figura 4.6. Filtrado al vacío del aluminato de sodio.



Figura 4.7. Masa negra de cátodo libre de aluminio.



Figura 4.8. Tratamiento térmico de la masa negra de cátodo en mufla.

- iv. La masa negra resultante libre de solventes orgánicos, restos de electrolito y aglutinante pesó 9.24 g, la cual se pulverizó en un mortero de porcelana con pistilo; de ella se tomaron 2 g y se agregaron al reactor experimental; el resto se almacenó en un desecador.
- v. En un vaso de precipitado, se preparó una solución 1M de ácido cítrico + 0.6M de ácido oxálico, obteniéndose como resultado un pH de 2 en la solución ácida, (Figura 4.9) la cual se utilizó como agente lixivante. Se fijó la temperatura en el reactor experimental a 50°C, adicionándose 25 ml del agente lixivante preparado a los 2 g de masa negra de cátodo, obteniéndose con ello una relación sólido/líquido de 40 g/L, iniciando con ello el proceso de lixiviación con agitación constante a 500 rpm. Las condiciones se mantuvieron así durante 120 min (Figura 4.10).

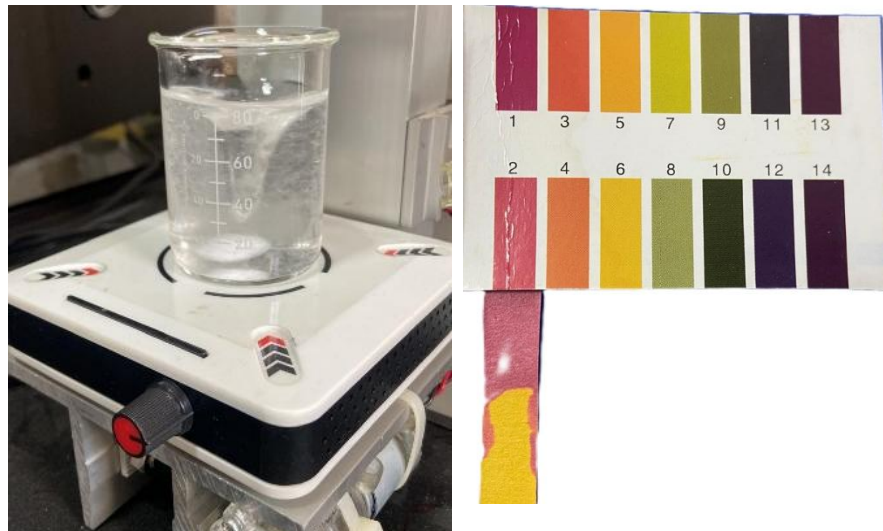


Figura 4.9. Preparación de una solución 1M de ácido cítrico + 0.6M de ácido oxálico.



Figura 4.10. Proceso de lixiviación ácida verde, en ejecución.

- vi. La solución lixiviada se filtró al vacío y con membrana de $0.45 \mu\text{m}$ para finalmente aforarla en un matraz de 100 ml con agua desionizada.
- vii. Se realizó el análisis de concentración de metales por la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica, preparándose 5 estándares de cada elemento a medir para obtener las correspondientes curvas de calibración; estas curvas de calibración se muestran en las Figuras 4.11, 4.12, 4.13 y 4.14 para el litio, níquel, manganeso y cobalto, respectivamente, y en la Tabla 4.2 se presentan los resultados, incluyendo la ecuación que modela las respuestas correspondientes.

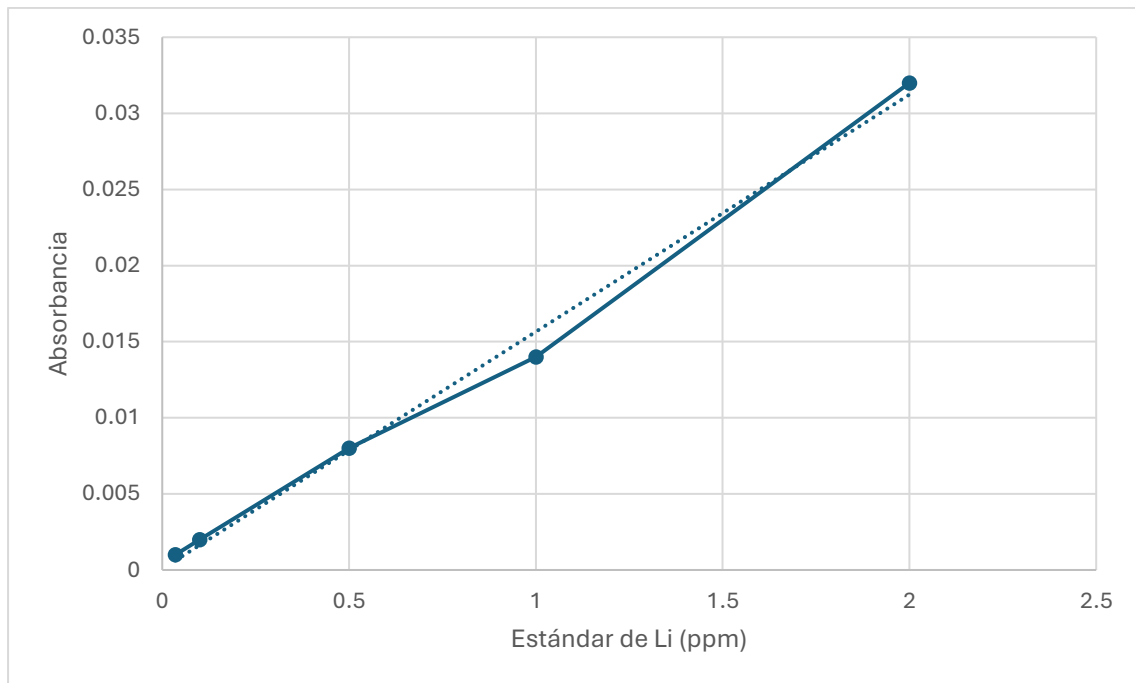


Figura 4.11. Curva de calibración del litio.

