

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA, CÂMPUS DE SÃO JOÃO DA BOA VISTA
BACHARELADO EM ENGENHARIA ELETRÔNICA E DE TELECOMUNICAÇÕES

CARLA RAFAELLI MARTINS

**PROPOSTA DE UM SISTEMA DE DESCARGA DE BATERIAS DE ÍON LÍTIO
VISANDO A SUA RECICLAGEM**

SÃO JOÃO DA BOA VISTA

2022

CARLA RAFAELLI MARTINS

**PROPOSTA DE UM SISTEMA DE DESCARGA DE BATERIAS DE ÍON LÍTIO
VISANDO A SUA RECICLAGEM**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” como requisito para obtenção de título de Bacharel em Engenharia Eletrônica e de Telecomunicações.

Orientador: Prof. Dr. José Augusto de Oliveira.
Coorientadora: Dra. Mirian Paula dos Santos

This work is licensed under the Creative Commons Atribuição 4.0 Internacional License.

To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

SÃO JOÃO DA BOA VISTA

2022

M386p

Martins, Carla Rafaelli

Proposta de um sistema de descarga de baterias de íon lítio visando a sua reciclagem / Carla Rafaelli Martins. -- São João da Boa Vista, 2022

58 p. : il., tabs.

Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado - Engenharia de Telecomunicações) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Engenharia, São João da Boa Vista

Orientador: José Augusto de Oliveira

Coorientadora: Mirian Paula dos Santos

1. Baterias de lítio. 2. Reaproveitamento. 3. Economia circular. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Engenharia, São João da Boa Vista. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA – CÂMPUS DE SÃO JOÃO DA BOA VISTA
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELETRÔNICA E DE TELECOMUNICAÇÕES**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**PROPOSTA DE UM SISTEMA DE DESCARGA DE BATERIAS DE ÍON LÍTIO
VISANDO A SUA RECICLAGEM**

Aluno: Carla Rafaelli Martins

Orientador: Prof. Dr. José Augusto de Oliveira

Banca Examinadora:

- José Augusto de Oliveira (Orientador)
- Ivan Aritz Aldaya Garde (Examinador)
- Rafaela Cilene Souza Barreto (Examinadora)

A ata da defesa com as respectivas assinaturas dos membros encontra-se no prontuário do aluno (Expediente nº 089/2022)

São João da Boa Vista, 07 de dezembro de 2022.

Dedico este trabalho aos meus pais por todo o apoio, ajuda, amor incondicional e por sempre acreditarem em mim!

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por ter me dado forças e sempre me guiar.

Agradeço a minha família por sempre acreditarem em mim, me incentivarem e por todo o carinho e amor.

Agradeço aos meus amigos por sempre me ajudarem e acreditarem em mim, tornando os dias mais leves de serem vividos e por serem a minha família durante esses cinco anos, em especial Ana Luísa Fernandes de Souza e Nathália Scavazzani, que sempre me apoiaram e estiveram ao meu lado desde o primeiro dia de aula.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. José Augusto de Oliveira e à minha coorientadora Dra. Mirian Paula dos Santos por toda atenção, paciência e incentivo, sempre acreditando no meu potencial e me motivando a superar meus próprios limites de maneira saudável.

Agradeço a todos os professores e funcionários por contribuírem com a minha formação, sempre agregando minha vida nos âmbitos profissional e pessoal.

Agradeço a Bolsa de Iniciação Científica processo nº 2020/14400-4, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) e ao Programa de Apoio à Pesquisa em Parceria para Inovação Tecnológica (PITE) processo nº 2020/11874-5, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

“Concedei-me, Senhor, a serenidade necessária para aceitar as coisas que não posso modificar; coragem para modificar aquelas que posso e sabedoria para conhecer a diferença entre elas. Vivendo um dia de cada vez; desfrutando um momento de cada vez; aceitando que as dificuldades constituem o caminho para a paz; Aceitando, como Ele aceitou, este mundo tal como é, e não como gostaria que fosse; confiando que Ele acertará tudo contanto que eu me entregue à Sua vontade; para que eu seja razoavelmente feliz nesta vida e supremamente feliz com Ele eternamente na próxima”.

(Oração da Serenidade)

RESUMO

As baterias de íon lítio (*lithium-ion batteries* – LIBs) têm sido objetivo de muitas pesquisas devido à sua grande notoriedade em vários setores tecnológicos e econômicos. Amplamente utilizadas em eletrônicos, fontes estacionárias de energia e equipamentos de telecomunicações, as LIBs assumem um papel essencial e estratégico na eletromobilidade e no processo de migração de fontes fósseis de energia para energias renováveis. O aumento da demanda observado e projetado para as LIBs e a escassez dos metais que as compõem, como lítio (Li), cobalto (Co), níquel (Ni), manganês (Mn), cobre (Cu) e alumínio (Al) chama a atenção de vários setores produtivos. Complementarmente, os elevados potenciais de impactos ambientais que as LIBs causam ao longo de seus ciclos de vida demandam tecnologias para a reciclagem deste produto. Neste contexto, a descarga da energia residual das LIBs é um processo de suma importância para a ciência e para o escalonamento industrial da reciclagem de LIBs. Desta forma, por meio de experimentos controlados utilizando *Design of Experiments* (DoE), este trabalho objetivou desenvolver um sistema para a descarga eletroquímica da energia residual das LIBs de forma economicamente viável, laboralmente segura e ambientalmente responsável. Utilizando um método de Revisão Bibliográfica Sistemática foi possível identificar e caracterizar o estado-da-arte sobre processos de descarga de energia residual de LIBs visando sua reciclagem, sendo o presente trabalho um aliado para cobrir a lacuna até agora existente sobre o assunto. Além disso, foram realizados 17 testes de descarga elétrica utilizando as soluções de cloreto de potássio KCl e sulfato de ferro heptahidratado $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Os resultados obtidos mostram que a solução salina utilizando uma concentração de 0,1 mol/L de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ apresentou menor desgaste físico dos terminais das células, ou seja, menor corrosão. Por fim, enquanto as células submetidas as descargas com KCl atingiram uma tensão inferior ao limite mínimo de tensão (1,5 V) em 3 horas, em média, as descargas com $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ reduziu a tensão das baterias para menos de 1,5 V em, no máximo, 2 horas.

Palavras-chave: Bateria de íon lítio. Descarga eletroquímica. Reciclagem. Eletromobilidade. Economia Circular.

ABSTRACT

Lithium-ion batteries (LIBs) have been the subject of much research due to their great notoriety in various technological and economic sectors. Widely used in electronics, stationary sources of energy, and telecommunications equipment, LIBs assume an essential and strategic role in electromobility and in the process of migration from fossil energy sources to renewable energies. The increase in demand observed and projected for LIBs and the scarcity of the metals that compose them, such as lithium (Li), cobalt (Co), nickel (Ni), manganese (Mn), copper (Cu), aluminum (Al) attracting the attention of several productive sectors. In addition, the high potential for environmental impacts caused by LIBs throughout their life cycles requires technologies for recycling this product. In this context, the discharge of residual energy from LIBs is a process of paramount importance for science and for the industrial scale of LIBs recycling. In this way, through experiments controlled by *Design of Experiments* (DoE), this work aims to develop a system for the electrochemical discharge of LIBs residual energy in an economically viable, work safety, and environmentally responsible way. Using a Systematic Bibliographic Review method, was possible to identify and characterize the state-of-the-art of LIBs residual energy discharge processes aiming their recycling, being the present work an ally to cover the gap existing until now on the subject. In addition, 17 electrical discharge tests were performed using solutions of potassium chloride KCl and iron sulfate heptahydrate $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. The results obtained showed that the saline solution using a concentration of 0.1 mol/L of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ presented less physical damage of the cell terminals, that is, less corrosion. Finally, while the cells tested with KCl discharges showed a voltage lower than the minimum voltage limit (1.5 V) in 3 hours, on average, discharges with $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ reached 1.5 V or less in a maximum of 2 hours.

Keywords: Lithium-ion battery. Electrochemical discharge. Recycling. Electromobility. Circular Economy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Terminal das 5 células utilizadas no 1º Monitoramento – KCl.....	37
Figura 2 – Monitoramento utilizando KCl com a agitação como fator de influência.....	40
Figura 3 – Monitoramento utilizando KCl com a recirculação como fator de influência.....	40
Figura 4 – Monitoramento utilizando KCl com todos os fatores de influência.....	40
Figura 5 – Monitoramento utilizando KCl com o metal de sacrifício como fator de influência.....	41
Figura 6 – Análise das células após a primeira rodada de testes: (a) células com química LCO e NMC e (b) células com química mista e não identificada.....	42
Figura 7 – Análise considerando todas as células.....	43
Figura 8 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,25 mol/L de KCl: (a) Agitação, (b) Recirculação, (c) Todos os fatores e (d) Metal de sacrifício.....	43
Figura 9 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com a agitação como fator de influência.....	45
Figura 10 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com todos os fatores de influência.....	45
Figura 11 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com o metal de sacrifício como fator de influência.....	46
Figura 12 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com a recirculação como fator de influência.....	46
Figura 13 – Análise para as células após a primeira rodada de testes com FeSO ₄ .7H ₂ O: (a) células com química LCO e NMC e (b) células com química mista e não identificada.....	47
Figura 14 – Análise considerando todas as células.....	48
Figura 15 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,5 mol/L de FeSO ₄ .7H ₂ O: (a) Agitação, (b) Todos os fatores, (c) Metal de sacrifício e (d) Recirculação.....	48
Figura 16 – Monitoramento utilizando KCl com a agitação como fator de influência.....	50
Figura 17 – Monitoramento utilizando KCl com a recirculação como fator de influência.....	50
Figura 18 – Monitoramento utilizando KCl com todos os fatores de influência.....	51
Figura 19 – Monitoramento utilizando KCl com o metal de sacrifício como fator de influência.....	51
Figura 20 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,05 mol/L de KCl: (a) Agitação, (b) Recirculação, (c) Todos os fatores e (d) Metal de sacrifício.....	52
Figura 21 – Monitoramentos utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com a agitação como fator de influência.....	54
Figura 22 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com todos os fatores de influência.....	54
Figura 23 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com o metal de sacrifício como fator de influência.....	55
Figura 24 – Monitoramento utilizando FeSO ₄ .7H ₂ O com a recirculação como fator de influência.....	55
Figura 25 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,1 mol/L de FeSO ₄ .7H ₂ O: (a) Agitação, (b) Todos os fatores e (c) Metal de sacrifício.....	55

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Listagem de palavras-chave.....	19
Quadro 2 – Grupos de amostras de células de LIBs.....	24
Quadro 3 – Legenda das células utilizadas em cada monitoramento.....	31
Quadro 4 – Aplicação do Filtro 1: leitura do título, resumo e palavras-chave.....	33
Quadro 5 – Aplicação do Filtro 2: Leitura da introdução e conclusão.....	34
Quadro 6 – Critérios de inclusão utilizados na aplicação do Filtro 2.....	35
Quadro 7 – Aplicação do Filtro 3: Leitura completa.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Sais, concentrações e massas utilizadas em cada monitoramento.....	22
Tabela 2 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 1).....	25
Tabela 3 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 2).....	27
Tabela 4 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 3).....	28
Tabela 5 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 4).....	29
Tabela 6 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 5).....	30
Tabela 7 – DoE Sal 1 – KCl; [1] 0,25 M.....	37
Tabela 8 – Resultados da 1ª rodada de experimentos com KCl.....	39
Tabela 9 – DoE Sal 2 – FeSO ₄ .7H ₂ O; [1] 0,5 M.....	43
Tabela 10 – Resultados da 1ª rodada de experimentos com FeSO ₄ .7H ₂ O.....	44
Tabela 11 – Resultados da 2ª rodada de experimentos com KCl.....	49
Tabela 12 – Resultados da 2ª rodada de experimentos com FeSO ₄ .7H ₂ O.....	53

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al - Alumínio

BGR - Instituto Federal Alemão de Geociências e Recursos Naturais

Co - Cobalto

Cu - Cobre

DoE - *Design of Experiments*

EoL - *End of Life*

FeSO₄.7H₂O - Sulfato de Ferro Heptahidratado

FISPQ - Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos

K - Potássio

KCl - Cloreto de Potássio

LCO - Óxido de Lítio Cobalto (LiCoO₂)

Li - Lítio

LIB - *Lithium-Ion Battery*

M - Mol/L

MMA - Ministério do Meio Ambiente

Mn - Manganês

MSDS - *Material Safety Data Sheet* (Ficha de Dados de Segurança)

Na - Sódio

NCA - Óxido de Lítio, Níquel, Cobalto e Alumínio (LiNiCoAlO₂)

NH₄ - Amônio

NI - Não Identificada

Ni - Níquel

NMC - Óxido de Lítio, Cobalto, Níquel e Manganês (LiNi_{0,33}Mn_{0,33}Co_{0,33}O₂)

ODS - Objetivos do Desenvolvimento Sustentável

ONU - Organização das Nações Unidas

PNRS - Política Nacional de Resíduos Sólidos

RBS - Revisão Bibliográfica Sistemática

SOC - Estado da Carga da Bateria

WEEE - *Waste Electrical and Electronic Equipment Directive*

Sumário

1. INTRODUÇÃO.....	15
2. OBJETIVOS.....	18
3. METODOLOGIA.....	18
3.1 Revisão Bibliográfica Sistemática.....	18
3.2 Processo Experimental	21
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	32
4.1 Revisão Bibliográfica Sistemática.....	32
4.2 Processo Experimental	37
4.2.1 1ª Rodada de Experimentos.....	37
4.2.2 2ª Rodada de Experimentos.....	48
5. CONCLUSÕES.....	56
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58

1. INTRODUÇÃO

O uso de baterias de íon lítio (do inglês, *lithium-ion battery* – LIB) apresenta um crescimento exponencial na atualidade. Reconhecidas pelo Prêmio Nobel de Química em 2019, este tipo de bateria é versátil, leve e possui altas densidade e capacidade energética e elevada velocidade de recarga, além de apresentar menores potenciais de impactos ambientais quando comparadas as baterias de chumbo-ácido (*lead-acid batteries* – LABs) e aos automóveis médios movidos a gasolina, por exemplo (FEM, 2019; SMITH, 2020; HABIB; HANSDÓTTIR; HABIB, 2020).

Por estas e outras razões, as LIBs são amplamente utilizadas em equipamentos eletrônicos, de telecomunicações, de fontes estacionárias de energia e são consideradas como um dos principais meios para a mudança da matriz energética fóssil para a elétrica no setor de transportes (BRADLEY *et al.*, 2017; FEM, 2019; SMITH, 2020; AN, 2020), incluindo veículos automotivos, motocicletas, patinetes, ônibus, aviões, etc.

As LIBs são empregadas em diversos setores econômicos mundiais. Segundo o Instituto Federal Alemão de Geociências e Recursos Naturais (BGR), o consumo de lítio aumentou consideravelmente em resposta à demanda por LIBs exercida pelos equipamentos eletrônicos, pelas fontes de energia renováveis, como solar e eólica, e pela eletrificação dos meios de transporte (BGR, 2019). O BGR (2019) enfatiza que em 2015, a demanda global por lítio superou 30 mil toneladas e estimou uma projeção de 600 mil a 1 milhão de toneladas de lítio por ano até 2025.

Por outro lado, a produção de LIBs é dependente da oferta de metais críticos, como o lítio (Li), o cobalto (Co), o alumínio (Al), o cobre (Cu), o ferro (Fe), o manganês (Mn), o níquel (Ni), dentre outros (HABIB *et al.*, 2020). Estes metais possuem fontes naturais limitadas e algumas delas com escassez já definida. Além disso, alguns destes metais são obtidos como subprodutos da mineração de outros produtos, como por exemplo, o Co que é um subproduto da mineração do Ni e/ou do Cu (MAYYAS; STEWARD; MANN, 2018).

Assim, o fechamento do ciclo de vida das LIBs é essencial para diversos setores obterem sustentabilidade econômica e especialmente para o alcance dos objetivos do desenvolvimento sustentável (ODS) da Agenda 21 da Organização das Nações Unidas (ONU), promovendo a Economia Circular em vários setores econômicos mundiais. Existem diferentes estratégias de

fim de vida do produto (do inglês, *End of Life* – EoL), no entanto, depois de esgotadas as possibilidades, a reciclagem é uma das EoL que inevitavelmente deverá ser realizada para o fechamento do ciclo de vida, para a gestão dos resíduos sólidos e para a Economia Circular como preveem a *Waste Electrical and Electronic Equipment Directive* (WEEE, 2002), a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS – Brasil, 2011) e o acordo setorial firmado entre o Ministério do Meio Ambiente e as empresas produtoras de equipamentos eletrônicos, incluindo baterias (MMA, 2019).

No decorrer de sua vida útil, as baterias que são destinadas para a reciclagem podem ter sido submetidas a excessos mecânicos (choques, perfurações, compressões), excessos elétricos (curto-circuito, sobrecarga) e ainda excessos térmicos (superaquecimento). Desta forma, as LIBs ficam mais susceptíveis à sobrecargas, que podem levar a explosões, e por isso, a descarga das baterias é imprescindível para evitar que ocorram acidentes durante o transporte, a estocagem e mais criticamente durante o próprio processo de reciclagem.

Na técnica mais comumente utilizada, as baterias são esmagadas, cortadas e trituradas antes do processo de reciclagem o que pode causar grandes explosões devido à energia residual presente nas baterias, mesmo nos processos em que não há cominuição, a abertura das baterias pode causar sérios acidentes com possíveis explosões caso essa energia residual não seja esgotada antes do processo.

Há várias formas de se realizar a descarga elétrica de LIBs, podendo-se destacar os métodos elétricos, que são realizados utilizando resistores ligados às LIBs por meio de circuitos e os métodos eletroquímicos, com a imersão da célula em soluções contendo sais de sódio (Na), potássio (K), amônio (NH₄), dentre outros (SHAW-STEWART *et al.*, 2019).

Segundo Ojanen *et al.* (2018), a descarga eletroquímica é um método seguro, de baixo custo e eficiente, tendendo a ser mais adequado para o transporte e processos de reciclagem de LIBs. Nesta mesma linha de raciocínio, alguns trabalhos exploraram a descarga eletroquímica de LIBs visando diversas finalidades (ZHANG *et al.*, 2013; ZHANG *et al.*, 2013; LI *et al.*, 2016). De forma geral, há uma convergência sobre a praticidade deste método para a posterior reciclagem, ou remanufatura de LIBs.

No entanto, poucos estudos científicos analisaram criticamente as tecnologias de descarga eletroquímica de LIBs e/ou propuseram um método sistemático para viabilizar a

tecnologia de reciclagem de LIBs, conforme afirmam Ojanen *et al.* (2018). Em uma busca mais atualizada da literatura, ainda não se identificou um método de descarga eletroquímica em solução salina de LIBs fundamentado em princípios de sustentabilidade ambiental, viabilidade econômica, segurança laboral e escalonamento industrial.

Para a proposição de um método de descarga eletroquímica de LIBs em solução salina há muitas variáveis a serem analisadas cuidadosamente, cabendo destacar: a solução de descarga; a inserção do metal de sacrifício; a relação da concentração da solução com o tempo de descarga; a influência do coletor de corrente no processo; a influência da agitação no processo de descarga; a influência da recirculação da solução de descarga; a influência da temperatura da solução de descarga; a geração de resíduos e efluentes; os custos dos processos; dentre outros.

