

# FNE Entsorgungsdienste Freiberg GmbH

## Hydrometallurgische Aufarbeitung von Schwarzmassen aus LFP-Batterien



**Karin Jacob-Seifert**  
— Geschäftsführerin —  
**Daniel Schmidt und Yuan Wei**  
— Aufarbeitung und Chemie —  
**10.10.2023**



# Einleitung



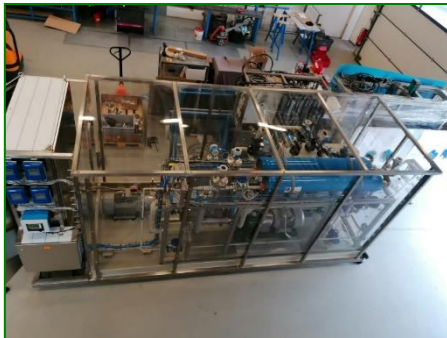
## Kurzvorstellung FNE

### Forschungsinstitut für NE-Metalle

- ✓ Gegründet 1949 als NE-Forschungseinrichtung in Freiberg
- ✓ Schwerpunkte: Aufbereitung Technologiemetalle und Sondermetalle
- ✓ 1990 Erweiterung zum Behandlungs- und Lagerzentrum für gefährliche Abfallstoffe
- ✓ 2000 Etablierung Geschäftsfeld Aufarbeitung für strategische Rohstoffe und PGM's aus Abfällen
- ✓ Ab 2008 wirtschaftliches Recycling von Seltenerdmetallen aus Leuchtstoffen und Produktionsabfällen
- ✓ Ab 2017 wirtschaftliches Recycling von Gd und Pt aus pharmazeutischen Rückständen
- ✓ Ab 2019 Forschungsprojekte zum Li-Batterie Recycling (Batterien & Akkumulatoren)
- ✓ Enge wissenschaftliche Kooperation mit der TU Bergakademie Freiberg

## Aufbereitungstechniken am Standort Freiberg

- ✓ Hydrometallurgische Behandlungsanlagen  
Reaktoren für Synthesen und Aufschlüsse, Fällungen, Produktseparation etc.
- ✓ Thermische Behandlungsanlagen  
Ofentechnik für Oxidationen und Edelmetallgewinnung (u.a. Ag, Rh, Pd, Pt, Gd)
- ✓ Elektrochemische & Physikalische Behandlungsanlagen  
Membrantechnik, AOP-Anlage, Elektrolyse
- ✓ Begleitende Analytik (u.a. ICP-OES, RFA, Brenn- & Heizwertbestimmung)





# LiFePO-Rec Projekt



## Aufarbeitung von Lithium-Eisen-Phosphat-Batterien



SAB-Projekt: Start 2020; Einstieg FNE 2022 als Ersatz für SiC Processing

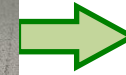
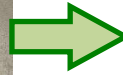
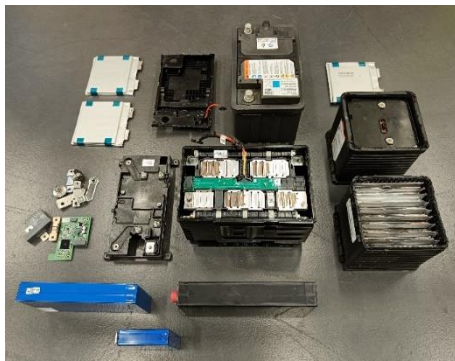
### **Projektziel: Ganzheitlicher Recyclingeinsatz für Lithium-Eisen-Phosphat-Akkumulatoren**

- Sammlung und Zerlegung
- Mechanische Aufbereitung und Metallrückgewinnung
- Thermische und Hydrometallurgische Aufarbeitung Schwarzmassen



**Aufgabe FNE: Verfahrensentwicklung zur Aufarbeitung von Li-haltigen Schwarzmassen**

## Gewinnung & Aufarbeitung von Schwarzmasse



### Herausforderungen Schwarzmasse

- Enthält Metallverunreinigungen, insbesondere Al und Cu
- Enthält gefährliche Lösungsmittel, Leitsalz ( $\text{LiPF}_6$ ) und Binder

**Fluorhaltig!**



Thermische Vorbehandlung effektiver als Wäsche mit Lösungsmitteln (polar & unpolar)