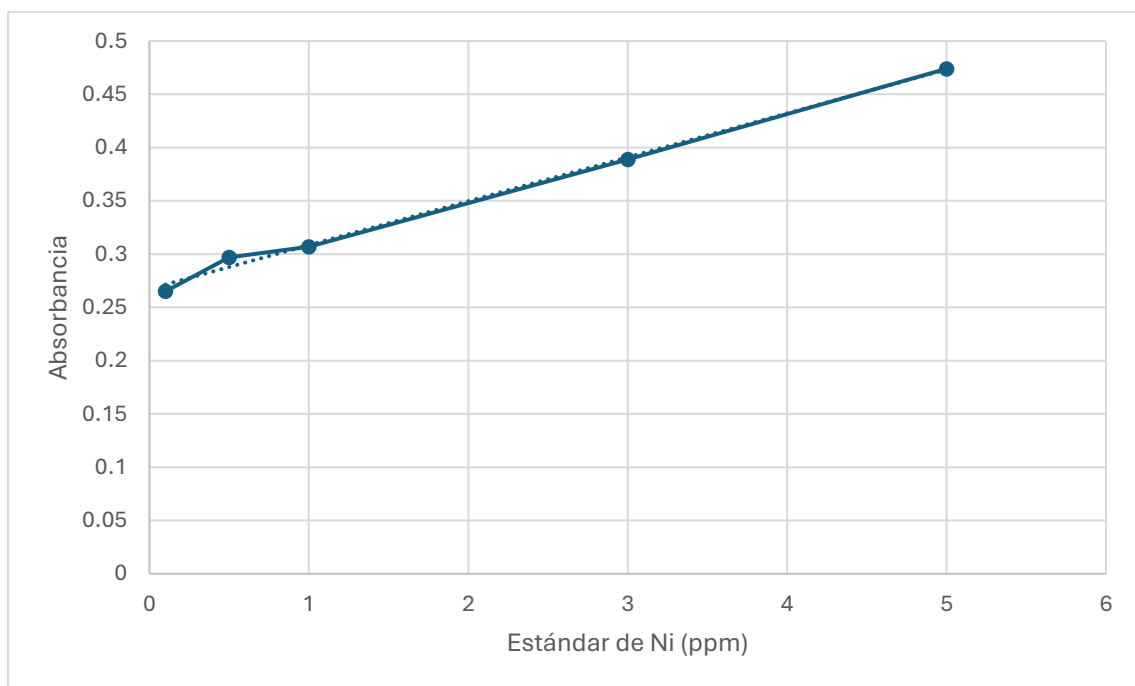


Figura 4.12. Curva de calibración del níquel.

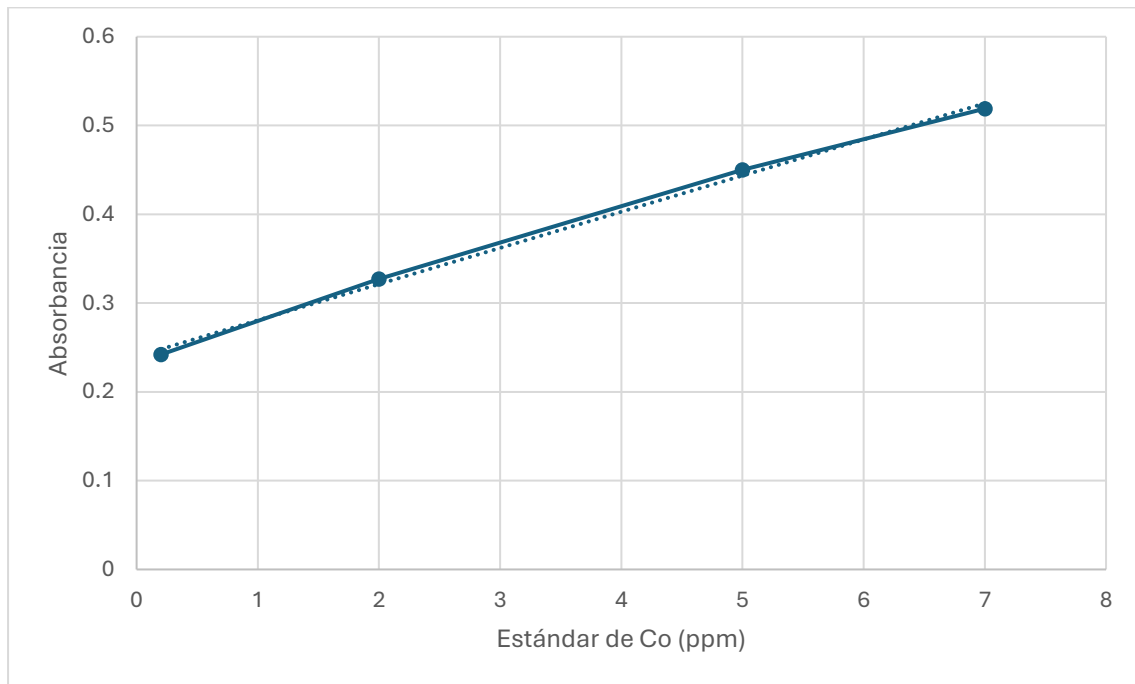


Figura 4.13. Curva de calibración del manganeso.

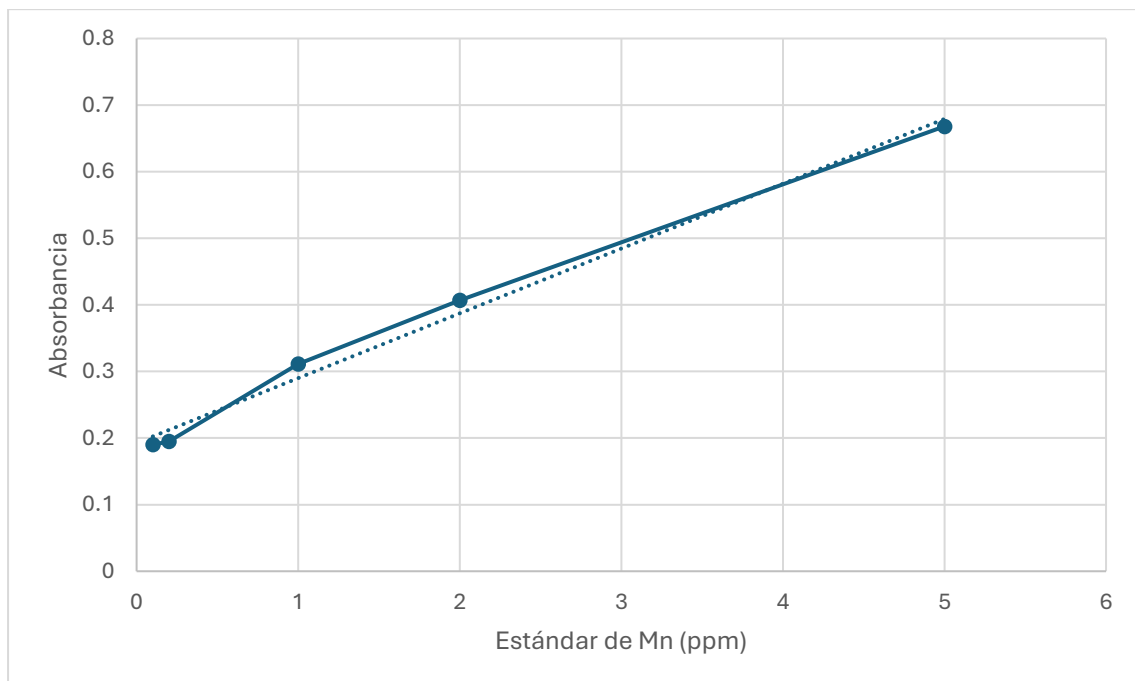


Figura 4.14. Curva de calibración del cobalto.

Tabla 4.2. Resultados de las curvas de calibración para EAA.