O metal de sacrifício ou ânodo de sacrifício é qualquer metal utilizado em estruturas submetidas a ambientes oxidantes, com o objetivo de ser oxidado em seu lugar. Esse metal deve possuir menor poder de redução do que o material utilizado na estrutura (consequentemente, maior poder de oxidação), para que possa ser "sacrificado" e protegê-la (GENTIL, 2012).

Portanto, a questão de pesquisa que norteou este trabalho foi: como deve ser estruturado e sistematizado um processo de descarga eletroquímica de energia residual fundamentado em princípios de sustentabilidade ambiental, de viabilidade econômica e de segurança laboral?

2. OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo desenvolver um sistema para a descarga da energia residual das LIBs de forma economicamente viável, laboralmente segura e ambientalmente responsável. Para isso, foram propostos os seguintes objetivos específicos:

- i. Realizar uma revisão bibliográfica sistemática acerca do estado-da-arte das tecnologias de descarga de LIBs visando sua reciclagem;
- ii. Definir uma solução salina que atue como um condutor conectando cátodo e ânodo das células e promovendo desta forma a sua descarga;
- iii. Estabelecer a relação concentração/tempo de imersão para que a descarga ocorra, utilizando uma varredura em diferentes concentrações;
- iv. Avaliar a influência da agitação e da recirculação no processo de descarga;
- v. Avaliar a inclusão de um metal de sacrifício na inibição da corrosão dos terminais da bateria; e
- vi. Analisar a taxa de eficiência do sistema.

3. METODOLOGIA

O método de pesquisa do presente trabalho foi dividido em duas etapas, sendo a primeira delas uma Revisão Bibliográfica Sistemática, focada em identificar e compreender o estado-da-arte sobre tecnologias para descarga de LIBs visando sua reciclagem; e a segunda etapa empírica que compreende o processo experimental.

3.1 Revisão Bibliográfica Sistemática

Uma revisão bibliográfica sistemática (RBS) é um método científico realizado por meio de buscas e análises de publicações científicas como artigos, livros e teses de uma determinada área da ciência, buscando-se conhecer o estado-da-arte sobre o tema da pesquisa, considerando uma perspectiva científica (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011).

A pesquisa se baseou em um modelo de estratégia intitulado como RBS *Roadmap* (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011) para a realização da revisão bibliográfica com uma abordagem sistemática. Segundo Conforto, Amaral e Silva (2011), essa estratégia combina 3 métodos de pesquisas científicas na área das engenharias. Para esse trabalho, a estratégia utilizada é a pesquisa empírica acerca da descarga de baterias de íon lítio visando a sua

reciclagem.

Primeiramente, foram estabelecidos os termos que representam o campo de pesquisa a ser estudado a partir de uma listagem de possíveis palavras-chave (do inglês, *strings*). Esta listagem segue um processo de definição, teste e adaptação, onde é necessário testar combinações de palavras com operadores lógicos de busca (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011).

Para a definição desta listagem, foram introduzidas duas perguntas: qual é o campo de pesquisa a ser estudado e o que se quer enxergar na pesquisa? O campo de pesquisa a ser estudado é a energia residual em baterias e deseja-se enxergar com a pesquisa como um processo de descarga elétrica residual pode ser ambientalmente sustentável, economicamente viável e laboralmente seguro, visto que a descarga é uma tecnologia de reciclagem que consiste em um pré-tratamento essencial para diminuir o risco dos processos seguintes como, por exemplo, a desmontagem (YAO; ZENG; QI; LI, 2020).

Adotar uma base de dados de referência é de extrema importância durante o processo de teste das palavras-chave, as quais são testadas com diferentes operadores lógicos de busca objetivando o melhor resultado (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011). As bases de dados utilizadas nessa etapa foram a *Scopus*, a *IEEE Xplore* e a *ScienceDirect*, das quais a *ScienceDirect* foi selecionada como referência por proporcionar os melhores e mais completos resultados durante o teste.

O processo de teste das palavras-chave foi realizado através de diversas combinações das palavras apresentadas no Quadro 1.

Quadro 1 – Listagem de palavras-chave

Lithium-ion battery	Recycling
Battery recycling	Residual energy
End-of-life battery	Electric discharge
Waste treatment	Systematic bibliographic review
Waste management	Environmental management
End-of-life strategies	Disposal of batteries

Após o teste de diversas combinações com as palavras-chave listadas e com os operadores lógicos de buscas “AND” e “OR”, chegou-se ao seguinte arranjo: "*Lithium ion battery*" AND "*discharge*" AND "*residual energy*" AND "*recycling*", aplicando como filtros apenas artigos de pesquisas publicados nos anos de 2018 a 2022. A partir deste arranjo, foi obtida uma amostra com 18 artigos de pesquisas.

Seguindo o RBS *Roadmap* (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011), foram aplicados três filtros para refinar as buscas e selecionar os artigos de pesquisas que serão úteis para a argumentação teórica e para a discussão das análises da pesquisa.

O primeiro filtro consiste na leitura do título, do resumo e das palavras-chave dos 18 artigos obtidos a partir do arranjo. Já o segundo filtro consiste na leitura da introdução e da conclusão dos artigos selecionados após a aplicação do primeiro filtro.

Além da leitura da introdução e da conclusão, o segundo filtro é composto por diferentes critérios de inclusão e qualificação definidos de acordo com o tema, a fim de priorizar os artigos e identificar os mais relevantes para o estudo (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011). Os critérios utilizados foram:

A) O método de pesquisa deve ser um estudo empírico. A pesquisa empírica ou de campo é aquela que busca dados relevantes e convenientes obtidos através da experiência e da vivência do pesquisador;

B) A pesquisa deve apresentar dados de caracterização dos materiais;

C) A pesquisa deve indicar o potencial de desempenho ambiental e/ou sustentabilidade ambiental; e

D) O método de pesquisa não deve usar processos de cominuição. A cominuição é um processo de redução de materiais sólidos para partículas com tamanhos menores.

Por fim, o terceiro filtro consiste na leitura completa dos artigos selecionados após a aplicação do segundo filtro.

3.2 Processo Experimental

Inicialmente, previram-se as seguintes atividades para serem realizadas durante o desenvolvimento deste trabalho:

- I. Revisão bibliográfica sobre energia residual em baterias;
- II. Planejamento e implementação do DoE (*Design of Experiments*);
- III. Definição da solução de descarga;
- IV. Determinação da relação da concentração da solução com o tempo de descarga;
- V. Estudo da influência da agitação no processo de descarga;
- VI. Estudo da influência da recirculação da solução de descarga;
- VII. Estudo da influência da temperatura da solução de descarga;
- VIII. Determinação da influência da inserção de um metal de sacrifício;
- IX. Otimização da solução de descarga; e
- X. Estudo da remoção dos resíduos da bateria pós descarga.

As células utilizadas nos experimentos foram gentilmente cedidas por uma empresa local, e após o recebimento foram separadas, classificadas e categorizadas para dar início ao processo experimental.

Após o processo de separação e classificação das células, foram escolhidas as soluções de cloreto de potássio KCl e sulfato de ferro heptahidratado $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ para o teste de descarga elétrica, compostos químicos utilizados por Xiao *et al.* e por Yao *et al.*, 2020, respectivamente, dentro da descarga química em seus experimentos.

Para realizar o processo de descarga é necessário, primeiramente, dissolver o sal escolhido em água. O processo de dissolução ocorre ao acrescentar um solvente, neste caso a água, em algum soluto, neste caso o KCl ou o $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, a fim de obter a solução que será utilizada no teste de descarga elétrica.

Sabendo que a molaridade é a concentração em quantidade de matéria de uma solução, ou seja, é o número de mols por litro de solução (mol/L) e que 1 mol é igual ao peso molecular em gramas, é possível diluir um sólido em água a partir da informação de seu peso molecular (HAGE; CARR, 2012). Esta e outras informações como identificação de produtos, composição e informações sobre ingredientes, identificação de perigos, manuseio e armazenamento, propriedades físico químicas e informações sobre transporte podem ser consultadas na FISPQ

(Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos) disponível no laboratório.

As soluções utilizadas nos experimentos foram preparadas a partir da dissolução do sal em água deionizada mediante agitação magnética. As massas de reagente necessárias para a obtenção das concentrações desejadas foram obtidas com o auxílio de uma balança semianalítica e estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Sais, concentrações e massas utilizadas em cada monitoramento.

1ª rodada de experimentos			
Monitoramentos	Sal	Concentração	Massa
1	KCl	1 mol/L	74,550 g
2 a 5	KCl	0,25 mol/L	18,837 g
6 a 9	FeSO ₄ .7H ₂ O	0,5 mol/L	139,005 g
2ª rodada de experimentos			
Monitoramentos	Sal	Concentração	Massa
1 a 4	KCl	0,05 mol/L	3,727 g
5 a 8	FeSO ₄ .7H ₂ O	0,1 mol/L	27,801 g

Para o Monitoramento 1, foram soldados fios de cobre nos terminais de bateria a fim de realizar a medição da tensão das mesmas sem tirá-las da solução.

É importante destacar que nos Monitoramentos 4 e 5 da 1ª rodada de experimentos, que envolvem o metal de sacrifício, foram utilizados 2,0 L de solução com 0,25 mol/L de concentração, visto que este absorve um pouco a solução. Além disso, também foram utilizados 2,0 L de água deionizada para dissolver o sal nos monitoramentos da 2ª rodada de experimentos.

Os experimentos foram planejados e implantados a partir do DoE. Esta técnica é utilizada para definir quais dados devem ser coletados durante um experimento bem como a quantidade e as condições, buscando satisfazer dois grandes objetivos: a maior precisão estatística possível na resposta e o menor custo, sendo possível determinar as variáveis que exercem maior influência no desempenho de um determinado processo (ARANDA; JUNG; CATEN, 2007).

Os resultados foram analisados utilizando o programa Minitab, onde pelo método Taguchi, uma ordem aleatória foi gerada para a realização dos experimentos a fim de que houvesse um melhor resultado com a menor influência dos fatores externos, visto que os experimentos foram feitos em dias diferentes, porém no mesmo local, no mesmo intervalo do

dia e utilizando os mesmos aparatos.

O método Taguchi é uma técnica que pode ser aplicada para otimizar as condições do processo e, simultaneamente, melhorar seu desempenho, podendo executar todos os parâmetros ao mesmo tempo, enquanto o processo de otimização convencional permite que apenas um parâmetro seja alterado, o que é demorado e caro (HOSSAIN *et al.*, 2020).

A realização dos experimentos foi concentrada em duas rodadas. Ao todo, foram realizados 17 monitoramentos. Cada experimento consistiu em submergir 5 células de diferentes químicas e fabricantes nas soluções salinas testando fatores de influência por um período de 8 horas e obtendo a tensão das baterias a cada 1 hora. Após este processo, foi registrado o desgaste físico das células a partir de fotos e elas passaram pela secagem em estufa a 80°C. Por fim, a tensão residual delas foi obtida novamente.

Na segunda rodada de experimentos, um voltímetro com Arduino foi programado para que fosse possível a medição da tensão das baterias sem retirá-las da solução. Para isso, as células das baterias foram colocadas em suportes impressos em uma impressora 3D, o qual possui furos que permitem a entrada de fios de cobre. Esses fios de cobre foram conectados a garras do tipo jacaré que, por sua vez, estavam conectados ao Protoboard e ao Arduino.

Além disso, utilizou-se o software *Processing*® para registrar e salvar as medidas de tensão de minuto a minuto para melhor análise dos resultados.

Os fatores de influência testados foram a agitação magnética, a recirculação da solução de descarga e a inserção de um metal de sacrifício. A agitação se deu por meio de uma placa de agitação magnética com aquecimento, mantendo a agitação constante e o aquecimento desligado. Já a recirculação foi realizada com o auxílio de uma bomba com vazão de 3,0 L/h conectada a duas mangueiras cuja função era recircular a solução dentro do meio reacional de baixo para cima. Por fim, o metal de sacrifício utilizado foi uma lâ de aço-carbono colocada dentro da solução, próxima aos terminais das baterias.

Para iniciar o processo experimental, é necessário separar e classificar as células que serão utilizadas para o teste de descarga elétrica. A fim de compreender melhor o comportamento de cada célula ao ser submetida ao processo de descarga, foram definidos 5 grupos de amostras totalizando 100 células com materiais ativos (óxido de lítio) diversos apresentados no Quadro 2.

Quadro 2 – Grupos de amostras de células de LIBs.

Grupo 1	10 células	NMC ou $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$ (óxido de lítio, cobalto, níquel e manganês). Mista NMC/LCO, onde LCO ou LiCoO_2 é óxido de lítio e cobalto.
Grupo 2	20 células	LCO ou LiCoO_2 (óxido de lítio e cobalto).
Grupo 3	30 células	NMC ou $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_1$ (óxido de lítio, cobalto, níquel e manganês)
Grupo 4	20 células	Não foi possível levantar informações sobre a composição química.
Grupo 5	20 células	Diversas químicas: química LCO, NMC, mista LCO/NMC, mista NCA/NMC, onde NCA (LiNiCoAlO_2) é óxido de lítio, níquel, cobalto e alumínio e química não identificada.

Foi feito um cuidadoso levantamento de todas as especificações químicas e de tensão disponíveis para as células em estudo, com o intuito de subsidiar a compreensão de seus comportamentos durante a fase de descarga. Tais especificações foram encontradas no site *Voltaplex* (2022) e nas MSDS (Ficha de Dados de Segurança, do inglês *Material Safety Data Sheet*) das baterias, e são apresentadas nas Tabelas 2 a 6.

Optou-se por escolher as células que continham uma tensão interna superior a 3,0 V, porque quanto maior a tensão da bateria, mais fácil seria a visualização e a análise do processo de descarga. O Grupo 1 está descrito na Tabela 2. A Tabela 2 apresenta o número da amostra, a cor do plástico e do isolante da célula, as especificações iniciais, as especificações químicas e de tensão, o código de identificação e a tensão medida com o auxílio do multímetro. Durante a seleção, as células foram numeradas de acordo com a coluna “número da amostra” para que fosse possível a distinção entre elas, visto que a medição de sua tensão nominal já havia sido realizada.

Tabela 2 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 1).

Número da Amostra	Cor do plástico e do isolante	Especificações Iniciais	Especificações Químicas				Especificações de Tensão			Código de identificação	Tensão medida com o multímetro
			Abreviatura Química	Cátodo	Ânodo	Observação	Carga máxima	Nominal	Fim de descarga		
1	Verde com isolante branco	Samsung 22F 18650 Battery, 2200 mAh, 4,4 A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (ICR18650 - 22F)	LCO, NMC	LiNiMnCoO2, LiCoO2	Carbon 11	Mistura Co/ Ni/ cátodo Mn/ Razão NCM	4,20 V	3,60 V	2,75 V	1SMG22F	3,504 V
2										2SMG22G	4,000 V
3										3SMG22F	3,637 V
4										4SMG22F	3,885 V
5										5SMG22F	3,601 V
6	Rosa com isolante cinza	Sanyo E 18650 Battery, 2000 mAh, 6A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (UR18650E)	NMC	LiNiMnCoO2	Carbon	Co-Mn dopado	4,20 V	3,60 V	2,75 V	1SAN50E	3,550 V
7										2SAN50E	3,511 V
8	Rosa com isolante rosa	Sanyo AA 18650 Battery, 2150 mAh, 4,3 A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (UR18650AA)	NMC	LiNiMnCoO2	Carbon	NI	4,20 V	3,60 V	3,00 V	1SAN50AA	3,622 V
9										2SAN50AA	3,723 V
10										3SAN50AA	3,774 V

Após a seleção das células, o plástico e o isolante foram retirados, necessitando então de um código de identificação para distingui-las. O código foi anotado em cada bateria e possui uma estrutura lógica. Por exemplo, o código 1SMG22F onde 1 é o número da amostra, SMG é o fabricante, neste caso, a Samsung e 22F é o código próprio da bateria, utilizado para encontrá-la no site da *Voltaplex* (2022). Outro exemplo é 3SAN50AA, no qual o 3 é o número da amostra, SAN é o fabricante, neste caso, a Sanyo e 50AA é o código próprio da bateria. Esse processo foi realizado em todos os grupos.

O Grupo 2 está descrito na Tabela 3. A Tabela 3 apresenta o número da amostra, a cor do plástico da célula, as especificações iniciais, as especificações químicas e de tensão, o código de identificação e a tensão medida com o auxílio do multímetro. Assim como na primeira amostra, foram selecionadas as células que continham uma tensão interna superior a 3,0 V.

O procedimento adotado durante a seleção dessa segunda amostra foi o mesmo adotado para a primeira. As células foram numeradas de acordo com a coluna “número da amostra” de forma a identificar a qual célula cada valor de tensão nominal se refere. Após a remoção do plástico, os códigos com a estrutura lógica foram anotados em cada bateria. Por exemplo, o código 10SANUF, no qual o 10 é o número da amostra, SAN é o fabricante, neste caso, a Sanyo e UF é o código próprio da bateria.

Tabela 3 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 2).

Número da Amostra	Cor do plástico e do isolante	Especificações Iniciais	Especificações Químicas	Especificações de Tensão			Código de identificação	Tensão medida com o multímetro
			Abreviatura Química	Carga máxima	Nominal	Fim de descarga		
1	Vermelho	Sanyo TD UF103450PN UF103450P 2000 mAh min 1880 mAh Sanyo 103450 Battery Marca: Sanyo Modelo: UF103450P UF103450PN 103450P Feito no Japão Tipo: 103450 - Bateria recarregável de ion-lítio Capacidade: 2000 mAh min 1880 mAh Tensão: 3,7 V Corrente de descarga constante máxima: 2C	LCO	4,20 V	3,7 V	2,75 V	1SANUF	3,917 V
2SANUF							3,896 V	
3SANUF							3,879 V	
4SANUF							3,874 V	
5SANUF							3,717 V	
6SANUF							3,686 V	
7SANUF							3,703 V	
8SANUF							4,200 V	
9SANUF							3,862 V	
10SANUF							3,883 V	
11SANUF							3,880 V	
12SANUF							3,941 V	
13SANUF							3,937 V	
14SANUF							3,758 V	
15SANUF							3,754 V	
16SANUF							3,805 V	
17SANUF							3,524 V	
18SANUF							3,695 V	
19SANUF							3,722 V	
20SANUF							3,685 V	

Para a determinação do Grupo 3, foi utilizado o mesmo procedimento de seleção descrito anteriormente para os outros grupos, selecionando 30 células, e as informações obtidas estão apresentadas na Tabela 4. A Tabela 4 apresenta a mesma estrutura das Tabelas 2 e 3. As células de 1 a 12 e 22 a 27 foram identificadas anteriormente na Tabela 2 no site *Voltaplex* (2022).

Novamente, os códigos foram anotados nas baterias após a remoção do plástico e do isolante. Por exemplo, o código 63SAN50AA, no qual o 6 é o número da amostra, o 3 é o número do grupo, visto que no grupo 1 haviam células desse mesmo tipo, SAN é o fabricante, neste caso, a Sanyo e 50AA é o código próprio da bateria utilizado para encontrá-la no site da *Voltaplex* (2022). Outro exemplo é 1BAKCL29, onde 1 é o número da amostra, BAK é o fabricante e CL29 é o código próprio da bateria.

Tabela 4 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 3).