Analito	Rango de calibración (ppm)	Ecuación	R ²	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
Litio	0.035-2	$y = 0.0156x + 0.00007$	0.9943	0.0148	0.0449
Níquel	0.1-5	$y = 0.0412x + 0.2673$	0.9955	0.4	1.213
Manganeso	0.1-5	$y = 0.0973x + 0.1927$	0.991	0.1696	0.5139
Cobalto	0.2-7	$y = 0.0407x + 0.2399$	0.9968	0.405	1.228

Así mismo, se prepararon dos blancos, uno correspondiente al agente lixivante y otro con HNO_3 para compensar posibles efectos de matriz. Se realizó una primera medición de concentración de litio en la muestra sin diluir (Muestra s/dil), arrojando una lectura con posible saturación, muy superior a la curva de calibración (Figura 4.15), por lo que se diluyó al factor 1:10 (Muestra dil 1). Se realizó la medición de la muestra a la primera dilución y continuó por encima de la curva de calibración, por lo que la muestra diluida se vuelve a diluir al factor 1:333 (Muestra dil 2). Para la medición de concentración de los metales de transición, bastó usar la dilución de la Muestra dil 1. Los resultados de masa recuperada (g/kg) de litio, níquel, manganeso y cobalto se pueden observar en las Tablas 4.3, 4.4, 4.5 y 4.6, respectivamente.



Figura 4.15. Midiendo la concentración de litio por EAA.

Tabla 4.3. Resultados de lixiviación de litio.

RESULTADOS LITIO								
Etiqueta de la muestra	Resultado EAA		FD	Conc. (g/L)	vol. sol. (L)	masa (g)	Relación (g/kg)	η_{Li} (%)
	Abs	(mg/L)						
Muestra dil 2	0.004	0.252	3,333	0.840	0.1	0.084	42.0	58.36

Tabla 4.4. Resultados de lixiviación de níquel.

RESULTADOS NÍQUEL								
Etiqueta de la muestra	Resultado EAA		FD	Conc. (g/L)	vol. sol. (L)	masa (g)	Relación (g/kg)	η_{Ni} (%)
	Abs	(mg/L)						
Muestra dil 1	0.268	0.017	3,333	0.057	0.1	0.006	2.8	1.40

Tabla 4.5. Resultados de lixiviación de manganeso.

RESULTADOS MANGANESO								
Etiqueta de la muestra	Resultado EAA		FD	Conc. (g/L)	vol. sol. (L)	masa (g)	Relación (g/kg)	η_{Mn} (%)
	Abs	(mg/L)						
Muestra dil 2	0.2025	0.101	3,333	0.336	0.1	0.034	16.8	8.84

Tabla 4.6. Resultados de lixiviación de cobalto.

RESULTADOS COBALTO								
Etiqueta de la muestra	Resultado EAA		FD	Conc. (g/L)	vol. sol. (L)	masa (g)	Relación (g/kg)	η_{Co} (%)
	Abs	(mg/L)						
Muestra dil 1	0.242	0.052	3,333	0.172	0.1	0.017	8.6	4.22

La fracción másica teórica de litio, níquel, manganeso y cobalto de la masa negra llevada a lixiviación es la correspondiente al tipo de batería NMC111 conforme lo indicado en la Tabla 2.3 y el porcentaje de masa disuelta recuperada en el licor es el indicado en las columnas η_{Li} (%), η_{Ni} (%), η_{Mn} (%) y η_{Co} (%) de las tablas de resultados. Se deja para un trabajo futuro la cuantificación de metales remanentes en el sólido no disuelto.

Finalmente, se aplicó la Ecuación 3.8 para obtener el porcentaje de selectividad con la que se recuperó el litio con respecto a los metales de transición:

$$S_{Li} = \frac{58.36 \% \left[\frac{0.144 \text{ g}}{6.94 \text{ g/mol}} \right]}{1.40 \% \left[\frac{0.406 \text{ g}}{19.56 \text{ g/mol}} \right] + 8.84 \% \left[\frac{0.380 \text{ g}}{18.31 \text{ g/mol}} \right] + 4.22 \% \left[\frac{0.407 \text{ g}}{19.64 \text{ g/mol}} \right]} = 4.035$$

Los resultados obtenidos muestran que se logró la lixiviación del litio con un porcentaje de eficiencia calculada de 58.36%, con una selectividad de cuatro veces mayor que la recuperación de níquel, manganeso y cobalto, lo que representa una ventaja para el tratamiento posterior de purificación de la muestra hasta obtener carbonato de litio, que es uno de los productos principales en los que se comercializa este mineral estratégico. En la Tabla 4.7 se muestran las condiciones bajo las cuales se llevó a cabo la validación preliminar (prueba de concepto) de la metodología propuesta en el capítulo 3, dejando para un trabajo futuro, completar las 80 pruebas del diseño experimental completo y se pueda establecer el modelo matemático correspondiente que permita su optimización.

Tabla 4.7. Condiciones establecidas para la prueba experimental No. 1 de 81 (prueba de concepto).

Parámetros variables del diseño experimental	
Temperatura	50 °C
Tiempo de reacción	120 min
Concentración de ácido cítrico	1 M
Concentración de ácido oxálico	0.6 M
Parámetros fijos del diseño experimental	
Agitación	500 rpm
Relación S/L	40 g/L

En la Tabla 4.8 se comparan los resultados de la prueba de validación preliminar con los resultados reportados en una publicación donde se aplicaron condiciones experimentales similares; cabe señalar que en la publicación referida se mantuvieron constantes la agitación a 300 rpm y la relación sólido/líquido a 50 g/L.

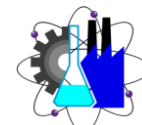
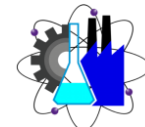


Tabla 4.8. Comparación de resultados con publicación científica [60].

Resultados en	Método de obtención de la masa negra	Conc. de ácido cítrico	Conc. de ácido oxálico	Temp.	Tiempo de reacción	η_{Li} (%)	η_{Ni} (%)	η_{Mn} (%)	η_{Co} (%)
Prueba de validación preliminar de metodología propuesta en esta tesis	Cátodos separados manualmente	1M	0.6 M	50 °C	120 min	58.4	1.4	8.84	4.22
Mayor recuperación de litio reportada en la publicación	Batería triturada	no utilizado	0.6 M	50 °C	105 min	97.9	0	2.2	0.4
Menor recuperación de litio reportada en la publicación	Batería triturada	no utilizado	0.3 M	35 °C	15 min	39.6	3	5.1	1

La comparación de resultados de la Tabla 4.8 pone en evidencia que los factores de concentración, temperatura, tiempo de reacción, relación S/L y agitación influyen en la eficiencia y selectividad con la que se recuperan los metales contenidos en la masa negra que se lleva a lixiviación, requiriéndose completar el diseño experimental propuesto en la metodología para que, con lo resultados obtenidos se pueda evaluar la consistencia estadística y confiabilidad experimental, permitiendo así la optimización del proceso.



CAPITULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El presente trabajo de tesis doctoral aporta una alternativa tecnológica viable, eficiente y sostenible para la recuperación de litio desde residuos de baterías tipo NMC, contribuyendo al desarrollo de estrategias de reciclaje avanzadas y al fortalecimiento de la economía circular en el sector energético y tecnológico.

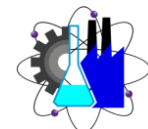
Se logró diseñar, implementar y validar de forma preliminar una metodología desde un enfoque sostenible para la recuperación selectiva y eficiente de litio contenido en cátodos de baterías de iones de litio tipo NMC que han llegado al final de su vida útil. La metodología demostró ser técnica y ambientalmente viable, integrando etapas mecánicas, fisicoquímicas y analíticas bajo un enfoque de química verde.

El reactor experimental diseñado permitió controlar y monitorear adecuadamente variables críticas del proceso de lixiviación (temperatura, agitación, concentración del agente lixivante y tiempo de reacción), garantizando reproducibilidad y condiciones operativas seguras. Su desempeño confirmó la factibilidad de aplicar procesos de lixiviación ácida verde a escala experimental con potencial de escalamiento.

El procedimiento de desmantelamiento de la batería NMC permitió la recuperación individual de las pilas y la separación efectiva de los cátodos de forma segura. La etapa de separación del material activo (óxido metálico) del colector de corriente de aluminio resultó fundamental para evitar interferencias durante la lixiviación y mejorar la selectividad del proceso.

La preparación adecuada de la masa negra de cátodo permitió homogenizar el material y optimizar el área superficial disponible para la reacción de lixiviación. Esta etapa influyó directamente en la eficiencia de recuperación del litio, demostrando la importancia del pretratamiento físico en procesos de lixiviación.

Los procesos de lixiviación con agentes orgánicos mostraron buena eficiencia en la disolución selectiva del litio respecto a otros metales presentes en el óxido metálico del cátodo. Se comprobó que el uso de ácidos orgánicos reduce el impacto ambiental frente a ácidos minerales tradicionales, alineándose con los principios de sostenibilidad y economía circular.



La caracterización del licor lixiviado, mediante la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica, permitió cuantificar con precisión la concentración de litio recuperado, confirmando la eficiencia selectiva del proceso. Los resultados ponen en evidencia un desempeño consistente con la prueba de concepto realizada, confirmando la factibilidad experimental del enfoque propuesto, quedando para un trabajo futuro evaluar la consistencia estadística y confiabilidad experimental llevando a cabo la totalidad de pruebas del diseño experimental.

La presente tesis aporta un modelo metodológico replicable para la recuperación selectiva de litio desde residuos de baterías, contribuyendo al desarrollo de tecnologías limpias para el reciclaje del mineral estratégico y materiales críticos. Asimismo, fortalece la transición hacia esquemas de minería urbana y economía circular en el sector energético.

De acuerdo con los resultados obtenidos, se proponen las siguientes recomendaciones y trabajos futuros:

- Realizar estudios a escala piloto para evaluar el comportamiento cinético y termodinámico del proceso bajo condiciones industriales, considerando balances de masa y energía más complejos.
- Implementar diseños experimentales estadísticos (por ejemplo, metodología de superficie de respuesta) para optimizar simultáneamente parámetros como concentración del ácido orgánico, relación S/L, temperatura y tiempo de reacción.
- Desarrollar un Análisis de Ciclo de Vida (ACV) que permita cuantificar el impacto ambiental del proceso en comparación con métodos tradicionales de recuperación de litio, consolidando su carácter sostenible.
- Extender la metodología para la recuperación secuencial o selectiva de níquel, manganeso y cobalto presentes en el residuo sólido posterior a la lixiviación del litio, aumentando la valorización total del material.
- Investigar métodos posteriores de purificación (precipitación selectiva, cristalización o electroobtención) que permitan obtener compuestos de litio con grado batería.
- Realizar un análisis técnico-económico que determine la viabilidad financiera del proceso en contextos industriales y su competitividad frente a procesos convencionales.



- Profundizar en estudios relacionados con normativas ambientales y protocolos de seguridad para el manejo de residuos de baterías, fortaleciendo la aplicabilidad industrial del método propuesto.

En síntesis, la investigación desarrollada demuestra que es posible recuperar litio de baterías de desecho mediante un proceso hidrometalúrgico basado en lixiviación ácida verde, combinando eficiencia, selectividad y sostenibilidad ambiental, y constituyendo una base sólida para futuras investigaciones y aplicaciones industriales en el ámbito del reciclaje de materiales críticos.

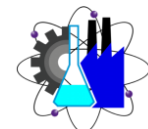


REFERENCIAS

- [1] Nathan Lenssen, Gavin A. Schmidt, Michael Hendrickson, Peter Jacobs, Matthew J. Menne y Reto Ruedy, «A NASA GISTEMPv4 Observational Uncertainty Ensemble,» *JGR Atmospheres*, vol. 129, nº 17, pp. 1-18, 2024, <https://doi.org/10.1029/2023JD040179>.
- [2] Francisco Júnior Freires, Vanessa do Nascimento Damasceno, Ana Lúcia Soares Machado, Gilbert Breves Martins, Luana Monteiro da Silva, Mauro Célio da Silveira Pio, Luiz Henrique Claro Júnior y Diego Câmara Sales, «Advantages and disadvantages of renewable energy: a review of the scientific literature,» *GeSec*, nº 11, pp. 20221-20240, 2023, DOI: <http://doi.org/10.7769/gesec.v14i11.3174>.
- [3] Gobierno de México, «Centro Nacional de Control de Energía,» [En línea]. Available: <https://www.cenace.gob.mx/graficademanda.aspx>. [Último acceso: 2025].
- [4] Growatt, «Servidor Growatt,» [En línea]. Available: <https://latam.growatt.com/>. [Último acceso: 2025].
- [5] Sina Kalweit, Elisabeth Zeyen y Marta Victoria, «Endogenous transformation of land transport in Europe for different climate targets,» *eprint arXiv:2501.16460*, 2025, <https://doi.org/10.48550/arXiv.2501.16460>.
- [6] Yufeng Wu, Qingbin Yuan, Ming Yang, Mengyu Zhai, Guangwen Hu y Yifan Gu, «Impact of circular economy on the longterm allocation structure of primary and secondary lithium,» *communications earth & environment*, 2024, <https://doi.org/10.1038/s43247-024-01667-2>.
- [7] P. Busch, Y. Chen, P. Ogbonna y A. Kendall, «Effects of demand and recycling on the when and where of lithium extraction,» *Nature Sustainability*, nº 8, pp. 773-783, 2025, <https://doi.org/10.1038/s41893-025-01561-5>.
- [8] Vilas G. Pol, «Lithium-Ion Battery Critical Materials Sustainability,» *ACS Energy Letters*, nº 10, p. 2553–2558, 2025, <https://doi.org/10.1021/acseenergylett.5c01018>.