Número da Amostra	Cor do plástico e do isolante	Especificações Iniciais	Especificações Químicas				Especificações de Tensão			Código de identificação	Tensão medida com o multímetro
			Abreviatura Química	Cátodo	Ânodo	Observação	Carga máxima	Nominal	Fim de descarga		
1	Rosa com isolante rosa	Sanyo AA 18650 Battery, 2150 mAh, 4,3 A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (UR18650AA)	NMC	LiNiMnCoO ₂	Carbon	NI	4,20 V	3,60 V	3,00 V	43SAN50AA	3,634 V
2										53SAN50AA	3,782 V
3										63SAN50AA	3,637 V
4										73SAN50AA	3,652 V
5										83SAN50AA	3,529 V
6										93SAN50AA	3,616 V
7	Rosa com isolante cinza	Sanyo E 18650 Battery, 2000 mAh, 6A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (UR18650E)	NMC	LiNiMnCoO ₂	Carbon	Co-Mn dopado	4,20 V	3,60 V	2,75 V	33SAN50E	3,611 V
8										43SAN50E	3,668 V
9										53SAN50E	3,753 V
10										63SAN50E	3,533 V
11										73SAN50E	3,787 V
12										83SAN50E	3,645 V
13	Cinza com isolante verde	Sinowatt SW18650-30MP, Li-ion, 3,7 V, 2500mAh, 10A.	NMC	NI	NI	NI	4,20 V	3,6 V	NI	1SW30MP	3,793 V
14										2SW30MP	3,748 V
15										3SW30MP	3,736 V
16										4SW30MP	3,776 V
17										5SW30MP	3,765 V
18										6SW30MP	3,589 V
19	Azul com isolante verde	EVE ICR18650-26 V, 2550 mAh	NMC	NI	NI	NI	4,20 V	3,60 V	2,50 V	1EVE26V	3,385 V
20										2EVE26V	3,395 V
21										3EVE26V	3,392 V
22	Verde com isolante branco	Samsung 22F 18650 Battery, 2200mAh, 4.4A, 3.6V, Grade A Lithium-ion (ICR18650-22F)	LCO, NMC	LiNiMnCoO ₂ , LiCoO ₂	Carbon	Mixed Co/Ni/Mn cathode / Ratio: NCM	4,20 V	3,60 V	2,75 V	63SMG22F	3,652 V
23										73SMG22F	3,620 V
24										83SMG22F	3,642 V
25										93SMG22F	3,625 V
26										103SMG22F	3,655 V
27										113SMG22F	3,594 V
28	Verde claro com isolante verde musgo	BAK N18650CL-29, 2900mAh	NMC	NI	NI	NI	4,20 V	3,60 V	2,50 V	1BAKCL29	3,353 V
29										2BAKCL29	3,910 V
30										3BAKCL29	3,457 V

O Grupo 4 constitui-se de 20 células de composição química não identificada, selecionadas com o auxílio de um multímetro, priorizando aquelas com tensão interna superior a 3 V. As informações acerca de cada célula estão apresentadas na Tabela 5, que têm a mesma estrutura das tabelas apresentadas anteriormente.

Tabela 5 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 4).

Número da Amostra	Cor do plástico e do isolante	Especificações Iniciais	Especificações Químicas	Especificações de Tensão			Código de identificação	Tensão medida com o multímetro
			Abreviatura Química	Carga máxima	Nominal	Fim de descarga		
1	Lilás com isolante verde musgo	Bateria CR18650 4.2V 2500mah LI-ION Industrial Green	NI	NI	NI	NI	1GRZH	3,626 V
2							2GRZH	3,626 V
3							3GRZH	3,523 V
4							4GRZH	3,601 V
5							5GRZH	3,571 V
6							6GRZH	3,573 V
7							7GRZH	3,584 V
8							8GRZH	3,124 V
9							9GRZH	3,616 V
10							10GRZH	3,642 V
11							11GRZH	3,520 V
12							12GRZH	2,216 V
13	Roxo com isolante branco	18650 3.7V 7.4Wh SZNS	NI	NI	3,7 V	2,75 V	1SZNSGJ4	3,749 V
14							2SZNSGJ4	3,833 V
15							3SZNSGJ4	3,831 V
16							4SZNSGJ4	3,830 V
17							5SZNSGJ4	3,833 V
18							6SZNSGJ4	3,833 V
19							7SZNSGJ4	3,833 V
20							8SZNSGJ4	3,839 V

A amostra de 100 células finalizou-se a partir da obtenção do Grupo 5, o qual contém 20 células de diversas químicas. Todas as células foram selecionadas utilizando o mesmo procedimento descrito anteriormente, ou seja, com o auxílio de um multímetro, priorizando as que possuíam tensão interna superior a 3,0 V.


















A Tabela 6 também apresenta a mesma estrutura das tabelas anteriores. As células de 4 a 10 foram identificadas anteriormente na Tabela 2 no site da *Voltaplex* (2022).

Tabela 6 – Células de baterias de íon lítio (Grupo 5).

Número da Amostra	Cor do plástico e do isolante	Especificações Iniciais	Especificações Químicas				Especificações de Tensão			Código de identificação	Tensão medida com o multímetro
			Abreviatura Química	Cátodo	Ânodo	Observação	Carga máxima	Nominal	Fim de descarga		
1	Rosa com isolante cinza	Sanyo ZY 18650 Battery, 2600mAh, 5A, 3.7V, Grade A Lithium-ion (UR18650ZY)	LCO	LiCoO ₂	Carbon 11	Não possui	4,20 V	3,70 V	2,75 V	1SAN50ZY	3,618 V
2										2SAN50ZY	3,833 V
3										3SAN50ZY	3,839 V
4	Rosa com isolante cinza	Sanyo E 18650 Battery, 2000 mAh, 6A, 3,6 V, Grade A Lithion-ion (UR18650E)	NMC	LiNiMnCoO ₂	Carbon	Co-Mn dopado	4,20 V	3,60 V	2,75 V	95SAN50E	3,831 V
5										105SAN50E	3,830 V
6										115SAN50E	3,833 V
7	Rosa com isolante rosa	Sanyo AA 18650 Battery, 2150mAh, 4.3A, 3.6V, Grade A Lithium-ion (UR18650AA)	NMC	LiNiMnCoO ₂	Carbon	Não possui	4,20 V	3,60 V	3,00 V	105SAN50AA	2,216 V
8										115SAN50AA	3,749 V
9										125SAN50AA	3,833 V
10	Verde claro com isolante branco	Samsung 22F 18650 Battery, 2200mAh, 4.4A, 3.6V, Grade A Lithium-ion	LCO, NMC	LiNiMnCoO ₂ , LiCoO ₂	Carbon 11	Mixed Co/Ni/Mn cathode / Ratio:	4,20 V	3,60 V	2,75 V	125SMG22F	3,833 V
11	Verde com isolante branco	Panasonic AF 18650 Battery, 2020mAh, 8A, 3.6V, Grade A Lithium-ion (CGR18650AF)	NMC	LiNiMnCoO ₂	Carbon	PSS, LiNiO ₂ with Co, Mn doping	4,20 V	3,60 V	3,00 V	1PANAF	3,626 V
12										2PANAF	3,523 V
13										3PANAF	3,601 V
14										4PANAF	3,642 V
15	Azul com isolante branco	LGS3 18650 Battery, 2200mAh, 3.225A, 3.6V, Grade A Lithium-ion	NCA, NMC	LiNiMnCoO ₂ , LiNiCoAlO ₂	Carbon	Não possui	4,20 V	3,60 V	3,00 V	1LG50S3	3,616 V
16	Azul escuro	High Power ICR18650 3.7V 2600mAh 9.62Wh Lithium Ion Cylindrical	NI	NI	NI	NI	4,20 V	3,70 V	2,75 V	1HPO962	3,520 V
17	Verde água com isolante branco	BAK VM 18650 Battery, 2200mAh, 4.4A, 3.7V, Grade A Lithium-ion (18650C4)	NI	NI	NI	NI	4,20 V	3,70 V	3,00 V	1BAKC4	3,571 V
18										2BAKC4	3,573 V
19										3BAKC4	3,584 V
20										4BAKC4	3,124 V

As células utilizadas em cada monitoramento estão destacadas nas Tabelas 2, 3, 4, 5 e 6 a partir da legenda apresentada no Quadro 3.

Quadro 3 – Legenda das células utilizadas em cada monitoramento.

1ª Rodada de Experimentos		2ª Rodada de Experimentos	
	Monitoramento 1 (Agitação) KCl		Monitoramento 1 (Agitação) KCl
	Monitoramento 2 (Agitação) KCl		Monitoramento 2 (Recirculação) KCl
	Monitoramento 3 (Recirculação) KCl		Monitoramento 3 (Todos os fatores) KCl
	Monitoramento 4 (Todos os fatores) KCl		Monitoramento 4 (Metal de sacrifício) KCl
	Monitoramento 5 (Metal de sacrifício) KCl		Monitoramento 5 (Agitação) FeSO ₄ .7H ₂ O
	Monitoramento 6 (Agitação) FeSO ₄ .7H ₂ O		Monitoramento 6 (Todos os fatores) FeSO ₄ .7H ₂ O
	Monitoramento 7 (Todos os fatores) FeSO ₄ .7H ₂ O		Monitoramento 7 (Metal de sacrifício) FeSO ₄ .7H ₂ O
	Monitoramento 8 (Metal de sacrifício) FeSO ₄ .7H ₂ O		Monitoramento 8 (Recirculação) FeSO ₄ .7H ₂ O
	Monitoramento 9 (Recirculação) FeSO ₄ .7H ₂ O		

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Seguindo a mesma divisão do método de pesquisa, os resultados também foram divididos em duas etapas, sendo a primeira composta pelo referencial teórico inicial obtido a partir da RBS, e a segunda etapa apresentando os resultados do processo experimental.

4.1 Revisão Bibliográfica Sistemática

Após a definição das palavras-chave e obtenção da amostra com 18 artigos foi aplicado o primeiro filtro. O Quadro 4 mostra a quantidade de artigos encontrados na busca, os autores e o título de cada artigo, se o artigo se aplica ou não se aplica a pesquisa e a justificativa de inclusão ou exclusão dos artigos.

Após a aplicação deste filtro, a amostra de artigos foi reduzida para 10 artigos, portanto 8 artigos foram excluídos por não se aplicarem à proposta da pesquisa.

O Quadro 5 mostra a aplicação do segundo filtro, apresentando o número do artigo conforme definido no Quadro 4, o título de cada artigo, se o artigo se aplica ou não se aplica ao segundo filtro e a justificativa de inclusão ou exclusão dos artigos.

O Quadro 6 mostra quais artigos atenderam ou não os critérios de inclusão e qualificação do segundo filtro, sendo que as células destacadas apresentam a justificativa pela qual o artigo foi excluído.

Quadro 4 – Aplicação do Filtro 1: leitura do título, resumo e palavras-chave.

	Autores do Artigo	Título do Artigo	Se aplica	Não se aplica	Justificativa
1	Mossali, Elena; Picone, Nicoletta; Gentilini, Luca; Rodriguez, Olga; Pérez, Juan Manuel; Colledani, Marcello.	Lithium-ion batteries towards circular economy: A literature review of opportunities and issues of recycling treatments.	V		É uma revisão da literatura sobre oportunidades e questões de tratamentos de reciclagem.
2	Yao, Lin Peng; Zeng, Qi; Qi, Ting; Li, Jia.	An environmentally friendly discharge technology to pretreat spent lithium-ion batteries.	V		O artigo é constituído por uma análise sistemática do processo químico e físico de descargas, buscando uma tecnologia de descarga ecológica para pré-tratamento de baterias de íon lítio gastas.
3	Yun, Liu; Linh, Duy; Shui, Li; Peng, Xiongbin; Garg, Akhil; LE, My Loan Phung; Asghari, Saeed; Sandoval, Jayne.	Metallurgical and mechanical methods for recycling of lithium-ion battery pack for electric vehicles.	V		É um artigo de revisão que resume dois principais aspectos da reciclagem de baterias de íon lítio para veículos elétricos: procedimento mecânico e reciclagem química (metalúrgica).
4	Garg, Akhil; Wei, Li; Goyal; Ankit; Cui, Xujian; Gao, Liang.	Evaluation of batteries residual energy for battery pack recycling: Proposition of stack stress-coupled-AI approach.	V		O artigo propõe uma abordagem de inteligência artificial acoplada à tensão da pilha para analisar a energia residual (remanescente) nas baterias para a reciclagem.
5	Münster, Patrick; Diehi, Marcel; Frerichs, Joop Enno; Börner, Markus; Hansen, Michael Ryan; Winter, Martin; Niehoff, Philip.	Effect of Li plating during formation of lithium ion batteries on their cycling performance and thermal safety.		X	O artigo analisa o efeito do revestimento do lítio durante a formação de baterias de íon lítio e o efeito de diferentes taxas de C aplicadas dentro do procedimento de formação das células das LIBs. Não se aplica a proposta desta pesquisa.
6	Yang, Jie; Gu, Fu; Guo, Jiafeng.	Environmental feasibility of secondary use of electric vehicle lithium-ion batteries in communication base stations.		X	O artigo analisa a viabilidade em reaproveitar baterias usadas em estações de comunicação para utilizá-las em veículos elétricos. Não se aplica a proposta desta pesquisa.
7	Widijatmoko, Samuel D.; Gu, Fu; Wang, Zheng; Hall, Philip.	Selective liberation in dry milled spent lithium-ion batteries.	V		O artigo estuda as características das LIBs usadas moídas em relação ao tamanho das partículas visando o tratamento e recuperação das LIBs com uma abordagem sustentável.
8	Tian, Guangdong; Yuan, Gang; Aleksandrov, Anatoly; Zhang, Tiezhu; Li, Zhiwu; Fathollahi-Fard, Amir M.; Ivanov, Mikhail.	Recycling of spent Lithium-ion Batteries: A comprehensive review for identification of main challenges and future research trends.	V		O artigo analisa os métodos de reciclagem existentes para baterias de íon lítio, explicando sistematicamente diferentes processos, a fim de apresentar as questões-chave e desafios na reciclagem de LIBs.
9	Rouhi, Hassan; Karola, Eero; Serna-Guerrero, Rodrigo; Santasalo-Aarnio, Annukka.	Voltage behavior in lithium-ion batteries after electrochemical discharge and its implications on the safety of recycling processes.	V		O artigo estuda o comportamento de baterias de íon lítio durante a descarga em soluções salinas, apresentando os desafios de descarregar por completo as LIBs antes da reciclagem.
10	Ahn, Nak-Kyoon; Shim, Hyun-Woo; Kim, Dae-Weon; Swain, Basudev.	Valorization of waste NiMH battery through recovery of critical rare earth metal: A simple recycling process for the circular economy.		X	O artigo estuda baterias de NiMH, o que não se aplica a proposta desta pesquisa.
11	Castro, Francine Duarte; Mehner, Eric; Cutaia, Laura; Vaccari, Mentore.	Life cycle assessment of an innovative lithium-ion battery recycling route: A feasibility study.	V		O artigo investiga uma rota de reciclagem de baterias de íon lítio utilizando uma abordagem de avaliação do ciclo de vida, com a finalidade de analisar a viabilidade do processo nos âmbitos ambiental e econômico.
12	Liu, Jichun; Chen, Xue; Xiang, Yue; Huo, Da; Liu, Junyong.	Optimal planning and investment benefit analysis of shared energy storage for electricity retailers.		X	O artigo faz um planejamento e análise de investimento do armazenamento compartilhado de energia para varejistas de eletricidade, o que não se aplica a proposta desta pesquisa.
13	Iqbal, Aamir; Jan, M. Rasul; Shah, Jasmin.	Recovery of cobalt from spent lithium ion batteries utilizing surface modified graphene oxide.	V		O artigo estuda o desenvolvimento de uma técnica de hidrometalurgia para a recuperação de cobalto da solução de lixiviação de baterias de íon lítio, visto que o cobalto define a capacidade econômica da reciclagem das LIBs.
14	Dalala, Zakariya; Alwahsh, Taha; Saadeh, Osama.	Energy recovery control in elevators with automatic rescue application.		X	O artigo propõe a recuperação de energia de sistemas de elevadores utilizando um armazenamento de energia baseado em supercapacitores e baterias de íon lítio, visando obter notáveis economias de energia. Não se aplica a proposta desta pesquisa.
15	Shahjalal, Mohammad; Roy, Probir Kumar; Shams, Tamanna; Fly, Ashley; Chowdhury, Jahedul Islam; Ahmed, Md. Rishad; Liu, Kailong.	A review on second-life of Li-ion batteries: prospects, challenges, and issues.	V		O artigo fornece uma visão ampla do funcionamento de baterias de íon lítio de segunda vida, examinando obstáculos e métodos de reutilização e reciclagem de LIBs, com o objetivo de aumentar suas aplicações.
16	Wu, Lixiang; Zhang, Fu-Shen; Yue, Xiao-Hui; Zhang, Zhi-Yuan.	In-situ inducing hydroxyl radicals for the stripping of cathode materials from spent lithium iron phosphate battery.		X	O artigo estuda dois diferentes sistemas para a recuperação de materiais catódicos de baterias de fosfato de ferro de lítio gastas, o que não se aplica a proposta desta pesquisa.
17	Chen, Lu; Liu, Wenxia; Shi, Qingxin; Lyu, Xiaoying; Bai, Yaling; Zhang, Shuting; Lu, Yu; Liu, Zongqi.	Prospect Theory-Based optimal configuration of modular mobile battery energy storage in distribution network considering disaster scenarios.		X	O artigo propõe uma configuração de armazenamento de energia de baterias móvel modular em redes de distribuição para resolver problemas de falhas e desastres. Não se aplica a proposta da pesquisa.
18	Colarullo, Linda; Thakur, Jagruti.	Second-life EV batteries for stationary storage applications in Local Energy Communities.		X	O artigo avalia os impactos do uso de baterias de segunda vida em Comunidades Energéticas Locais. Não se aplica a proposta da pesquisa.

Quadro 5 – Aplicação do Filtro 2: Leitura da introdução e conclusão.