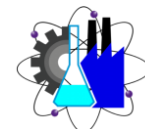
- [9] W. Lv, Z. Wang, X. Zheng, H. Cao, M. He, Y. Zhang, H. Yu y Z. Sun, «Selective Recovery of Lithium from Spent Lithium-Ion Batteries by Coupling Advanced Oxidation Processes and Chemical Leaching Processes,» *ACS Sustainable Chem. Eng.*, nº 8, pp. 5165-5174, 2020, <https://dx.doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b07515>.
- [10] Q. Cheng, W. M. Chirdon, M. Lin, K. Mishra y X. Zhou, «Characterization, modeling, and optimization of a single-step process for leaching metallic ions from LiNi_{1/3}Co_{1/3}Mn_{1/3}O₂ cathodes for the recycling of spent lithium-ion batteries,» *Hydrometallurgy*, nº 185, pp. 1-11, 2019, <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.01.003>.
- [11] J. Jayamuthunagai, R. Mary Nancy Flora, K. Senthilkumar y B. Bharathiraja, «Review on sustainable strategies for lithium recovery from spent lithium-ion batteries,» *Future Batteries*, vol. 7, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.fub.2025.100105>.
- [12] Yousef Ghorbani, Steven E. Zhang, Julie E. Bourdeau, Nelson S. Chipangamate, Derek H. Rose, Imraan Valodia y Glen T. Nwaila, «The strategic role of lithium in the green energy transition: Towards an OPEC-style framework for green energy-mineral exporting countries (GEMEC),» *Resources Policy*, nº 90, 2024, <https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2024.104737>.
- [13] Nguyen Doan, Huong Doan, Canh Phuc Nguyen y Binh Quang Nguyen, «From Kyoto to Paris and beyond: A deep dive into the green shift,» *Renewable Energy*, vol. 228, 2024, <https://doi.org/10.1016/j.renene.2024.120675>.
- [14] Asad Ali, Sadia Afrin, Abdul Hannan Asif, Yasir Arafat y Muhammad Rizwan Azhar, «A comprehensive review on the recovery of lithium from lithium-ion batteries and spodumene,» *Journal of Environmental Management*, vol. 391, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2025.126512>.
- [15] J. C. Guido D'Angelo, «¿Cómo es el mercado mundial del litio?,» Bolsa de Comercio de Rosario, Rosario, Argentina, AÑO XLI - Edición N° 2083 - 06 de Enero de 2023, ISSN 2796-7824.



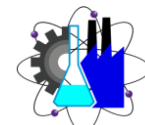
- [16] V. Balaram et al., «Recursos y reservas mundiales de litio: distribución por tipo de depósito (salmueras, magmáticos y sedimentarios) basada en datos del Servicio Geológico de Estados Unidos (USGS),» Editorial RN, Litio Panorama global del mercado del litio, 2024.
- [17] Maxwell Fleming, Sangita Gayatri Kannan y Roderick Eggert, «Long-run availability of mineral resources: The dynamic case of lithium,» *Resources Policy*, vol. 97, 2024, <https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2024.105226>.
- [18] E. P. Minero, «Litio Panorama global del mercado del litio Serie de estudios sobre mercados minero (continuación),» Editorial RN, 2025.
- [19] Kesler, S.E., Gruber, P.W., Medina, P.A., Keoleian, G.A., Everson, M.P. y Wallington, T.J., «Global lithium resources: Relative importance of pegmatite, brine and other deposits,» *Ore Geology Reviews*, n° 48, pp. 55-69, 2012, <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2012.05.007>.
- [20] Flexer, V., Baspineiro, C.F. y Galli, C.I., «Lithium recovery from brines: A vital raw material for green energies with a potential environmental impact in its mining and processing,» *Science of The Total Environment*, n° 639, pp. 1188-1204, 2018, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.05.223>.
- [21] Song, J., Kim, D. y Han, J., «Lithium extraction from clay deposits: A review,» *Minerals Engineering*, vol. 153, 2020, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106400>.
- [22] María L. Vera, Walter R. Torres, Claudia I. Galli, Alexandre Chagnes y Victoria Flexer, «Environmental impact of direct lithium extraction from brines,» *Nature Reviews Earth & Environment*, n° 4, p. 149–165, 2023, <https://doi.org/10.1038/s43017-022-00387-5>.
- [23] Olukayode Fatoki, Habeeb Mohammed, Santosh Kumar Parupelli, Alex Mathew, Manpreet Kaur, Amir Rehmat, Sahil Muhammed, Bishnu P. Bastakoti y Salil Desai, «Review of Recent Advances in Lithium-Ion Batteries: Sources, Extraction Methods, and Industrial Uses,» *Batteries*, vol. 11, n° 433, 2025, <https://doi.org/10.3390/batteries11120433>.



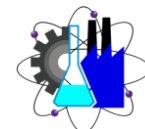
- [24] Charles Vicku, Emmanuel Offei Asiamah, Henritta Meakoa Barfi-Mensah y Robert Amoanyi, «Assessing the societal impact of clay resource exploitation: Challenges and opportunities for sustainable pottery development,» *Societal Impacts*, nº 6, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.socimp.2025.100150>.
- [25] Yufeng Wu, Qingbin Yuan, Ming Yang, Mengyu Zhai, Guangwen Hu y Yifan Gu, «Impact of circular economy on the longterm allocation structure of primary and,» *communications earth & environment*, vol. 5, nº 503, 2024, <https://doi.org/10.1038/s43247-024-01667-2>.
- [26] Xochitl Virginia Bello-Yañez, María-Concepción Martínez-Rodríguez, S.B. Sujitha, L.E. Campos-Villegas, Diego Domínguez-Solís, Héctor Guadalupe Ramírez-Escamilla, Ana Laura Cervantes-Najera y M.P. Jonathan, «Bedrock geochemical baseline and pre-mining risk assessment of heavy metals in a potential lithium deposit in Sonora, Mexico: Implications for sustainable resource management,» *Environmental and Sustainability Indicators*, vol. 30, 2026, <https://doi.org/10.1016/j.indic.2026.101138>.
- [27] Pronob Das, Kasun Hewage, Ravihari Kotagodahetti, Sandun Wanniarachchi y Rehan Sadiq, «Lithium-ion battery recycling: a critical review of techno-economical and,» *Separation and Purification Technology socio-environmental impacts*, vol. 382, 2026, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.135847>.
- [28] Francesco Sciatti, Paolo Tamburrano, Elia Distaso, Riccardo Amirante, Antonio V. Radogna, Arianna Morciano y Giuseppe Grassi, «A comprehensive overview of lithium-ion batteries for electric vehicles: Materials, performance, safety, recycling, and emerging technologies,» *Journal of Energy Storage*, vol. 144, 2026, <https://doi.org/10.1016/j.est.2025.119694>.
- [29] Kitalu Ricin Ngoy, Valantine Takwa Lukong, Kelvin O. Yoro, John Beya Makambo, Nonso Christopher Chukwuati, Chinedu Ibegbulam, Orevaoghene Eterigho-Ikelegbe, Kingsley Ukoba y Tien-Chien Jen, «Renewable and Sustainable Energy Reviews,» *Lithium-ion batteries and the future of sustainable energy: A comprehensive review*, vol. 223, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.rser.2025.115971>.



- [30] J.-M. Tarascon y M. Armand , «Issues and challenges facing rechargeable lithium batteries,» *Nature*, n° 414, pp. 359-367, 2001, .
- [31] John B. Goodenough y Youngsik Kim, «Challenges for Rechargeable Li Batteries,» *Chemistry of Materials*, vol. 22(3), p. 587–603, 2009.
- [32] Kang Xu, «Electrolytes and Interphases in Li-Ion Batteries and Beyond,» *Chemical Reviews*, vol. 114(23), p. 11503–11618, 2014.
- [33] M. Stanley Whittingham, «Lithium Batteries and Cathode Materials,» *Chemical Reviews*, n° 104, pp. 4271-4301, 2004.
- [34] Naoki Nitta, Feixiang Wu, Jung Tae Lee y Gleb Yushin, «Li-ion battery materials: present and future,» *Materials Today*, vol. 18, n° 5, pp. 252-264, 2015.
- [35] Alex K. Koech, Gershom Mwandila, Francis Mulolani y Phenny Mwaanga, «Lithium-ion battery fundamentals and exploration of cathode materials: A review,» *South African Journal of Chemical Engineering*, n° 50, pp. 321-339, 2024, <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2024.09.008>.
- [36] Monu Malik, Ka Ho Chan y Gisele Azimi, «Review on the synthesis of $\text{LiNi}_x\text{Mn}_y\text{Co}_{1-x-y}\text{O}_2$ (NMC) cathodes for lithium-ion batteries,» *Materials Today Energy*, vol. 28, 2022, <https://doi.org/10.1016/j.mtener.2022.101066>.
- [37] Raj Bridgelall, «Scientometric Insights into Rechargeable Solid-State Battery Developments,» *World Electric Vehicle Journal*, vol. 15, n° 555, 2024, <https://doi.org/10.3390/wevj15120555>.
- [38] Hammad Farooq y Sulalit Bandyopadhyay, «Material characterization of NMC black mass from end-of-life lithium-ion batteries for enhanced recycling strategies,» *Materials Advances*, n° 6, p. 7866–7883, 2025, DOI: 10.1039/d5ma00545k.
- [39] Panpan Wu, Qingxin Zheng, Tian Meng, Xiangyu Zhong y Masaru Watanabe, «Evaluation of the Corrosion Behavior of Various Metallic Materials for Material Selection of Citric Acid



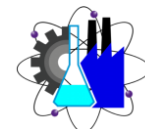
- Hydrothermal Leaching Apparatus for Lithium-Ion Battery Recycling,» *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, nº 13, p. 11485–11502, 2025.
- [40] M. Lisinska, B. Gajda, M. Saternus, S. Brozová, T. Wojtal y M. Rzelewska-Piekut, «The effect of organic acids as leaching agents for hydrometallurgical recovery of metals from PCBs,» *Metalurgija*, Vols. %1 de %261(3-4), p. 609 – 612, 2022, ISSN 0543-5846.
- [41] Heyan Geng, Lei Huang, Aijuan Tan, Jinkang Liu y Guili Yang, «The effect of low molecular weight organic acids on the growth, antioxidant capacity, and lead enrichment of duckweed (*Landoltia punctata*) under Pb stress,» *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 13(3), 2025, <https://doi.org/10.1016/j.jece.2025.116563>.
- [42] Nianyin Li, Yanan Hu, Gang Xiong, Pingli Liu, Yin Xiong, Zhifeng Luo, Qian Zhang, Yue Li, Shijie Zhu, Wentao Feng y Jiajie Yu, «Research and application of eco-friendly chelating agents in plugging removal systems: A review,» *Geoenergy Science and Engineering*, vol. 229, 2023, <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.212135>.
- [43] Chih Min Chang y Wei Fan Kuan, «Selective metal recovery from ternary lithium-ion battery cathodes via potential-controlled electrodeposition in deep eutectic solvents,» *Separation and Purification Technology*, vol. 377, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.134284>.
- [44] Wei Ding, Shenxu Bao, Yimin Zhang, Zhanhao Wang, Hongwei Zhang, Chunfu Xin, Jia Li, Xiaochuan Hou y Buxiao Kuang, «A green cycle strategy for selective leach and recovery of critical metals from spent lithium-ion batteries: Experimental and new mechanistic insights,» *Journal of Hazardous Materials*, vol. 488, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2025.137368>.
- [45] Bo Li, Chengping Li, Jinsong Wang, Rundong Wan, Jiangzhao Chen, Ying Liu, Zhengfu Zhang, Yuejing Bin, Xiaoping Yang, Chongjun Bao y Shaohua Ju, «High-efficiency leaching of valuable metals from waste lithium-ion ternary batteries under mild conditions using



- green deep eutectic solvents,» *Green Chemistry*, vol. 27(1), pp. 163-178, 2025, <https://doi.org/10.1039/d4gc04373a>.
- [46] Weiguang Lv, Xiaohong Zheng, Hongbin Cao, Yue Wang, Pengge Ning, Yi Zhang y Zhi Sun, «A green recycling process for spent lithium-ion batteries with extremely low chemical consumption,» *Fundamental Research*, vol. 5(6), pp. 2815-2823, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.fmre.2024.03.016>.
- [47] Shoaib Raza Khan, Md Muzahid Khan, Kartika Srivastava, Hongyue Jin, Luke Plante, Joseph J. Lee, Buz Barstow, David W. Reed y Reyes Sierra Alvarez, «Sustainable recovery of critical metals from spent lithium-ion batteries through gluconic acid-based bioleaching: Techno-economic analysis, life cycle assessment and process optimization,» *Chemical Engineering Journal*, vol. 516, 2025, <https://doi.org/10.1016/j.cej.2025.163714>.
- [48] Supriya Rana, Krishna K. Yadav, Sapna Devi, Surinder Kumar Mehta y Menaka Jha, «Oxalate-mediated synthesis of hybrid nickel cobalt-based nanostructures for boosting water and urea electrooxidation efficiency,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 990, 2024, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.174241>.
- [49] P. Zhang, T. Yokoyama, O. Itabashi, T. Suzuki y K. Inoue, «Hydrometallurgical process for recovery of metal values from spent lithium-ion secondary batteries,» *Hydrometallurgy*, n° 47, p. 259–271, 2018, [https://doi.org/10.1016/S0304-386X\(97\)00050-9](https://doi.org/10.1016/S0304-386X(97)00050-9).
- [50] X. Chen, H. Ma, C. Luo y T. Zhou, «Recovery of valuable metals from spent lithium-ion batteries by an environmentally friendly leaching process,» *Journal of Power Sources*, n° 295, p. 1–8, 2015.
- [51] A. A. Nayl, R. A. Elkhashab , S. M. Badawy y M. A. El-Khateeb, «Acid leaching of mixed spent lithium-ion batteries,» *Arabian Journal of Chemistry*, 2014, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.04.001>.