	Título do Artigo	Se aplica	Não se aplica	Justificativa do Filtro 2
1	Lithium-ion batteries towards circular economy: A literature review of opportunities and issues of recycling treatments.		X	Artigo excluído por tratar de um modelo ideal de economia circular, sem se aprofundar no objetivo desta pesquisa. No entanto, o artigo deve ser usado como consulta por apresentar uma introdução muito boa sobre o que são as LIBs e seu princípio de funcionamento.
2	An environmentally friendly discharge technology to pretreat spent lithium-ion batteries.	V		O artigo é muito interessante e se aplica a pesquisa por mostrar que a descarga é um pré-tratamento essencial na reciclagem para diminuir a energia residual e evitar a liberação de calor durante o processo de desmontagem, levando em conta além da eficiência da descarga, o impacto ambiental, buscando projetar modelos de descarga adequados para diferentes tamanhos de LIBs gastas e tratamento em larga escala.
3	Metallurgical and mechanical methods for recycling of lithium-ion battery pack for electric vehicles.	V		O artigo é muito interessante e se aplica a pesquisa por combinar métodos metalúrgicos e mecânicos usados na reciclagem de baterias de íon-lítio para veículos elétricos e no contexto dos processos metalúrgicos.
4	Evaluation of batteries residual energy for battery pack recycling: Proposition of stack stress-coupled-AI approach.		X	O artigo é interessante, porém não se enquadra nos objetivos da pesquisa já que seus experimentos foram utilizados para gerar um modelo matemático para prever a capacidade da célula da bateria de íon lítio. O artigo tem potencial para consultas futuras.
7	Selective liberation in dry milled spent lithium-ion batteries.		X	O artigo explora a liberação seletiva de materiais com eletrodos positivos ativos em direção aos coletores de corrente e as liberações seletivas entre os coletores de corrente de cobre e alumínio. É feita uma comparação da liberação seletiva de bateria nova e gasta, que permitiu compreender o efeito do envelhecimento na liberação seletiva. Porém, o artigo focou apenas em encontrar o ponto de corte correto para a liberação seletiva, por isso foi excluído.
8	Recycling of spent Lithium-ion Batteries: A comprehensive review for identification of main challenges and future research trends.	V		O artigo é muito interessante e se aplica a pesquisa por fazer uma revisão extensa e abrangente sobre a reciclagem dos resíduos das baterias de íon lítio, trazendo informações a respeito do pré-tratamento, lixiviação, purificação e aplicações industriais dessa reciclagem, além de evidenciar sua importância, mostrando os desafios atuais e as perspectivas potenciais futuras.
9	Voltage behavior in lithium-ion batteries after electrochemical discharge and its implications on the safety of recycling processes.	V		O artigo é muito interessante e se aplica a pesquisa por estudar diretamente o comportamento da tensão da bateria de íon lítio após a descarga em soluções salinas, buscando encontrar possíveis condições que garantam a segurança do manuseio da bateria durante o processo de reciclagem, além de destacar os problemas causados pelo efeito da recuperação de tensão e da corrosão dos terminais após o processo de descarga.
11	Life cycle assessment of an innovative lithium-ion battery recycling route: A feasibility study.	V		O artigo é muito interessante e se aplica a pesquisa por realizar uma avaliação do ciclo de vida para uma rota de reciclagem em circuito fechado para baterias de íon lítio automotivas, avaliando os benefícios ambientais e econômicos sobre a melhoria do processo.
13	Recovery of cobalt from spent lithium ion batteries utilizing surface modified graphene oxide.		X	O artigo utiliza um processo automatizado de extração e recuperação do cobalto presente em baterias de íon lítio a partir de um adsorvente sintetizado, apresentando resultados satisfatórios em termos de seletividade, reutilização e estabilidade. Porém, o artigo focou apenas na extração de um dos metais das LIBs, por isso foi excluído. O artigo tem potencial para consultas futuras.
15	A review on second-life of Li-ion batteries: prospects, challenges, and issues.		X	O artigo realiza uma revisão crítica sobre a avaliação de conjunto de baterias para uso em segunda vida, destacando questões de custo e benefícios econômicos, não atendendo a proposta da pesquisa e, por isso, foi excluído. O artigo tem potencial para consultas futuras.

Quadro 6 – Critérios de inclusão utilizados na aplicação do Filtro 2.

	A	B	C	D
1	O artigo faz uma revisão bibliográfica aprofundada, analisando os processos industriais existentes e mostrando soluções tecnológicas em curso, porém não propõe a realização de nenhum experimento, apenas analisam resultados de trabalhos já publicados.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais através de uma tabela que apresenta a composição química típica presente nos componentes da célula das baterias de íon-lítio e mostra a concentração em porcentagem de peso (%wt).	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque propõe o desenvolvimento de sistemas fáceis de serem reutilizados e reciclados para minimizar a quantidade de materiais a serem depositados em aterro ou incinerados, por exemplo.	O artigo não usa processos de cominuição.
2	O método de pesquisa é empírico porque fez a análise do processo de descarga química e física de maneira sistemática, buscando projetar modelos de descarga adequados para diferentes tamanhos de LIBs gastas e tratamento em larga escala.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais porque apresenta aplicações, tipos e tamanhos das LIBs, além de falar sobre os materiais utilizados em dois tipos de descargas: a descarga química e a descarga física.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental, sendo seu principal objetivo levar em conta a eficiência da descarga e do impacto ambiental, analisando qualitativa e quantitativamente os poluentes gasosos, líquidos e sólidos gerados nos processos de descarte.	O artigo não usa processos de cominuição, utilizando baterias gastas para realizar os experimentos.
3	O método de pesquisa é empírico porque objetiva estabelecer uma estrutura para garantir a desmontagem mais rápida, a identificação e detecção de energia residual e recuperação de materiais utilizando procedimentos mecânicos e metalúrgicos.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais, ilustrando em uma das seções, os componentes das baterias de íon lítio e os detalhes dos processos mecânicos e metalúrgicos.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque apresenta um sistema de recuperação automático e inteligente, além de eficiência e segurança na desmontagem de baterias.	O artigo não usa processos de cominuição, utilizando processos metalúrgicos e mecânicos para encontrar uma estrutura de reciclagem eficiente e eficaz.
4	O método de pesquisa é empírico porque propõe uma abordagem de inteligência artificial para prever o estado da bateria a partir de parâmetros passíveis de medição, como tensão, projetando e realizando experimentos para verificar os fundamentos.	O artigo utiliza os tipos de modelo de bateria para introduzir tecnologias de estimativa para resolver problemas relacionados a reciclagem, porém não mostra quais são os tipos de modelo de bateria, não apresentando dados de caracterização dos materiais.	O artigo pode indicar potencial de desempenho ambiental porque propõe uma estratégia de reciclagem para baterias gastas utilizando um modelo matemático, podendo ser esta uma estratégia de reciclagem otimizada para baterias usadas.	O artigo não usa processos de cominuição, utilizando apenas experimentos baseados na carga estática das baterias.
7	O método de pesquisa é empírico porque estuda as características das LIBs gastas moídas utilizando a liberação seletiva para concentrar materiais ativos do eletrodo positivo antes de realizar a separação.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais a partir de uma explicação da constituição das baterias de íon lítio.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque busca a recuperação do eletrodo positivo que possui materiais ativos que são os componentes-ativos principais por serem um dos recursos mais valiosos das LIBs.	O artigo utiliza processos de cominuição, como trituração e pontes de corte utilizando fresadoras.
8	O método de pesquisa é empírico porque faz uma revisão sistemática dos estudos e tecnologias de ponta usadas na reciclagem de resíduos de baterias de íon lítio, utilizando diferentes bases de dados e 204 artigos científicos.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais apresentando a composição das baterias de íon lítio em termos de seu desempenho e potencial de poluição ambiental.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque fornece informações sobre a reciclagem dos resíduos das baterias de íon lítio, descrevendo os métodos, problemas e desafios.	O artigo não usa processos de cominuição, focando nos processos de pré-tratamento, lixiviação e purificação.
9	O método de pesquisa é empírico porque realiza um estudo sistemático da descarga eletroquímica das baterias de lítio, analisando o comportamento da tensão das LIBs após a descarga em soluções salinas.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais porque apresenta informações da composição das baterias de íon lítio, destacando a recuperação dos materiais valiosos presentes nas LIBs.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental, visto que seu principal objetivo é diminuir o impacto ambiental das baterias de íon lítio a partir de um processo eficiente de reciclagem.	O artigo não usa processos de cominuição, utilizando métodos de descarga eletroquímica em soluções salinas.
11	O método de pesquisa é empírico porque realiza a avaliação do ciclo de vida de uma rota inovadora de reciclagem em circuito fechado para baterias de íon lítio automotivas, adotando um processo de reciclagem que consiste em desmontagem, descarga, pré-tratamento, lixiviação e precipitação.	O artigo apresenta dados de caracterização dos materiais ao fazer análises da reciclagem de diferentes componentes da bateria de íon lítio, além de informações específicas como a composição do cátodo de LIBs de veículos elétricos.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque realiza uma avaliação do ciclo de vida de um método de reciclagem de baterias de íon lítio automotivas, visto que o principal objetivo da ACV é quantificar os impactos ambientais relacionados a um produto ou serviço.	O artigo não usa processos de cominuição, utilizando um processo de reciclagem hidrodominante que consiste em desmontagem, descarga, pré-tratamento, lixiviação e precipitação.
13	O método de pesquisa é empírico porque utiliza um processo automatizado de extração em fase sólida do cobalto de baterias de íon lítio, além de visar a recuperação desse componente com menores consequências ambientais a partir de um adsorvente sintetizado.	O artigo apresenta uma proposta de extração e recuperação do cobalto presente nas baterias de íon lítio, sem apresentar com detalhes dados que caracterizam os materiais presentes nas LIBs.	O artigo indica potencial de desempenho ambiental porque realiza um processo automatizado de extração e recuperação seletiva e máxima do cobalto presente em baterias de íon lítio, tendo como um dos principais focos alcançar menores consequências ambientais.	O artigo não usa processos de cominuição, visto que utiliza um adsorvente sintetizado para a extração e recuperação do cobalto das baterias de íon lítio.
15	O método de pesquisa é empírico porque revisa os desafios técnicos e econômicos em todas as áreas do ciclo de vida útil secundária de baterias de íon lítio.	A partir da aplicação do Filtro 2 dessa revisão bibliográfica sistemática, na qual a introdução e a conclusão foram lidas, conclui-se que o artigo não apresenta dados de caracterização dos materiais.	O artigo foca em aplicações de segunda vida de baterias de íon lítio, porém destaca que são necessárias mais pesquisas sobre a proteção, economia e aspectos ambientais da produção, utilização secundária e reciclagem das LIBs.	O artigo não usa processos de cominuição, focando em uma revisão crítica da avaliação da segunda vida útil de baterias de íon lítio, selecionando-as a partir de testes que, até a aplicação desse filtro, não foram descritos.

Após a aplicação do segundo filtro, a amostra de artigos foi reduzida para 5 artigos, portanto 5 artigos foram excluídos por não se aplicarem à proposta da pesquisa e/ou não atenderem aos critérios de inclusão impostos.

Seguindo o mesmo padrão das tabelas apresentadas anteriormente, o Quadro 7 mostra a aplicação do terceiro filtro, apresentando o número do artigo conforme definido no Quadro 4, o título de cada artigo, se o artigo se aplica ou não se aplica a pesquisa e a justificativa de inclusão ou exclusão dos artigos.

Quadro 7 – Aplicação do Filtro 3: Leitura completa.

	Título do Artigo	Se aplica	Não se aplica	Justificativa do Filtro 3
2	An environmentally friendly discharge technology to pretreat spent lithium-ion batteries.	<i>V</i>		O artigo é muito interessante e é uma boa base teórica para a pesquisa, já que divide os experimentos de eficiência de descarga em descarga química e descarga física.
3	Metallurgical and mechanical methods for recycling of lithium-ion battery pack for electric vehicles.	<i>V</i>		Apesar de ser uma leitura difícil, o artigo é muito interessante e algumas informações contidas nele serão uma boa base teórica para a pesquisa.
8	Recycling of spent Lithium-ion Batteries: A comprehensive review for identification of main challenges and future research trends.		<i>F</i>	O artigo é muito interessante por apresentar as diversas etapas de reciclagem como pré-tratamento, lixiviação e purificação, além de possíveis rotas para a reciclagem dos resíduos das LIBs, porém não apresenta muitos dados sobre a descarga.
9	Voltage behavior in lithium-ion batteries after electrochemical discharge and its implications on the safety of recycling processes.	<i>V</i>		O artigo é muito interessante e descreve o processo de descarga utilizado, além de fornecer uma análise detalhada do comportamento das baterias após esse processo e realizar testes sequenciais de descarga em solução salina.
11	Life cycle assessment of an innovative lithium-ion battery recycling route: A feasibility study.		<i>F</i>	Apesar do artigo ser muito interessante e fornecer detalhes sobre o processo de reciclagem, ele não foca no método de descarga. Além disso, o artigo apresenta detalhes da construção de uma ACV, possuindo potencial para consultas futuras.

Nota-se que, após a aplicação do terceiro filtro, 3 artigos selecionados no segundo filtro foram selecionados pelo terceiro filtro, portanto 2 artigos foram excluídos por não se aplicarem a proposta da pesquisa.

4.2 Processo Experimental

O método de descarga elétrica residual das LIBs escolhido neste trabalho foi o método eletroquímico que consiste em imergir as células em soluções salinas.

4.2.1 1ª Rodada de Experimentos

Para o primeiro experimento, utilizou uma concentração de 1 mol/L de KCl e a agitação magnética como fator de influência. Essa solução foi extremamente corrosiva para as baterias, fazendo com que os fios de cobses se soltassem, visto que os terminais das baterias foram corroídos e impossibilitando a medição da tensão das baterias durante a descarga. A Figura 1 apresenta o terminal das 5 baterias utilizadas no primeiro monitoramento.



Figura 1 – Terminal das 5 células utilizadas no 1º Monitoramento – KCl.

A fim de evitar a corrosão mostrada na Figura 1, o DoE foi adaptado para uma menor concentração de KCl e está apresentado na Tabela 7. Em ensaios preliminares não foi possível detectar variações na temperatura utilizando-se o termômetro de vidro comum (escala de 1°C) disponível no laboratório. Desta forma o controle de temperatura não será realizado no momento por não indicar interferência significativa no processo de descarga.

Tabela 7 – DoE Sal 1 – KCl; [1] 0,25 M.

Ordem aleatória	Ordem ens	Pt Central	Blocos	Recirculação	Agitação	Metal de Sacrifício
3	1	1	1	-1	1	-1
2	2	1	1	1	-1	-1
4	3	1	1	1	1	1
1	4	1	1	-1	-1	1

Na Tabela 7, o -1 indica que o experimento foi realizado sem a variável e o 1 indica que o experimento foi realizado com a variável.

Os monitoramentos 2 a 5 foram realizados em solução de 0,25 mol/L de KCl e as tensões de cada célula foram obtidas de hora em hora através de um multímetro removendo as baterias da solução. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 8.

Além dos resultados do monitoramento, a Tabela 8 também lista a “Tensão após a secagem”. O aumento de tensão após a remoção de uma bateria do circuito é conhecido como “recuperação de tensão” na engenharia elétrica e “relaxamento de tensão” na eletroquímica (ROUHI *et al.*, 2021). Rouhi *et al.*, 2021 demonstram a importância de compreender o comportamento de descarga das baterias e como ele pode ser influenciado para garantir uma descarga eficiente e segura, bem como o manuseio seguro das LIBs para a reciclagem e recuperação eficiente do material, sendo um desafio encontrar uma solução salina que possa descarregar a LIB até um nível em que nenhuma recuperação seja obtida. Dito isto, após a descarga, as baterias foram secadas e sua tensão foi medida novamente, apresentando os resultados obtidos na Tabela 8.

Com esses resultados, foram construídos os gráficos apresentados nas Figuras 2 a 5, afim de contribuir com a observação e interpretação dos dados.

É importante estabelecer um limite mínimo porque, se uma bateria não totalmente descarregada for esmagada durante a reciclagem, ela gerará uma corrente de curto-circuito, resultando em um forte aumento de temperatura devido aos componentes ativos das LIBs que liberam a carga remanescente durante a britagem, representando um risco para os equipamentos e as pessoas. Com base em testes controlados em laboratórios, foi determinado que com valores de tensão igual ou menores que 1,5 V a célula pode ser submetida aos processos subsequentes no processo de reciclagem sem que haja riscos de explosões ou ignição.

Tabela 8 – Resultados da 1ª rodada de experimentos com KCl.

MONITORAMENTO 2: AGITAÇÃO									
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)								
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	Após secagem
2SANUF_LCO	3,896	3,888	3,5690	2,334	1,9310	0,822	0,5430	0,278	0,081
1EVE26V_NMC	3,385	3,111	2,9500	1,518	1,2530	1,015	1,0110	1,009	0,006
2SMG22F_Mi	4,000	3,983	3,5580	3,522	3,5190	2,680	2,6320	2,627	3,867
1LG50S3_Mi	3,616	3,817	3,7610	3,712	3,6840	3,627	3,6080	0,685	0,198
2GRZH_NI	3,626	3,619	3,5830	3,545	3,5780	3,502	3,4540	3,438	0,582
MONITORAMENTO 3: RECIRCULAÇÃO									
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)								
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	Após secagem
1SAN50ZY_LCO	3,618	3,753	3,7230	1,457	1,2300	0,629	1,8170	1,441	0,227
1BAKCL29_NMC	3,353	2,960	2,3430	1,761	1,2010	1,117	0,8500	0,796	0,401
1PANAF_NMC	3,626	3,618	3,5890	3,560	3,4780	0,946	0,9250	1,048	1,022
3SMG22F_Mi	3,637	3,562	3,1850	3,480	2,3070	0,395	0,8300	1,408	0,003
1HPO962_NI	3,520	3,932	3,8940	3,876	3,8280	3,369	3,7090	3,698	3,646
MONITORAMENTO 4: AGITAÇÃO; RECIRCULAÇÃO E METAL DE SACRIFÍCIO									
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)								
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	Após secagem
1SANUF_LCO	3,917	3,820	3,7880	3,767	3,6930	1,821	1,2220	1,075	0,130
1SW30MP_NMC	3,793	3,670	3,6210	3,594	0,8030	0,653	0,6370	0,682	0,748
4SMG22F_Mi	3,885	3,569	3,3590	3,250	2,4200	1,414	1,3260	1,529	3,698
2GRZH_NI	3,626	3,449	3,5050	3,452	3,2630	1,740	1,1040	1,058	0,427
1SZNSGJ4_NI	3,749	3,628	3,6070	3,557	3,4980	1,143	1,0780	1,056	0,187
MONITORAMENTO 5: METAL DE SACRIFÍCIO									
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)								
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	Após secagem
4SANUF_LCO	3,874	3,867	3,8030	3,774	3,7480	2,928	1,4920	1,140	0,073
2EVE26V_NMC	3,395	3,393	1,9050	1,218	0,6160	0,578	0,5140	0,264	1,950
1SAN50E_NMC	3,550	3,544	2,2180	1,528	1,3150	1,118	1,0430	0,946	0,596
125SMG22F_Mi	3,833	2,944	1,8630	1,420	1,2450	0,976	0,9530	0,856	0,005
3GRZH_NI	3,523	3,520	3,3640	1,907	0,9660	0,754	0,7390	0,590	0,456

Analisando as Figuras 2 a 5, é possível notar que as baterias do tipo LCO alcançaram o limite mínimo de tensão de 1,5 V em todos os experimentos, sendo que na presença da agitação a célula alcançou a tensão limite em 5 horas e se manteve abaixo de 1,5 V durante todo o experimento, como pode ser observado na Figura 2, ao contrário da célula 1SAN50ZY_LCO submetida ao experimento com recirculação que apresentou um aumento da tensão na 6ª hora de monitoramento.

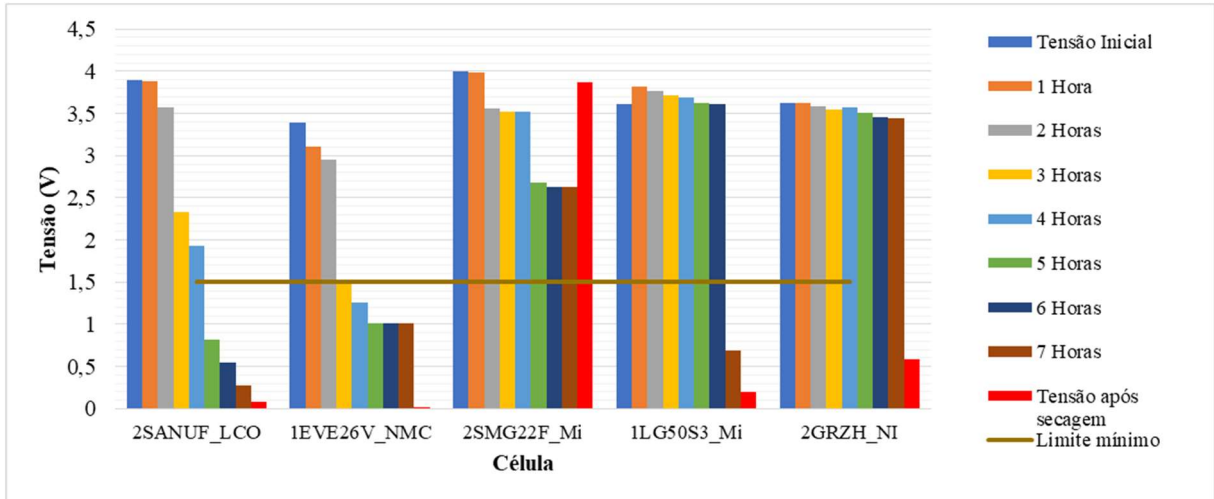


Figura 2 – Monitoramento utilizando KCl com a agitação como fator de influência.