- [52] L. Li, J. B. Dunn, X. Zhang, L. Gaines, R. Chen, F. Wu y K. Amine, «Recovery of metals from spent lithium-ion batteries with organic acids as leaching reagents,» *Journal of Power Sources*, n° 233, p. 180–189, 2013.
- [53] R. Golmohammadzadeh, F. Rashchi y E. Vahidi, «Recovery of lithium and cobalt from spent lithium-ion batteries using organic acids: Process optimization and kinetic aspects,» *Waste Management*, vol. 64, pp. 244-254, 2017, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.03.037>.
- [54] L. Li, J. Lu, L. Zhai, X. Zhang, L. Curtiss, Y. Jin, F. Wu, R. Chen y K. Amine, «A Facile Recovery Process for Cathodes from Spent Lithium Iron Phosphate Batteries by Using Oxalic Acid,» *CSEE JOURNAL OF POWER AND ENERGY SYSTEMS*, vol. 4, n° 2, pp. 219-225, 2018, DOI: 10.17775/CSEEPES.2016.01880.
- [55] Wojciech Mroziak, Mohammad Ali Rajaeifar, Oliver Heidrich y Paul Christensen, «Environmental impacts, pollution sources and pathways of spent lithium-ion batteries,» *Energy & Environmental Science*, n° 14, p. 6099–6121, 2021, DOI: 10.1039/d1ee00691f.
- [56] Daniel Hsing Po Kang, Mengjun Chen y Oladele A. Ogunseitan, «Potential Environmental and Human Health Impacts of Rechargeable Lithium Batteries in Electronic Waste,» *Environmental Science & Technology*, vol. 47(10), p. 5495–5503, 2013, <https://doi.org/10.1021/es400614y>.
- [57] Rahul Rautela, Shashi Arya, Shilpa Vishwakarma, Jechan Lee, Ki-Hyun Kim y Sunil N. Kumar, «E-waste management and its effects on the environment and human health,» *Science of The Total Environment*, vol. 773, 2021, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145623>.
- [58] Bin Zhang, Qingyao Xin, Siyuan Chen, BoWang, Hao Li, Zhaohua Wang y Prateek Bansal, «Lithium-ion battery recycling relieves the threat to material scarcity amid China's electric vehicle ambitions,» *Nature Communications*, n° 6661, 2025, <https://doi.org/10.1038/s41467-025-61481-y>.



- [59] Herrera-Gutiérrez, Hugo, Cisneros-Villalobos, Luis, Torres-Islas, Álvaro y Saldarriaga-Noreña, Hugo Albeiro, «Design of an experimental reactor for the selective and efficient recovery of lithium from waste battery cathode leaching processes,» *Journal of Technology and Innovation*, vol. 12(30), 2025, DOI: 10.35429/JTI.2025.12.30.4.1.6.
- [60] Léa M.J. Rouquette, Martina Petranikova y Nathália Vieceli, «Complete and selective recovery of lithium from EV lithium-ion batteries: Modeling and optimization using oxalic acid as a leaching agent,» *Separation and Purification Technology*, vol. 320, 2023, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.124143>.

Declaración de uso de IA

En el desarrollo de la presente tesis de Doctorado en Ingeniería Ambiental y Tecnologías Sustentables, se empleó inteligencia artificial (IA) como herramienta de apoyo para la



elaboración de gráficos y tablas. La IA facilitó la organización, síntesis y visualización de los datos, contribuyendo a presentar de manera clara y estructurada los resultados obtenidos.

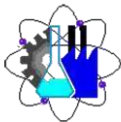
Se enfatiza que todas las interpretaciones, análisis críticos y conclusiones derivadas de los datos son responsabilidad del autor, y que la IA se utilizó únicamente como soporte en la representación visual de la información, sin intervenir en el juicio científico ni en la toma de decisiones metodológicas.



Anexo 1. Ficha técnica de la pila investigada.

Specifications		
型号 Model No.	INR18650A205 P	
标称电压 Nominal Voltage	3.6 V	
标称容量 Nominal Capacity	2050 mAh	
重量 Weight	45 g	
充电 Charging	方法 Method	Constant Current & Voltage
	允许电压 Voltage	4.2 V
	标准电流 Standard Current	410 mA --
	最大电流 Max. Current	2050 mA --
放电 Discharging	截止电压 Cut-off Voltage	2.75 V
	标准电流 Standard Current	410 mA --
	最大连续电流 Max. Continuous Current	5000 mA --
	最大脉冲电流 Max. Impulse Current	---
操作环境温度 Operating Ambient Temperature	充电 Charging	0°C ~ 45°C
	放电 Discharging	60°C
循环寿命 Cycle Life	500 Times	
自放电率 Self-discharge Rate	≤ 3% (Monthly)	

Fabricante: YLE.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOSFacultad de Ciencias
Químicas e Ingeniería**DR. LUIS CISNEROS VILLALOBOS**
DR. ALVARO TORRES ISLAS
DR. ROY LÓPEZ SESENES
DR. OUTMANE OUBRAM
DR. JOSÉ GERARDO VERA DIMAS
DR. JORGE GUILLERMO CALDERÓN GUÍZAR
DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA**P R E S E N T E**

FORMATO T-2

NOMBRAMIENTO DE COMISIÓN REVISORA

Y DICTAMEN DE REVISIÓN

Cuernavaca, Mor., a 04 de marzo del 2026.

Por este conducto, me permito informarle que ha sido asignado como integrante de la comisión revisora de la tesis que presenta HUGO HERRERA GUTIERREZ titulado: **METODOLOGÍA PARA LA RECUPERACIÓN SELECTIVA Y EFICIENTE DEL LITIO DE CÁTODOS DE BATERÍAS DE DESECHO MEDIANTE LIXIVIACIÓN ÁCIDA VERDE**, realizada bajo la dirección del Dr. Luis Cisneros Villalobos y la Co-dirección del Dr. Álvaro Torres Islas, del Programa Educativo del Doctorado en Ingeniería Ambiental y Tecnologías sustentables. Agradezco su valiosa participación en esta Comisión y quedo a sus órdenes para cualquier aclaración o duda al respecto.

A T E N T A M E N T E
*Por una humanidad culta***MTRA. ANGELICA GALINDO FLORES**
DIRECTORA DE LA FCQEI**D I C T A M E N****MTRA. ANGELICA GALINDO FLORES**
DIRECTORA DE LA FCQEI
P R E S E N T E

En respuesta a su amable solicitud para formar parte de la Comisión Revisora de la tesis mencionada y una vez realizada la revisión correspondiente, me permito informarle que mi VOTO es:

DICTAMEN

NOMBRE	VOTO	FIRMA
DR. LUIS CISNEROS VILLALOBOS	APROBADO	
DR. ALVARO TORRES ISLAS	APROBADO	
DR. ROY LÓPEZ SESENES	APROBADO	
DR. OUTMANE OUBRAM	APROBADO	
DR. JOSÉ GERARDO VERA DIMAS	APROBADO	
DR. JORGE GUILLERMO CALDERÓN GUÍZAR	APROBADO	
DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA	APROBADO	

Se anexan firmas electrónicas





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

ANGELICA GALINDO FLORES | Fecha:2026-03-04 11:05:24 | **FIRMANTE**

nQr+gKY03LKylC6vix/Smk5AVBRjPEF9B4jvSjASGRr7t/9i/mVWJiVppqO61KY9I7JyBz6K/H3EveNHKIMUFNM5svtFW+X8ieqUD3rhubxuc0fRZ85AGnBkoA7aorG2oKnp80woz/j1bRS3UrfJR/qAWqSO+d+ceCglUAEhpa2jBTG4LrY0wo4D9V+5bl/nehMpcwsFRikS3EYy63xaYLd/qK9RbVGw9+kRLhmEFsHB6cTEIk3WkqJ37IQ4Ku2YJATpyVip6680CQi++pDNZhitl/Sz3jFXAX4DoOA/piXfBKhd8rQBsjcDHhtLpgTXDKUTCJ9lwZHir+hQQ5/dcBfQ==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



[u7ZMKdYbC](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/w2cfXAcAQD4OGk8K4FYX5x3rcKGkt7p>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

LUIS CISNEROS VILLALOBOS | Fecha:2026-03-06 11:32:21 | FIRMANTE

YPB4kFm6v6u/lo7GbL72ZRMAiiOdB9gZ8mYXivUt6ABJH3ShdSmCzLkUzbV1HrWUeazX1+RhRAF78OGHD5X6tj+gwkFpZ5u3GgsbYunWvrH/HRPJL6vCHG1C8G+wIATUDQKziGn3ACmfWRDwfvdHMG64pGloA+YjOPXSIscO6D66XPoVtPlgysNzWJsyNinJr4LGwFkV+I7MP9PIDGINE312GbYIT2xzQtvDne9HcePkrArcomD4+clNZDOy46iRwveNatpwBrBjzX/QeTsNVO9lfi/JvA0Su6yTyrdDcBjphinnRvz4a3VK8blFWpNh2IXTLvEmVbXyo+JYCxEa==

HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA | Fecha:2026-03-06 11:41:42 | FIRMANTE

N1PYP9+iDX/ncDsELnsbzL2qZmf+D9xz1+VKd/RaEBeltWhpagkoFu+Hy/Ado4uVnc62pldlcXCyvaPIBraquoSd07/cFCKWXXkwybjhZmxP5a8pHUm21rd+lypP9dpKUbmpEpkbGPI0F0n58KIsWYiBpY3GDM0YKbb3RZsi8slwSSFxvRESGHrxFitsiM8FjkNeriTtj91TVBOXwSgpNnJcfHalMxfqUgKqTMBB9qmHQ4RGpC3c3Ep43gr8h0NCI6IK812LioJgMe3lwhDx1cwZJaHr5aeeYJhzRfsKIN5o3FMLi6U8Z3Lh/VnEZB0DZ5HhcGQ/ailSWjTsQ==

JOSE GERARDO VERA DIMAS | Fecha:2026-03-06 12:27:07 | FIRMANTE

I0IsKGy6Wwe5SQ4IRRYLloAAKemsB5dB+tWGYM5LiOS4ueFD/7PjxOfMA0PHMM3n5tG6P3p4wszR7XbxqxGhnzskMF4IOdWAbHrsGGtbY7LyKtqRNNKik0Ae0/N81g5M36YKZgJx0jYlb6ITaECpLuNKENqiu+id7z+5J9tzBFx+k9HcKRukW4IGd/Zj3jZuDjeggAlXRdkccjNSBSXc5up7nyYeAubOOumPNBLSQq1EXkxd2ooKIG5btoPouBVYfmAvKqsLkebNvgfyyN4gmVDE61tYpocrZb7Q7eYyP0vUmFqTG7PydMFOODPKCajJLdhmmE3qhLCl8uz2W/Z8Q==

ALVARO TORRES ISLAS | Fecha:2026-03-06 12:38:12 | FIRMANTE

Gx6L1dEhAdJp292iz27QAhhfBy6Mf6uYfYGG9ANR6/b+sKEO3TYqsUPz1ygPCyLyC42z/wHOGIL3da+L5eMSEVRJOU903TC/21G80ek365vVWH2coNHG/qhEklDu9P4hvR9KArD+CLkOtkzHHkSjODlcrA5oYHF1s40i0T4VAd4gfv0ocvcg6u/CJn6NsZYNPbXt0+ITfCSjvkJOaPDDEfthvZBWLbAYSlbTAVuZdcKA73VQh9MgBO/ompn9Zm7JoQmWRGF+cc9NcEuQrwbmaZCg1WOfApcEEqCjwdwWQc23Hz2/ZhgsmTDi5X+tjs3yVN7eB3ZTW+7UVs0SA==

OUTMANE OUBRAM | Fecha:2026-03-06 12:44:37 | FIRMANTE

EN2ohNynkPaN71x3rB97YRz1buOrCbnyxSfx1MOc0T+IDbfcFaxirm+0LtpHWitgo3Fp17KeCVBvkXIBP0m0cXlnYoavtpySb7I+HUpa0uJL7R6mOiXrjmNEMnu+h5T0EgsxZQoBQqYhCn9kx2VGNwL0T7BBM1UfCalEI775wCN+5ZPz4tndpCYmVh/Xtx4hPj9RB5IMypcj6lzYIT4XvY1WbxOuoLW25X4pFDRFR3w2E1+m0j/hA4wXXmMuyEo/9A9j7yB8dy0DhqeavbMYbNWXqqu+71jwBa1XYnloRBCTMGy/7N8BikkQRClf6CoDFXLNe7YIIRgZ/hpOg6qNQ==

JORGE GUILLERMO CALDERÓN GUIZAR | Fecha:2026-03-06 13:10:05 | FIRMANTE

M+fpOsg3NbJzWzI4styEslTp1Vni02NYO6ouTBMbnjhMMS+g1MEqlaJNTUGKdkwd5U9/u1dR4YK9kBs36xcuDjQYb8O8sTU2B+mkAM7+ozVJkkiU8giyHtiydh+A3w5hXLd/r04p9bHfP0Zs0piOXIE7ShrDtnfJHydKYbMhnicYyrjUi9ZwGx2a1scznQLt0HwemUaw7GgOoYxBWN+PZIZXNvzPzI8E073OfpxFhNA89FOye/SSu2pg4S09yvnUDH4Z+VbHp6mznzbpqkOq+SrHMhNIAqhJBWG67bv1qSWYWOMG5vdxUvYeA2M1Eeagrbg0b6WRYyaDkeSseOiw==

ROY LOPEZ SESENES | Fecha:2026-03-06 15:57:43 | FIRMANTE

aL6Ouk2TrzaAg9RmJU4AtYpTkdglwp98WN49tobRFp1j4VFAUfiAYx0ByGHRHBH7Wlb4lyk/oEC8ORZi8RXUyl3n9CTI21uUmKFOFSDNAflxjijHXQHL/O3tT1cqZw5f+4cv2OjVWwi5cx4bcYpOMUxw+REoEJuwHq4Wcew/7C61nDplhGl9pOorMHkA7Bj0y3vULWpBUYD7FTnjqHNTIcubGbD1S+FrHJiXiXIPWKnbcJYr0cUFulqgKN9Lg4t452H2QS7cgc7KSjPF+eqh1i65g5fnwclMQiYT71pBu/kwRpvPRjQZLYctYpFEuNw8rbTOXGY/RpG5zTjx5tUg==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



RgT06DIVo

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/1E425oAKVGzrqS4B86CJlwdAezkKaQCo>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029