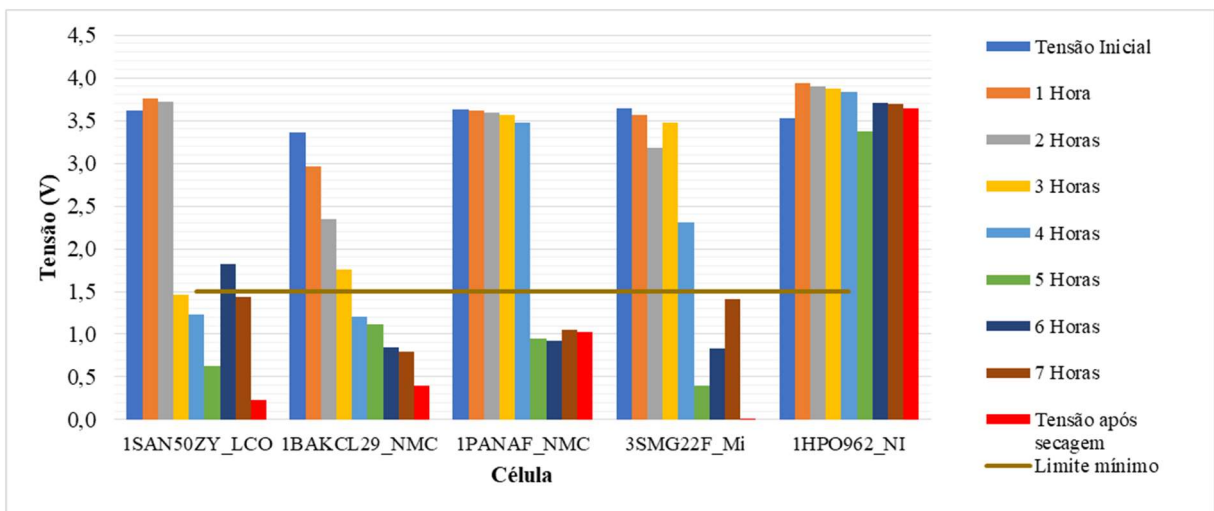


Figura 3 – Monitoramento utilizando KCl com a recirculação como fator de influência.

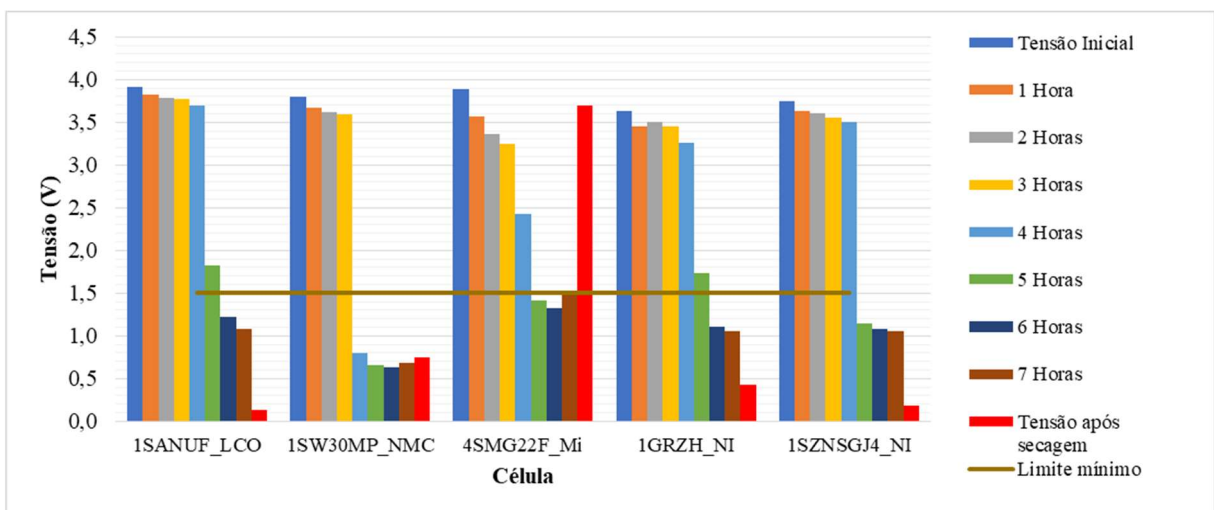


Figura 4 – Monitoramento utilizando KCl com todos os fatores de influência.

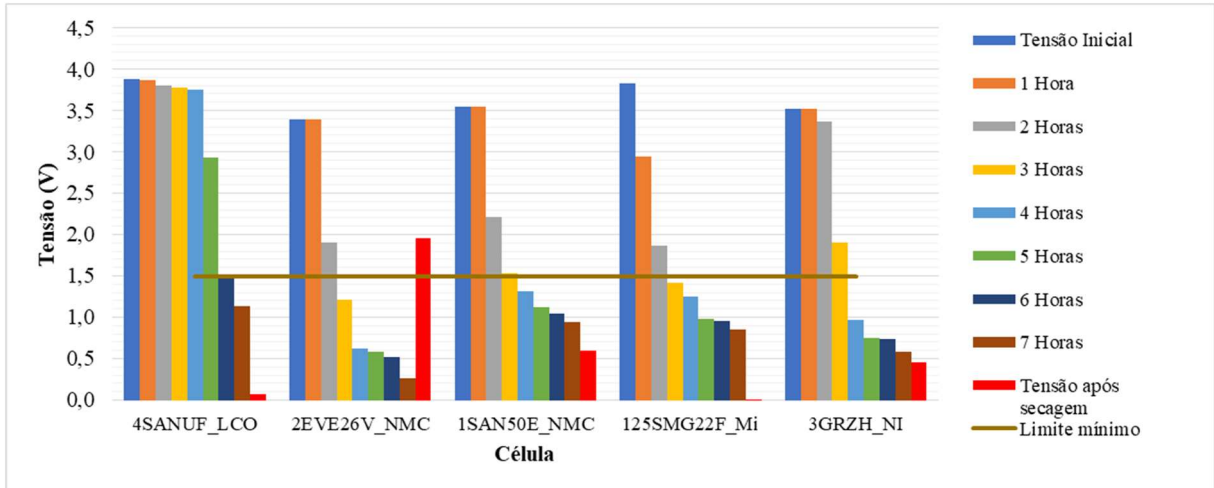


Figura 5 – Monitoramento utilizando KCl com o metal de sacrifício como fator de influência.

As baterias do tipo NMC e com material ativo misto atingiram a tensão limite ao final de todos os experimentos, com exceção da célula 2SMG22F_Mi submetida ao experimento com agitação que não descarregou. Destaca-se que a bateria com material ativo misto 125SMGF_Mi atingiu em menor tempo (3 horas) uma tensão inferior a tensão limite no processo de descarga com o metal de sacrifício quando comparada com as baterias do mesmo tipo submetidas aos outros fatores de influência, como pode ser observado na Figura 5. Além disso, as baterias 4SMG22F_Mi, submetida ao experimento com todos os fatores, e 2EVE26V_NMC, submetida ao experimento com o metal de sacrifício, atingiram uma tensão superior a 1,5 V após a secagem; esse fenômeno será analisado em trabalhos futuros.

Por fim, as baterias com material ativo não identificado tiveram variações significativas em cada caso, apresentando melhores resultados na presença do metal de sacrifício (Figura 5) e, como observado na Figura 3, tem-se a hipótese que as células não descarregaram na presença da recirculação.

Além do planejamento dos experimentos, o software Minitab foi utilizado para auxiliar na interpretação dos resultados obtidos e para propor uma estimativa das condições a serem utilizadas em um processo otimizado. Um primeiro estudo foi realizado separando as células de acordo com seus materiais ativos. A Figura 6 apresenta os gráficos obtidos no software, todos tendo como alvo a menor tensão possível. É possível observar que as condições otimizadas para a descarga das células do tipo LCO incluem agitação apenas, sem recirculação e sem metal de sacrifício.

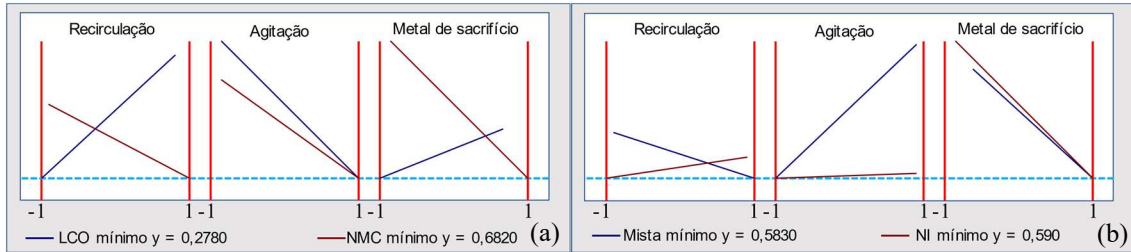


Figura 6 – Análise das células após a primeira rodada de testes com KCl: (a) células com química LCO e NMC e (b) células com química mista e não identificada.

Para as células do tipo NMC, tem-se que as condições otimizadas para a descarga incluem todos os fatores, sendo que o fator mais influente é o metal de sacrifício, como pode ser observado na Figura 6 (a).

Ao contrário das condições otimizadas para as células do tipo LCO, as condições para as células com material ativo misto incluem a recirculação e o metal de sacrifício, sem a agitação.

Por fim, como pode ser observado na Figura 6 (b), as condições otimizadas para a descarga de células com material ativo não identificado incluem apenas o metal de sacrifício, sem agitação e sem recirculação.

As análises realizadas para as células separadas por constituição química única são baseadas em uma amostra ideal, onde não há mistura de células, e favorecem o entendimento do processo em função da química presente. Porém, sabendo-se que na realidade de uma empresa não há um controle sobre a composição química das células em cada lote, foi realizada outra análise considerando a obtenção da mínima tensão possível, porém com todas as células em conjunto.

Os valores destacados em vermelho indicam se o fator de influência analisado deve ser utilizado durante a otimização. Para este cenário, as condições otimizadas incluem a presença do metal de sacrifício (Atu: [1,0]) e da agitação (Atu: [0,1]). Nota-se que a recirculação não é um fator excluído totalmente, o que seria representado por Atu: [-1,0]; logo o processo de recirculação deve ser mais brando para este processo (Atu: [-0,8384]). Desta forma, as células submetidas a descarga com esses fatores otimizados alcançariam um valor final médio de 0,7042 V.

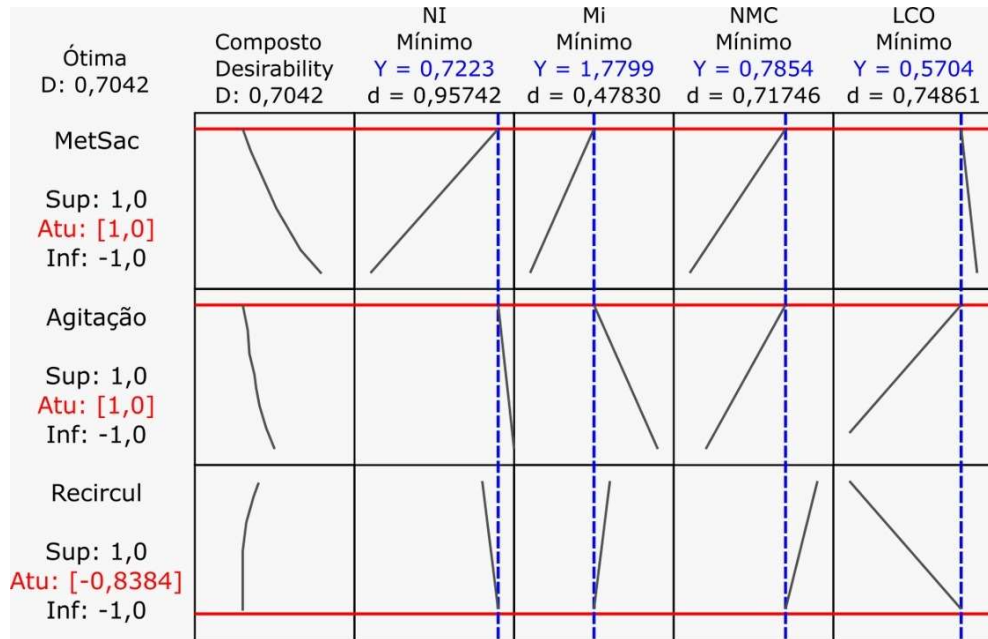


Figura 7 – Análise considerando todas as células.

Mesmo após a diminuição da concentração da solução com KCl, os terminais das baterias apresentaram grande corrosão, como pode ser observado na Figura 8, nas quais as baterias I são do tipo NMC e as II possuem química mista. Essa corrosão foi significativa em todas as descargas, inclusive nas células submetidas ao experimento com a inserção do metal de sacrifício.

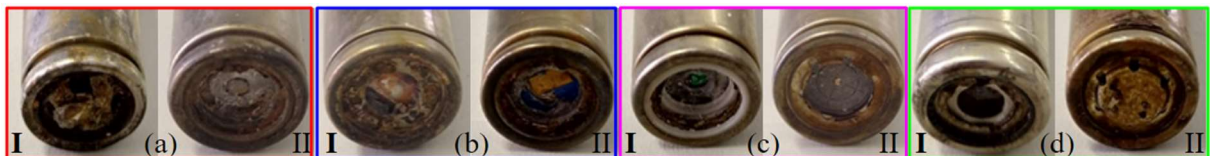


Figura 8 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,25 mol/L de KCl: (a) Agitação (em vermelho), (b) Recirculação (em azul), (c) Todos os fatores (em magenta) e (d) Metal de sacrifício (em verde).

Os monitoramentos de 6 a 9 foram realizados utilizando uma concentração de 0,5 mol/L de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. O DoE dos experimentos realizados com $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ está apresentado na Tabela 9.

Tabela 9 – DoE Sal 2 – $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; [1] 0,5 M.

Ordem aleatória	Ordem ens	Pt Central	Blocos	Recirculação	Agitação	Metal de Sacrifício
3	1	1	1	-1	1	-1
4	2	1	1	1	1	1
1	3	1	1	-1	-1	1
2	4	1	1	1	-1	-1

Na Tabela 9, o -1 indica que o experimento foi realizado sem a variável e o 1 indica que o experimento foi realizado com a variável.

Os resultados dos monitoramentos 6, 7, 8 e 9 foram obtidos de hora em hora removendo a célula da solução e medindo sua tensão através de um multímetro. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Resultados da 1ª rodada de experimentos com $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

MONITORAMENTO 6: AGITAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
5SANUF_LCO	3,709	1,740	1,355	1,077	0,335	0,055	0,041	0,142	0,012	-
113SMG22F_Mi	3,584	2,250	2,349	2,037	1,610	1,386	0,732	0,713	0,771	2,459
2PANAF_NMC	3,808	1,078	0,915	0,620	0,472	0,678	0,568	0,602	0,633	2,232
105SAN50E_NMC	3,547	1,910	2,185	2,183	2,560	2,445	2,473	1,738	1,467	1,557
4GRZH_NI	3,601	3,434	1,862	1,002	0,706	0,845	0,636	0,561	0,720	1,677
MONITORAMENTO 7: AGITAÇÃO, RECIRCULAÇÃO E METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
6SANUF_LCO	3,669	1,311	1,385	0,943	0,568	0,634	0,560	0,566	0,476	2,023
7SANUF_LCO	3,693	3,503	1,192	1,033	0,827	0,759	0,710	0,619	0,313	0,824
5SMG22F_Mi	3,601	3,579	-	-	-	-	-	-	-	0,019
2SAN50AA_NMC	3,717	2,166	2,541	2,385	2,203	1,982	1,830	1,732	1,693	2,836
2SZNSGJ4_NI	3,831	1,307	1,888	1,902	1,748	1,545	0,582	0,532	0,472	2,415
MONITORAMENTO 8: METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
8SANUF_LCO	4,033	3,670	1,345	0,557	0,652	0,588	0,718	0,272	0,334	0,189
63SMG22F_Mi	3,648	1,119	0,875	0,533	0,435	0,557	0,614	0,445	0,411	0,006
2SW30MP_NMC	3,747	3,611	1,268	1,090	0,655	0,802	0,738	0,496	0,341	2,588
5GRZH_NI	3,569	2,038	1,751	1,103	0,808	0,506	0,769	0,562	0,337	0,193
2BAKC4_NI	3,684	0,953	0,721	0,478	0,508	0,517	0,509	0,423	0,356	0,069
MONITORAMENTO 9: RECIRCULAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
9SANUF_LCO	3,829	1,044	0,992	0,742	0,344	0,760	0,548	0,581	0,371	-
3SAN50ZY_LCO	3,839	2,402	1,629	1,509	1,395	1,429	1,277	1,447	1,382	1,748
73SMG22F_Mi	3,618	2,349	-	-	0,001	0,070	-	-	0,005	0,002
2BAKCL29_NMC	3,909	0,897	0,724	0,609	0,398	0,289	0,543	0,264	0,392	2,601
3SZNSGJ4_NI	3,792	1,106	0,858	0,758	0,670	0,560	0,695	0,425	0,489	0,302

- Não foi possível medir as tensões

As baterias 5SMG22F_Mi e 73SMG22F_Mi foram danificadas durante o experimento, impossibilitando a medição de suas tensões. Além disso, não foi possível medir a tensão após a secagem das baterias 5SANUF_LCO e 9SANUF_LCO devido à corrosão em seus terminais.

A partir dos gráficos apresentados nas Figuras 9 a 12 é possível notar que as baterias do tipo LCO alcançaram o limite mínimo de tensão de 1,5 V ao final de todos os experimentos, porém as células 6SANUF_LCO submetida ao experimento com todos os fatores e a

3SAN50ZY_LCO submetida ao experimento com recirculação ultrapassaram a tensão limite após a secagem, como pode ser observado nos gráficos das Figuras 10 e 12. Além disso, com a presença da recirculação, uma das células desse tipo (9SANUF_LCO) alcançou a tensão limite em menor tempo (1 hora).

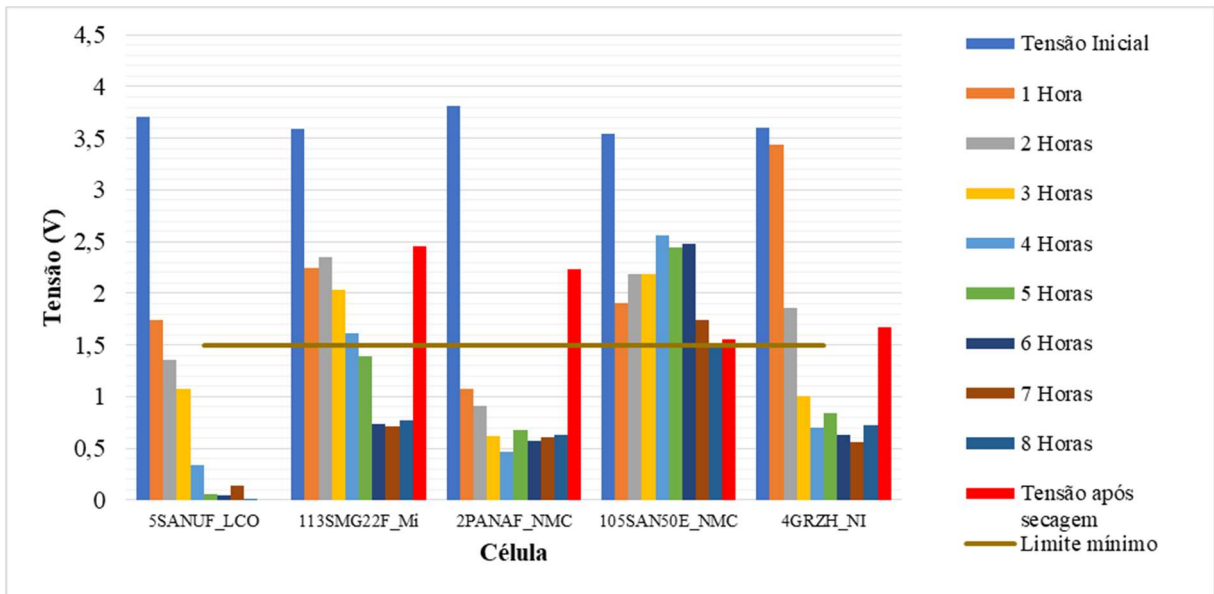


Figura 9 – Monitoramento utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com a agitação como fator de influência.

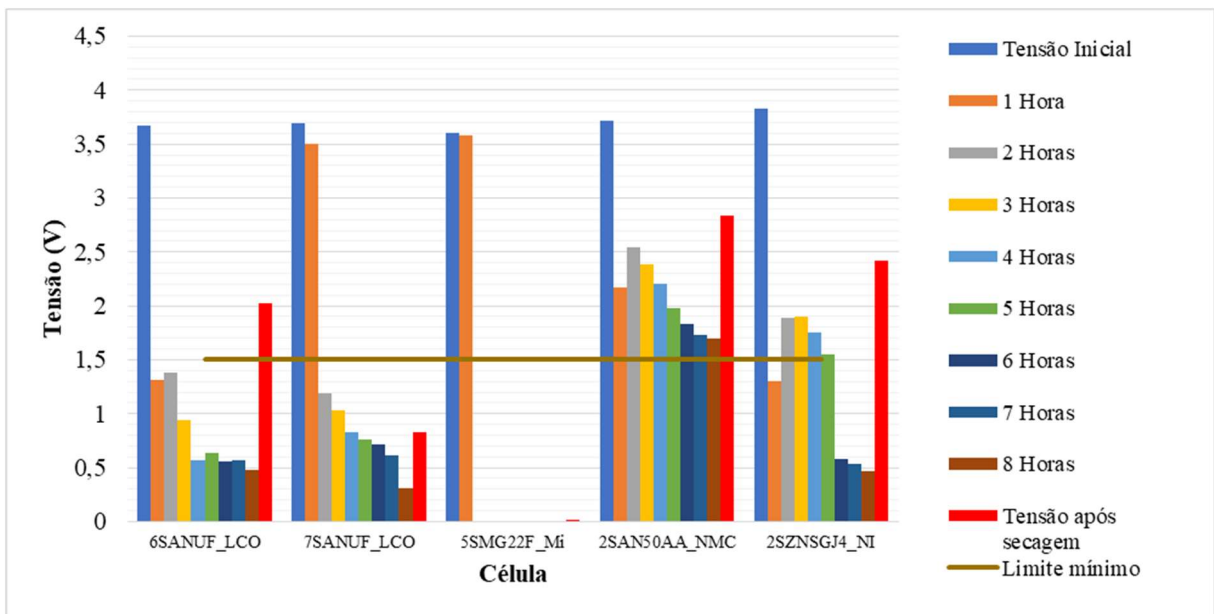


Figura 10 – Monitoramento utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com todos os fatores de influência.

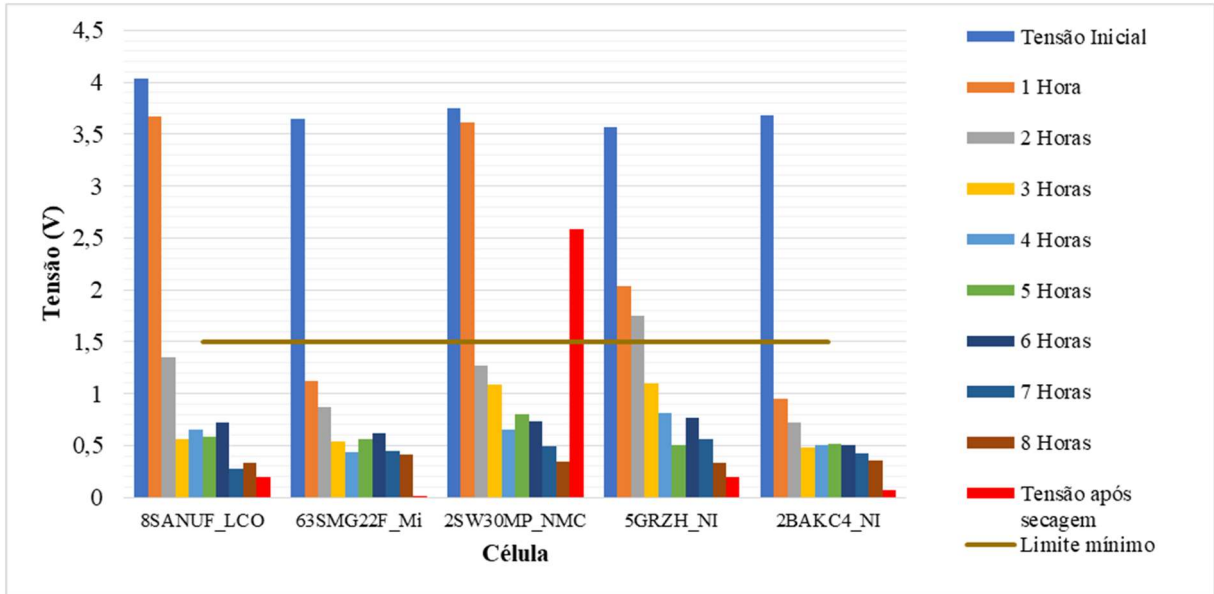


Figura 11 – Monitoramento utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com o metal de sacrifício como fator de influência.

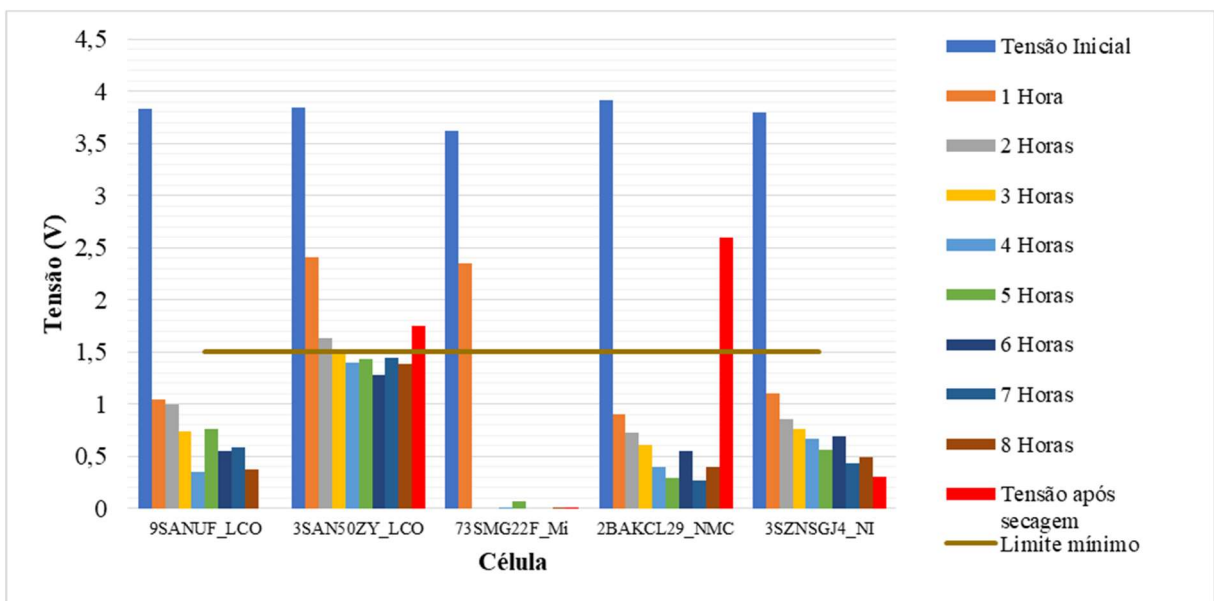


Figura 12 – Monitoramento utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com a recirculação como fator de influência.

Todas as baterias do tipo NMC ultrapassaram a tensão limite após a secagem. A célula com essa química (2SAN50AA_NMC) não atingiu a tensão limite quando submetida ao experimento com todos os fatores (Figura 10), ao passo que, com a recirculação (Figura 12), com 1 hora de experimento a bateria 2BAKCL29_NMC atingiu o limite mínimo. Por fim, as baterias 2PANAF_NMC e 105SAN50E_NMC, submetidas ao experimento com agitação, atingiram a tensão limite em 1 hora e 8 horas, respectivamente.

Em todos os experimentos, as baterias com material ativo misto, que não foram danificadas durante o experimento, alcançaram a tensão limite em menos de 8 horas, atingindo

em menor tempo (1 hora) essa tensão quando submetida ao processo de descarga com o metal de sacrifício, como pode ser observado na Figura 11. Porém, nota-se pela Figura 9 que a bateria 113SMG22F_Mi ultrapassou a tensão limite após a secagem.

Por fim, as baterias com material ativo não identificado também atingiram a tensão limite em menos de 8 horas, atingindo em menor tempo (1 hora) essa tensão no experimento com a recirculação (Figura 12). Porém, após a secagem dessas baterias nos experimentos com todos os fatores e apenas com a agitação, as células ultrapassaram o limite mínimo.

Novamente, foi utilizado o software Minitab para estimar as condições a serem utilizadas em um processo otimizado. A Figura 13 mostra os gráficos obtidos nesse software, separando as células de acordo com seus materiais ativos e considerando como alvo a mínima tensão possível.

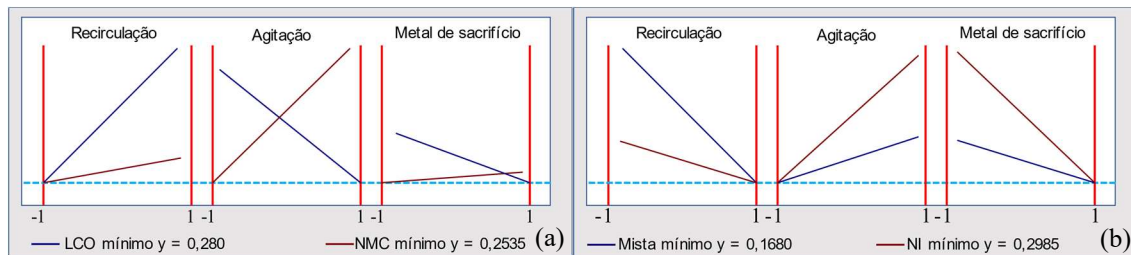


Figura 13 – Análise para as células após a primeira rodada de testes com $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: (a) células com química LCO e NMC e (b) células com química mista e não identificada.

A partir da Figura 13 (a) é possível observar que as condições otimizadas para a descarga das células do tipo LCO incluem a agitação e o metal de sacrifício, sem a recirculação, sendo que o fator mais influente é a agitação.

Para as células do tipo NMC, tem-se que todos os fatores devem estar ausentes na descarga otimizada.

As condições otimizadas para as células com material ativo misto incluem a recirculação e o metal de sacrifício, sem a agitação, sendo que o fator mais influente é a recirculação.

Por fim, como pode ser observado na Figura 13 (b), as condições otimizadas para a descarga de células com material ativo não identificado incluem a recirculação e o metal de sacrifício, sem agitação, sendo que o fator mais influente é o metal de sacrifício.

Outra análise apresentada na Figura 14 foi realizada também considerando a obtenção da mínima tensão possível, porém com todas as células em conjunto.

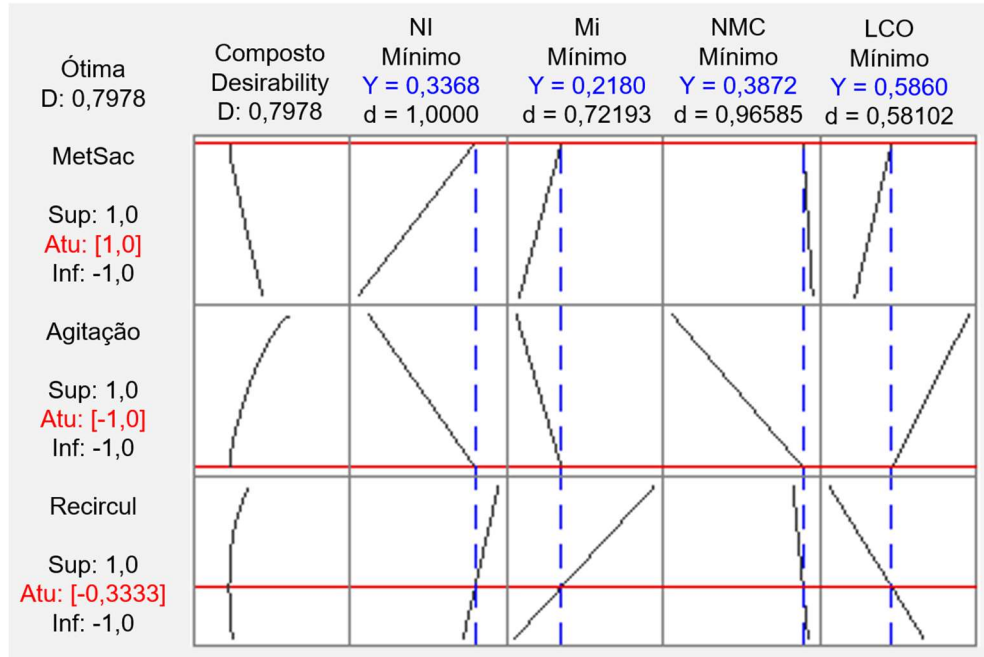


Figura 14 – Análise considerando todas as células.

Novamente consideramos a situação real, na qual todas as células são descarregadas em conjunto, e uma tensão média de 0,7978 V deve ser obtida ao se realizar o procedimento de descarga em presença de metal de sacrifício (Atu: [1,0]) e recirculação branda (Atu: [-0,3333]). A agitação não deve ser utilizada como um fator de influência no processo otimizado (Atu: [-1,0])

Os terminais das baterias submetidas ao experimento com o $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ estão apresentados na Figura 15 e tiveram menor corrosão quando comparados aos terminais das baterias apresentadas na Figura 8. Assim como na Figura 8, as baterias I são do tipo NMC e as baterias II possuem química mista.



Figura 15 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,5 mol/L de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: (a) Agitação (em vermelho), (b) Todos os fatores (em azul), (c) Metal de sacrifício (em magenta) e (d) Recirculação (em verde).

4.2.2 2ª Rodada de Experimentos

Na segunda rodada de experimentos foram realizados 8 monitoramentos com as soluções de KCl e $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Para os monitoramentos 1 a 4, foi utilizada uma concentração de 0,05 mol/L de KCl.

Pode-se notar que essa concentração é menor em comparação com a primeira rodada de experimentos. Essa diminuição visa reduzir o nível de corrosão da solução de KCl.

Os experimentos foram realizados utilizando o mesmo planejamento da primeira rodada, tendo sido alterada apenas a concentração da solução utilizada tanto para o KCl, quanto para o $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Os resultados dos monitoramentos 1, 2, 3 e 4 estão apresentados na Tabela 11, os quais foram obtidos de hora em hora utilizando o voltímetro com Arduino. A tensão após a secagem também foi medida com o auxílio de um multímetro.

Tabela 11 – Resultados da 2ª rodada de experimentos com KCl.

MONITORAMENTO 1: AGITAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
10SANUF_LCO	3,879	-	-	-	-	-	-	-	-	0,142
2SAN50E_NMC	3,482	3,808	3,452	2,780	2,069	1,792	1,621	1,509	1,417	2,791
3SAN50AA_NMC	3,754	4,265	4,256	4,192	3,749	3,623	3,379	2,834	2,332	0,984
83SMG22F_Mi	3,641	2,181	1,991	1,607	1,636	1,548	1,456	1,393	1,339	-
7GRZH_NI	3,584	4,105	0,472	0,453	0,034	-	-	-	-	0,658
MONITORAMENTO 2: RECIRCULAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
11SANUF_LCO	3,874	3,267	3,209	1,451	0,881	0,740	0,667	0,609	0,575	0,040
43SAN50AA_NMC	3,621	3,657	3,647	3,569	2,610	0,151	0,005	0,005	0,005	1,153
93SMG22F_Mi	3,624	3,764	3,793	3,632	3,559	3,399	3,209	2,819	2,254	1,121
4SZNSGJ4_NI	3,826	3,993	3,866	3,842	3,705	3,194	3,126	1,310	1,320	0,646
3BAKC4_NI	3,947	4,114	4,212	4,051	3,954	3,900	3,885	3,876	3,847	3,750
MONITORAMENTO 3: AGITAÇÃO; RECIRCULAÇÃO E METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
12SANUF_LCO	3,905	3,442	3,369	3,097	0,915	0,633	0,477	0,424	0,399	0,019
33SAN50E_NMC	3,578	3,257	0,175	0,141	0,024	0,015	0,015	0,005	-	1,128
3SW30MP_NMC	3,734	3,749	3,735	3,720	3,705	3,696	3,686	3,681	3,671	3,646
103SMG22F_Mi	3,653	3,725	3,618	3,481	2,546	1,237	0,706	0,487	0,336	0,636
8GRZH_NI	3,115	2,756	1,948	1,480	1,125	0,901	0,779	0,394	0,516	1,365
MONITORAMENTO 4: METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
13SANUF_LCO	3,918	3,355	3,233	1,178	0,711	0,584	0,511	0,482	0,443	0,802
4SW30MP_NMC	3,760	3,954	3,968	3,808	3,754	3,730	3,715	3,720	3,705	0,034
53SAN50AA_NMC	3,777	4,173	4,139	3,744	3,749	3,705	3,705	3,657	3,613	3,668
9GRZH_NI	3,610	3,730	3,764	3,700	3,262	3,155	3,627	2,814	2,902	3,564
5SZNSGJ4_NI	3,829	3,963	3,978	1,943	1,875	1,836	2,035	1,758	2,016	3,674

- Não foi possível medir as tensões.

As conexões com fio de cobre das baterias 10SANUF_LCO e 7GRZH_NI foram danificadas durante o experimento, impossibilitando a medição de suas tensões.

Com esses resultados, foram construídos os gráficos apresentados nas Figuras 16 a 19.

Comparando os gráficos é possível notar que as baterias do tipo LCO alcançaram o limite mínimo de tensão de 1,5 V ao final de todos os experimentos, porém, com a presença da recirculação (Figura 17) e do metal de sacrifício (Figura 19), esse tipo de célula alcançou a tensão limite em 3 horas, que foi o menor tempo. Só foi possível medir a tensão da célula 10SANUF_LCO após a secagem e, referente a essa medida (0,142 V), é possível concluir que a bateria foi descarregada ao final do experimento com a presença da agitação magnética.

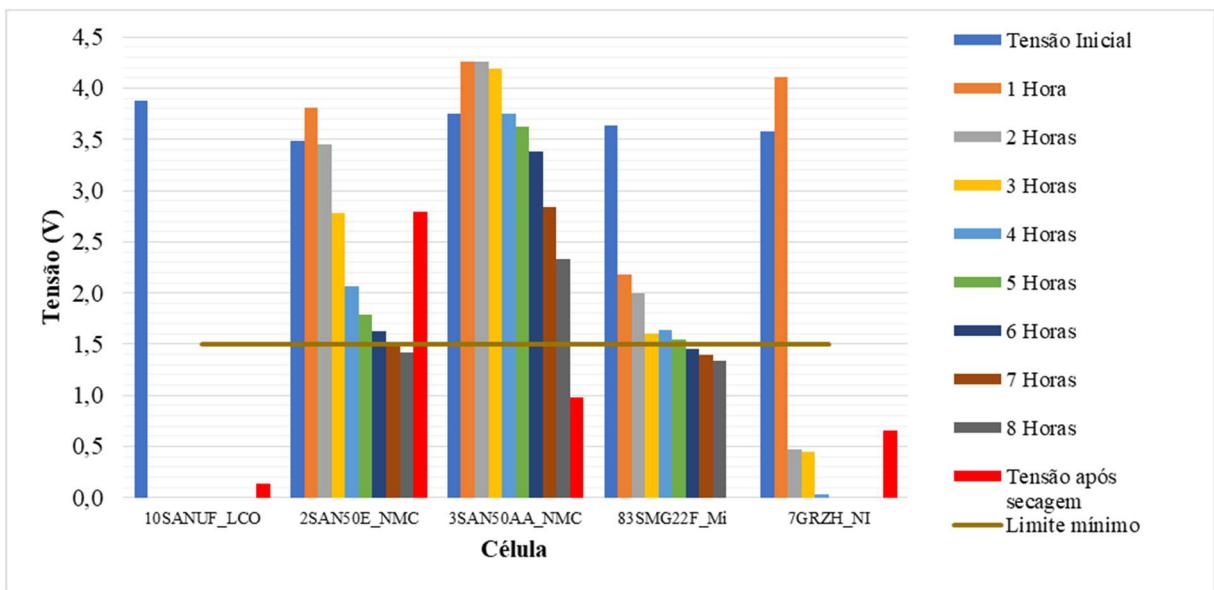


Figura 16 – Monitoramentos utilizando KCl com a agitação como fator de influência.

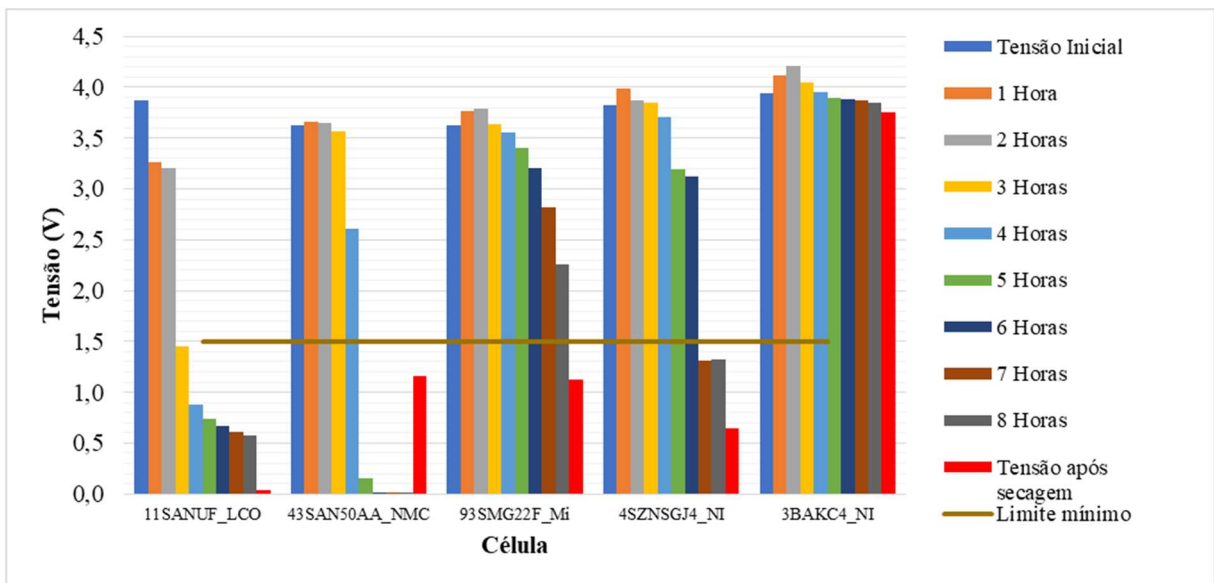


Figura 17 – Monitoramentos utilizando KCl com a recirculação como fator de influência.

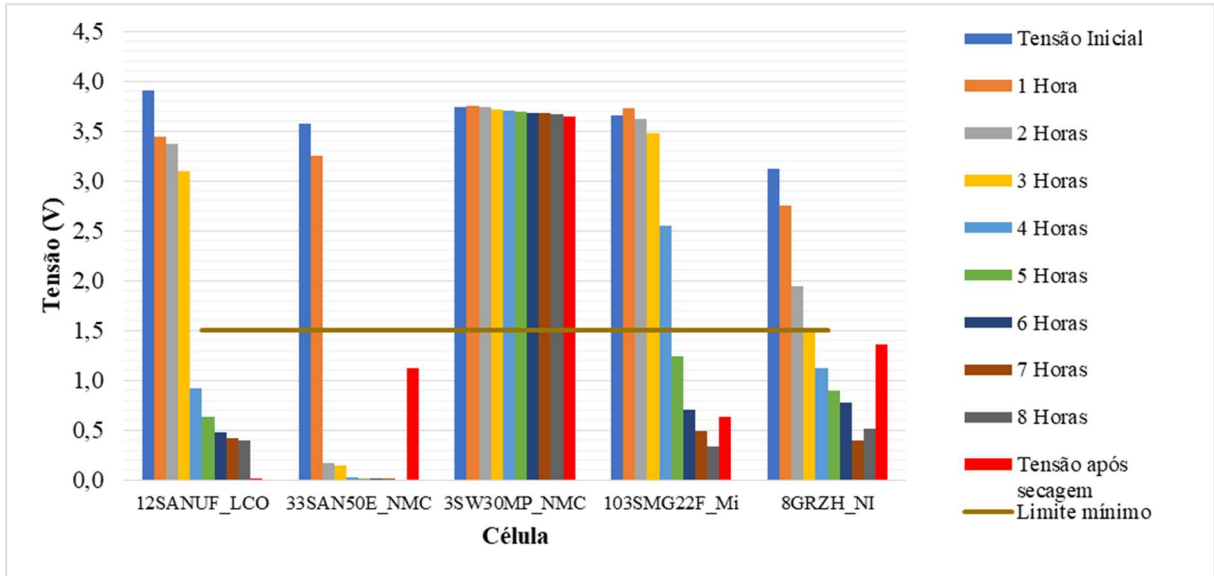


Figura 18 – Monitoramentos utilizando KCl com todos os fatores de influência.

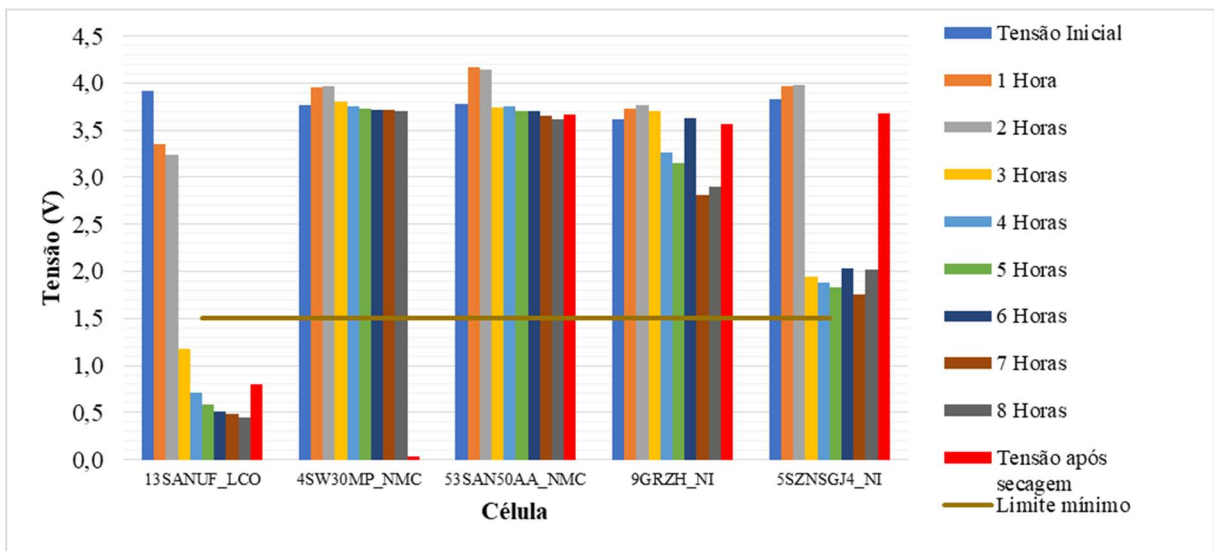


Figura 19 – Monitoramentos utilizando KCl com o metal de sacrifício como fator de influência.

As baterias do tipo NMC não apresentaram um comportamento padronizado, tiveram variações significativas em cada caso. Uma das células submetida ao experimento apresentado na Figura 18 com todos os fatores (33SAN50E_NMC) apresentou o melhor resultado, atingindo a tensão limite em 2 horas, enquanto a célula 3SW30MP_NMC, submetida ao mesmo experimento, não descarregou. Na presença do metal de sacrifício (Figura 19), uma das baterias (4SW30MP_NMC) atingiu uma tensão inferior à tensão limite após a secagem, entretanto a bateria 53SAN50AA_NMC também não descarregou.

As baterias com material ativo misto alcançaram a tensão limite em menos de 8 horas nos experimentos com agitação (Figura 16) e com todos os fatores (Figura 18), enquanto que a

célula 103SMG22F_Mi, submetida ao experimento com todos os fatores atingiu em 5 horas uma tensão inferior a 1,5 V, a célula 83SMG22F_Mi (Figura 16) atingiu em 6 horas e não teve sua tensão medida após a secagem porque seus terminais estavam corroídos. A célula 93SMG22F_Mi submetida ao experimento com recirculação atingiu a tensão limite somente após a secagem. Além disso, esse tipo de célula não foi submetido ao experimento com metal de sacrifício porque a quantidade de células com essa química na amostra não foi suficiente.

Por fim, as baterias com material ativo não identificado também tiveram variações significativas em cada caso, onde uma das células submetida ao experimento com recirculação (3BAKC4_NI) e as células na presença do metal de sacrifício, apresentadas na Figura 19, não descarregaram. A célula 7GRZH_NI submetida ao experimento com a agitação (Figura 16) apresentou uma tensão inferior a 1,5 V após 2 horas de experimento, porém não foi possível medir a tensão dessa célula no final do experimento, apenas medindo-a novamente após a secagem. Comparando-a com a célula 8GRZH_NI que foi submetida ao experimento com todos os fatores de influência e atingiu a tensão limite após 3 horas, ela apresentou melhor resultado por descarregar em menos tempo e ter uma tensão menor após a secagem.

De maneira geral, algumas células ultrapassaram a tensão limite após a secagem das baterias. Com a diminuição da concentração da solução com KCl na 2ª rodada de experimentos, os terminais das baterias apresentaram menor corrosão, como pode ser observado na Figura 20, nas quais as baterias I são do tipo NMC, as II possuem química mista e a bateria III possui o material ativo não identificado.

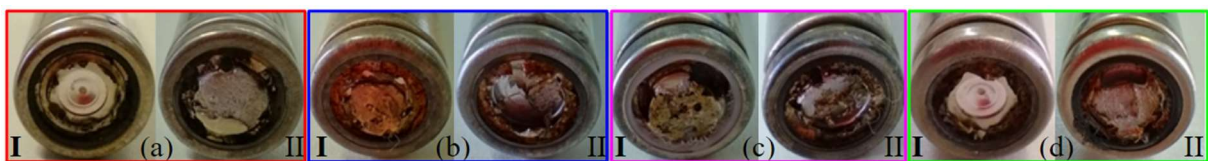


Figura 20 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,05 mol/L de KCl: (a) Agitação (em vermelho), (b) Recirculação (em azul), (c) Todos os fatores (em magenta) e (d) Metal de sacrifício (em verde).

Os monitoramentos de 5 a 8 foram realizados utilizando uma concentração de 0,1 mol/L de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e os resultados obtidos de hora em hora utilizando o voltímetro com Arduino estão apresentados na Tabela 12. Também foi medida a tensão após a secagem com o auxílio de um multímetro.

É importante destacar que diversas baterias não foram monitoradas durante o experimento, visto que o fio de cobre foi danificado.

Tabela 12 – Resultados da 2ª rodada de experimentos com FeSO₄.7H₂O.

MONITORAMENTO 5: AGITAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
14SANUF_LCO	3,756	3,350	3,593	3,608	3,564	3,511	1,251	1,061	0,993	1,191
63SAN50AA_NMC	3,632	3,063	0,093	0,054	0,058	0,170	0,039	0,024	0,024	0,543
43SAN50E_NMC	3,663	2,639	0,945	0,930	0,925	0,969	0,906	0,901	0,901	0,681
3EVE26V_NMC	3,389	1,242	0,701	0,102	0,058	0,054	0,049	0,054	0,151	0,910
4BAKC4_NI	3,683	2,931	0,034	0,010	-	-	-	-	-	1,364
MONITORAMENTO 6: AGITAÇÃO; RECIRCULAÇÃO E METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
16SANUF_LCO	3,788	3,764	0,954	0,652	0,618	0,613	0,623	0,623	0,609	2,780
73SAN50AA_NMC	3,650	0,273	0,024	-	-	-	-	-	-	0,677
53SAN50E_NMC	3,747	3,136	0,010	-	-	-	-	-	-	0,006
10GRZH_NI	3,640	2,766	0,044	-	-	-	-	-	-	1,217
6SZNSGJ4_NI	3,829	1,373	0,648	0,078	0,010	-	0,019	0,024	-	1,585
MONITORAMENTO 7: METAL DE SACRIFÍCIO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
17SANUF_LCO	3,472	2,371	1,719	1,475	1,344	1,251	0,930	0,911	0,891	2,316
83SAN50AA_NMC	3,479	0,896	0,044	0,054	0,063	0,063	-	-	0,015	1,082
3PANAF_NMC	4,001	1,169	0,872	0,799	0,672	0,613	-	-	0,005	0,004
63SAN50E_NMC	3,527	1,855	0,049	-	-	-	-	-	-	0,278
11GRZH_NI	3,504	0,019	-	-	-	-	-	-	-	0,857
MONITORAMENTO 8: RECIRCULAÇÃO										
Identificação	Valores de Tensão em Volts (V)									
	Inicial	1 Hora	2 Horas	3 Horas	4 Horas	5 Horas	6 Horas	7 Horas	8 Horas	Após secagem
18SANUF_LCO	3,685	3,408	3,486	1,894	1,850	1,719	1,334	0,959	0,813	2,951
93SAN50AA_NMC	3,594	2,897	0,239	0,166	0,141	0,088	0,054	0,024	0,010	0,435
73SAN50E_NMC	3,780	1,836	0,102	0,063	0,058	0,054	0,029	0,010	-	1,049
5SW30MP_NMC	3,760	0,341	0,093	0,049	0,024	0,015	0,010	-	-	2,757
7SZNSGJ4_NI	3,826	0,312	0,034	0,010	-	-	-	-	-	0,454

- Não foi possível medir as tensões.

Com os resultados obtidos, foram construídos os gráficos apresentados nas Figuras 21 a 24. Comparando os gráficos é possível notar que as baterias do tipo LCO alcançaram o limite mínimo de tensão de 1,5 V ao final de todos os experimentos, porém, com a presença de todos os fatores (Figura 22), esse tipo de célula alcançou a tensão limite em menor tempo. Além disso, com exceção da célula submetida ao experimento com a agitação (14SANUF_LCO) na Figura 21, todas as células ultrapassaram a tensão limite após a secagem.

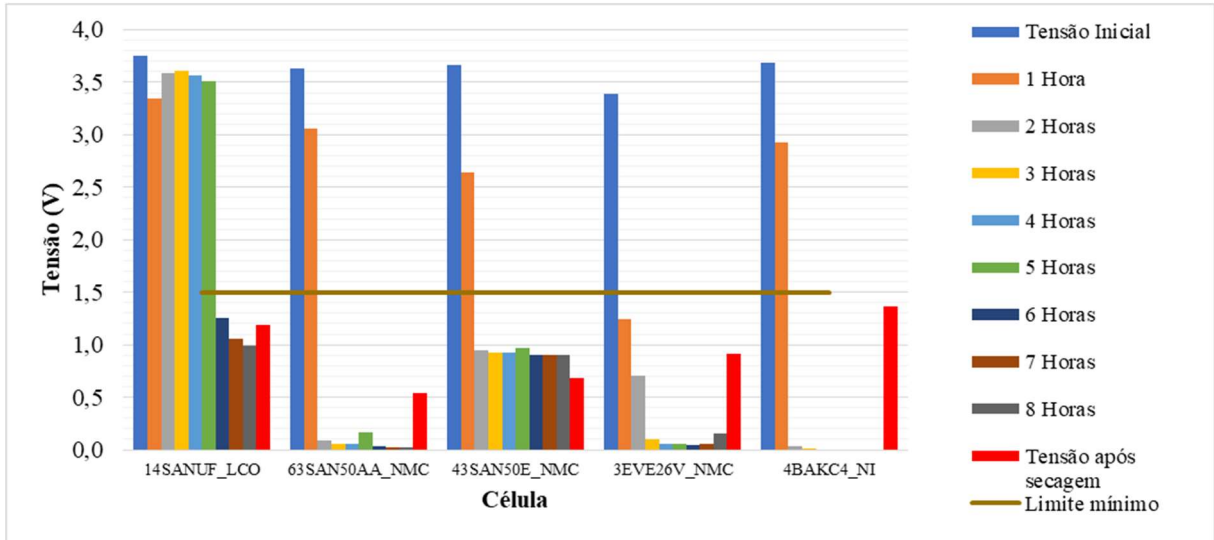


Figura 21 – Monitoramentos utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com a agitação como fator de influência.

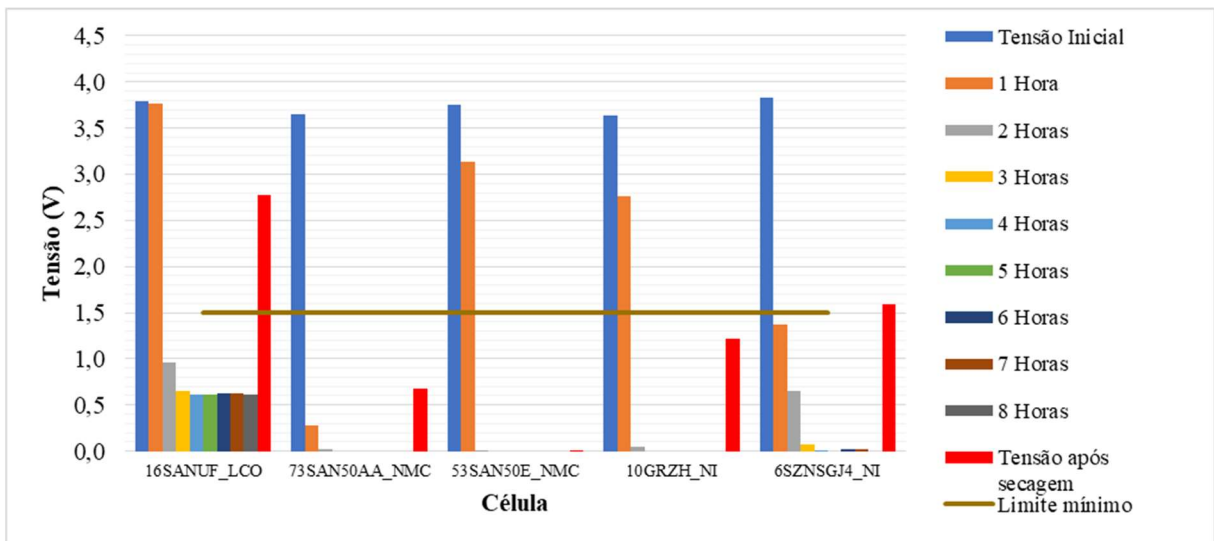


Figura 22 – Monitoramentos utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com todos os fatores de influência.

Todas as baterias do tipo NMC alcançaram a tensão limite em menos de 8 horas, sendo que a bateria 73SAN50AA_NMC, submetida ao experimento com todos os fatores (Figura 22), apresentou o melhor resultado, visto que atingiu 0,273 V em 1 hora. Além disso, a célula 5SW30MP_NMC, submetida ao experimento com recirculação (Figura 24), ultrapassou a tensão limite após a secagem.

Por fim, as baterias com material ativo não identificado também alcançaram a tensão limite em menos de 8 horas, porém a célula 6SZNSGJ4_NI, submetida ao experimento com todos os fatores (Figura 22), ultrapassou o limite mínimo de tensão após a secagem.

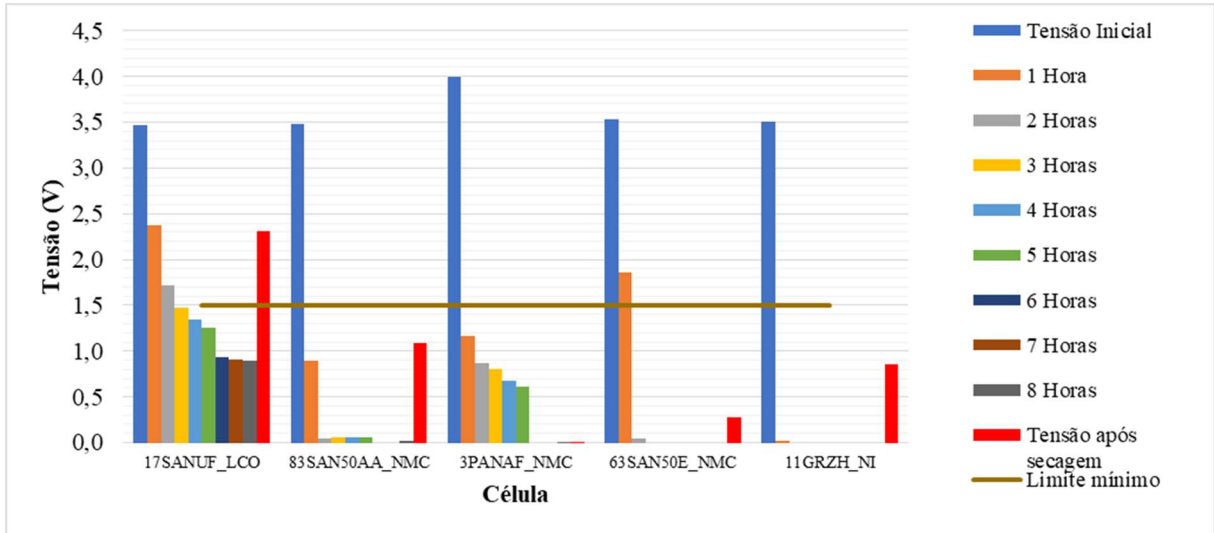


Figura 23 – Monitoramentos utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com o metal de sacrifício como fator de influência.

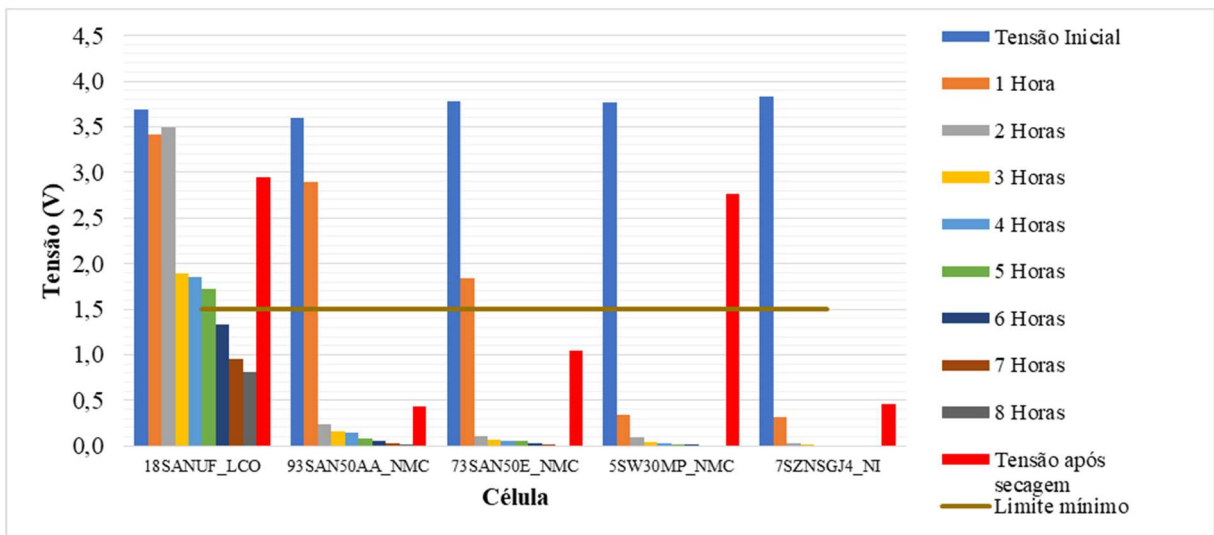


Figura 24 – Monitoramentos utilizando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com a recirculação como fator de influência.

Os terminais das baterias submetidas ao experimento com o $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ na 2ª rodada estão apresentados na Figura 25. As baterias I são do tipo NMC e as baterias II possuem o material ativo desconhecido.

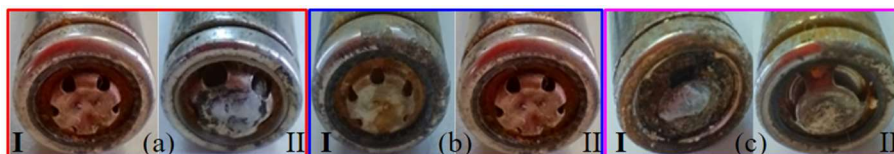


Figura 25 – Terminais das baterias submetidas ao experimento com 0,1 mol/L de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: (a) Agitação (em vermelho), (b) Todos os fatores (em azul) e (c) Metal de sacrifício (em magenta).

Comparando a Figura 25 com as Figuras 8, 15 e 20, nota-se que, de todas as soluções, a que causou menor corrosão nos terminais das baterias foi a solução de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ com uma concentração de 0,1 mol/L.

5. CONCLUSÕES

O objetivo deste trabalho de desenvolver um sistema para a descarga da energia residual das LIBs que fosse economicamente viável, laboralmente segura e ambientalmente responsável foi cumprido.

Além de contribuir com resultados referentes a descarga eletroquímica utilizando dois sais, esse trabalho apresenta uma revisão bibliográfica sistemática acerca do tema, podendo ser utilizada como referência para as próximas pesquisas.

O estado-da-arte sobre processos de descarga de energia residual de LIBs visando sua reciclagem foi identificado e caracterizado a partir dos 3 artigos selecionados após a aplicação dos filtros, os quais apresentam processos com potenciais de viabilidade econômica, segurança laboral e responsabilidade ambiental.

De forma geral, a literatura científica ainda carece de pesquisas que detalhem o tema. Essa lacuna se apresenta como um desafio para pesquisas no tema, mas representam oportunidades de contribuição para um campo promissor, tendo em vista a necessidade de fechamento do ciclo de vida das LIBs, que são produtos em pleno crescimento no mercado mundial. O presente trabalho contribui para cobrir uma parcela desta lacuna.

Referente a descarga eletroquímica, 17 monitoramentos foram realizados, sendo possível a coleta de dados para a análise dos fatores que mais influenciam cada tipo de bateria, além de qual a melhor concentração a ser utilizada, propiciando uma boa base para otimizações futuras.

Nota-se que a solução salina de KCl, mesmo tendo menor concentração, é mais corrosiva do que a solução salina de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Entretanto, quando inserido o metal de sacrifício, mesmo as baterias submetidas à solução de KCl, apresentaram menor corrosão. Além disso, para a solução em $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, os terminais das baterias não sofreram corrosões significativas quando comparadas ao experimento sem o metal de sacrifício. Por hora, é possível notar que a solução de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ apresentou melhores resultados tanto em relação à tensão final das baterias quanto ao desgaste físico delas.

Além da contribuição teórica para o estado-da-arte, este trabalho possui contribuição prática para tecnologias de reciclagem de LIBs, especialmente as baterias com o metal ativo LCO e NMC. Não obstante, espera-se que o comportamento dos processos de descarga não sofra variações significativas para outros tipos de LIBs, mas recomenda-se testes para trabalhos futuros.

Para estudos futuros, além de implementar as otimizações recomendadas pelo software Minitab, será realizada uma análise multivariada da influência de cada fator de influência (agitação magnética, recirculação e inserção de um metal de sacrifício. Soluções com menor concentração de KCl também serão testadas a fim de diminuir a corrosão dos terminais das baterias.

Por fim, novos estudos serão realizados para o entendimento da recuperação da tensão das baterias após a descarga, que foi notado em alguns dos monitoramentos deste trabalho, com o objetivo de tornar o processo de descarga e o manuseio das baterias mais seguros.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- An, K. 2020. Battery electric bus infrastructure planning under demand uncertainty. *Transportation Research, Part C*, v. 111, p. 572–587. <https://doi.org/10.1016/j.trc.2020.01.009>.
- Aranda, M. H., Jung, C. F., & Schwengber ten Caten, C. (2007). Determinação dos parâmetros operacionais de uma inovação tecnológica através da utilização do Design of Experiments – DOE. *Revista Liberato*, 8(9), 09–16. <https://doi.org/10.31514/rliberato.2007v8n9.p9>.
- Bradley, D.C., Stillings, L.L., Jaskula, B.W., Munk, LeeAnn, and McCauley, A.D., 2017, *Lithium*, chap. K of Schulz, K.J., DeYoung, J.H., Jr., Seal, R.R., II, and Bradley, D.C., eds., *Critical mineral resources of the United States—Economic and environmental geology and prospects for future supply: U.S. Geological Survey Professional Paper 1802*, p. K1–K21, <https://doi.org/10.3133/pp1802K>.
- Brasil, 2010. LEI nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos.
- Castro, Francine Duarte; Mehner, Eric; Cutaiia, Laura; Vaccari, Mentore. Life cycle assessment of an innovative lithium-ion battery recycling route: A feasibility study. *Journal of Cleaner Production*. Volume 368, 25 September 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.133130>.
- Conforto, Edivandro Carlos; Amaral, Daniel Capaldo; Silva; Sérgio Luis da. Roteiro para revisão bibliográfica sistemática: aplicação no desenvolvimento de produtos e gerenciamento de projetos. 2011. Grupo de Engenharia Integrada (EI2)/Escola de Engenharia de São Carlos, USP, SP – BRASIL. Grupo de Estudo e Pesquisa em Qualidade/GEPEQ, UFSCar, SP – BRASIL. Porto Alegre, RS – Brasil, 2011.
- Diretiva 2012/19/EU do Parlamento Europeu e do Conselho de 4 junho 2012 sobre Resíduos eletroeletrônicos (WEEE), 2012.
- Fórum Econômico Mundial (FEM). Global Battery Alliance. A Vision for a Sustainable Battery Value Chain in 2030: Unlocking the Full Potential to Power Sustainable Development and Climate Change Mitigation. 2019.
- GENTIL, Vicente. Corrosão. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012, 360 p.
- Habib, K.; Hansdóttir, S. T.; Habib, H. 2020. Critical metals for electromobility: Global demand scenarios for passenger vehicles, 2015–2050. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 154. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.104603>.
- Hage, David S.; Carr, James D. *Química Analítica e Análise Quantitativa*. 1. ed. São Paulo, Pearson Prentice Hall, 2012.
- Hossain, Md. Yousuf; Liang, Yonghong; Pervez, Md. Nahid; Ye, Xiaobo; Dong, Xiongwei; Hassan, Mohammad Mahbulul; Cai, Yingjie. Effluent-free deep dyeing of cotton fabric with cacao husk extracts using the Taguchi optimization method. *Cellulose* 28, 517-532, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03525-8>.
- Instituto Federal Alemão de Geociências e Recursos Naturais (BGR). Germany Hopes to Mine Lithium, the White Gold of e-Mobility’ (DW Top Stories/Business, 19 August 2019)

www.dw.com/en/germany-hopes-to-mine-lithium-the-white-gold-of-e-mobility/a-50073822. Acesso em 17 outubro 2022.

Li, J., Wang, G., & Xu, Z. (2016). Generation and detection of metal ions and volatile organic compounds (VOCs) emissions from the pretreatment processes for recycling spent lithium-ion batteries. *Waste Management*, 52, 221–227. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.03.011>.

Martins, C. R. ; Passos, L. A. ; Andrade, M. E. C. T. ; Scavazzani, N. ; Santos, M. P. ; Cardozo Filho, L. ; Garde, I. A. A. ; Penchel, R. A. ; Oliveira, J. A. . Descarga elétrica da energia residual de baterias de íon lítio visando sua reciclagem. In: Congresso Brasileiro sobre Gestão do Ciclo de Vida, 2021, Porto Alegre. Anais do VII Congresso Brasileiro sobre Gestão do Ciclo de Vida, 2021. v. II. p. 196-202.

Mayyas, A., Steward, D., & Mann, M. (2018). The case for recycling: Overview and challenges in the material supply chain for automotive li-on batteries. *Sustainable Materials and Technologies*. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2018.e00087>.

Ministério do Meio Ambiente (MMA), 2019. Ministério do Meio Ambiente celebra Acordo Setorial de Eletroeletrônicos. Disponível em <https://www.gov.br/mma/pt-br/noticias/ministerio-do-meio-ambiente-celebra-acordo-setorial-de-eletroeletronicos>. Acesso em 17 outubro 2022.

Montgomery, D. C. *Design and Analysis of Experiments*. 10th Edition. Wiley, 2019.

Murray, P. M.; Bellany, F.; Benhamou, L.; Bučar, D. K.; Tabor, A. B.; Sheppard, T. D. The application of design of experiments (DoE) reaction optimisation and solvent selection in the development of new synthetic chemistry. *Org. Biomol. Chem.*, 2016, 14, 2373. <https://doi.org/10.1039/C5OB01892G>.

Ojanen, S.; Lundström, M.; Santasalo-Aarnio, A.; Serna-Guerrero, R. 2018. Challenging the concept of electrochemical discharge using salt solutions for lithium-ion batteries recycling. *Waste Management*, v. 76, p. 242-249. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.03.045>.

Rouhi, Hassan; Karola, Eero; Serna-Guerrero, Rodrigo; Santasalo-Aarnio, Annukka. Voltage behavior in lithium-ion batteries after electrochemical discharge and its implications on the safety of recycling processes. *Journal of Energy Storage*. Volume 35, March 2021. <https://doi.org/10.1016/j.est.2021.102323>.

Shaw-Stewart, J.; Alvarez-Reguera, A.; Greszta, A.; Marco, J.; Massod, M.; Sommerville, R.; Kendrick, E. 2019. Aqueous solution discharge of cylindrical lithium-ion cells. *Sustainable Materials and Technologies*, v. 22, e00110. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2019.e00110>.

Silva, Roberto Ribeiro da; Bocchi, Nerilso; Rocha-Filho, Romeu C.; Machado, Patrícia Fernandes L. *Introdução à Química Experimental*. 2. ed. São Carlos, SP, EdUFSCar. 2014.

Smith, D. C. 2020. The importance of lithium in achieving a low-carbon future: opportunities galore, but coupled with key challenges for legal professionals. *Journal of Energy & Natural Resources Law*, 38:1, 1-4, <https://doi.org/10.1080/02646811.2020.1706821>.

Souza, B. P. D.; Ronchini, C. M. B.; Noronha, D. R.; Aldaya Garde, I. A.; Oliveira, J. A.; Vieira Filho, J.; Fidanza, L. B.; Cardozo Filho, L.; Abbade, M. L. F.; Donato, M. A.; Santos, M. P.;

Matthiesen, P., inventors. Unesp/ Energy Source, assignee. RecycLib. Method of recycling lithium-ion batteries. Nº BR 10 2020 015621 7, on 07/30/2020, at the National Institute of Industrial Property (INPI).

Tian, Guangdong; Yuan, Gang; Aleksandrov, Anatoly; Zhang, Tiezhu; Li, Zhiwu; Fathollahi-Fard, Amir M.; Ivanov, Mikhail. Recycling of spent Lithium-ion Batteries: A comprehensive review for identification of main challenges and future research trends. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*. Volume 53, Part A, October 2022. <https://doi.org/10.1016/j.seta.2022.102447>.

Voltaplex: The Center of Lithium-Ion. Disponível em <https://voltaplex.com/>. Acesso em 12 outubro 2022.

Weissman, S. A.; Anderson, N. G. Design of Experiments (DoE) and Process Optimization. A Review of Recent Publications. *Org. Process Res. Dev.* 2015, 19, 11, 1605-1633. <https://doi.org/10.1021/op500169m>.

Xiao, Jiefeng; Guo, Jie; Zhan, Lu; Xu, Zhenming. A cleaner approach to the discharge process of spent lithium ion batteries in different solutions. *Journal of Cleaner Production*. Elsevier. Volume 255, May 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120064>.

Yao, Lin Peng; Zeng, Qi; Qi, Ting; Li, Jia. An environmentally friendly discharge technology to pretreat spent lithium-ion batteries. *Journal of Cleaner Production*, Elsevier, v. 245, n. 118820, 01 fev. 2020. ISSN: 1879-1786 (web). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118820>.

Yun, Liu; Linh, Duy; Shui, Li; Peng, Xiongbing; Garg, Akhil; LE, My Loan Phung; Asghari, Saeed; Sandoval, Jayne. Metallurgical and mechanical methods for recycling of lithium-ion battery pack for electric vehicles. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 136, September 2018, Pages 198-208. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.04.025>.

Zhang, T., He, Y., Ge, L., Fu, R., Zhang, X., & Huang, Y. (2013). Characteristics of wet and dry crushing methods in the recycling process of spent lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 240, 766–771. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2013.05.009>.

Zhang, X., Xie, Y., Lin, X., Li, H., & Cao, H. (2013). An overview on the processes and technologies for recycling cathodic active materials from spent lithium-ion batteries. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 15(4), 420–430. <https://doi.org/10.1007/s10163-013-0140-y>.