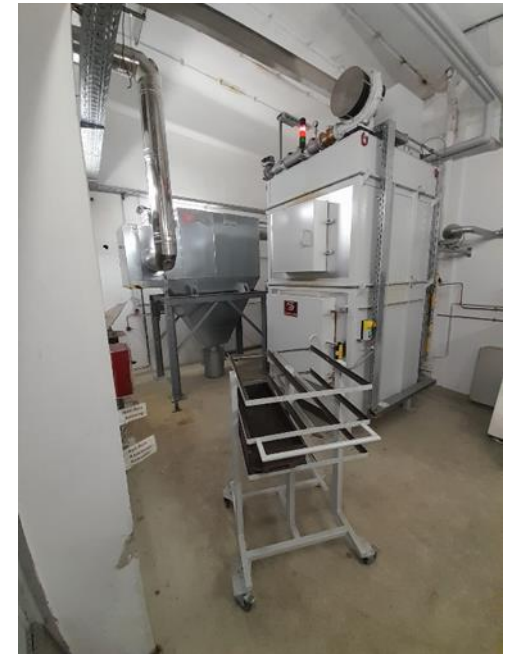
## Thermische Vorbehandlung

### Thermische Vorbehandlung

- Durchführung im Kammerofen

Temperatur [°C]	Gewichtsabnahme [%]	F-Gehalt Feststoff [Gew.-%]	F-Abreicherungsgrad [%]
400	14,8	0,51	88,3
700	22,4	0,049	99,0
1.000	34,0	0,024	99,6

- 700°C: 99% des Fluors aus SM abgetrennt
- >700°C Zersetzung von anorganischem Graphit
- **Nach Kalzinierung Fluor nahezu vollständig (99 %) abgetrennt**



Thermische Vorbehandlung bei 700°C im Lufstrom



# LiFePO-Rec Projekt



## Zusammensetzung Schwarzmasse

Probe	Al [Gew.-%]	Cu [Gew.-%]	Fe [Gew.-%]	PO <sub>4</sub> [Gew.-%]	Li [Gew.-%]	Summe Elemente [Gew.-%]	Summe Rest [Gew.-%]
Mischprobe	0,29	5,06	15,25	23,41	2,06	46,07	53,93
700°C	0,33	6,45	19,4	36,4	2,85	65,43	34,57

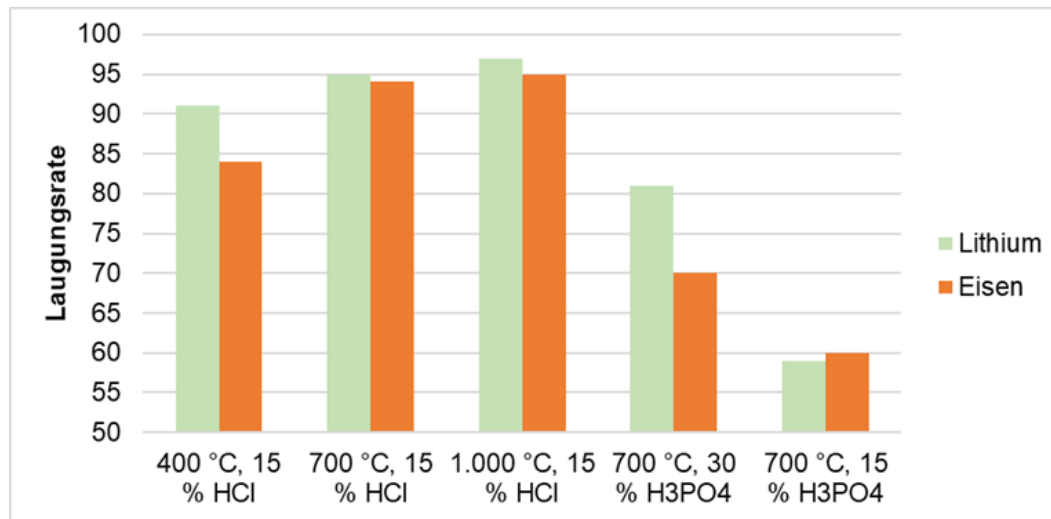
### Vorteile Thermische Vorbehandlung

- ✓ Konzentrierung der Wertstoffe
  - Erhöhung Li-Gehalt auf 2,85 %; PO<sub>4</sub>-P-Gehalt auf 36,4 %
- ✓ Erhöhung des Arbeitsschutzes (HF-Bildung ausgeschlossen )
- ✓ Verringerung der aufzuarbeitenden Menge (-22%)
- ✓ Rest nach Kalzinierung : Anorganischer Graphit
- Hauptverunreinigung Kupfer (6,45%)

## Nasschemische Aufarbeitung

### Säureaufschluss der kalzinierten Schwarzmasse

- Einsatz von Salz- und Phosphorsäure untersucht



- Graphithaltiger Laugungsrückstand nach Wäsche mit  $H_u = 22.500 \text{ J/g}$   
(Schwarzmasse =  $10.500 \text{ J/g}$ )



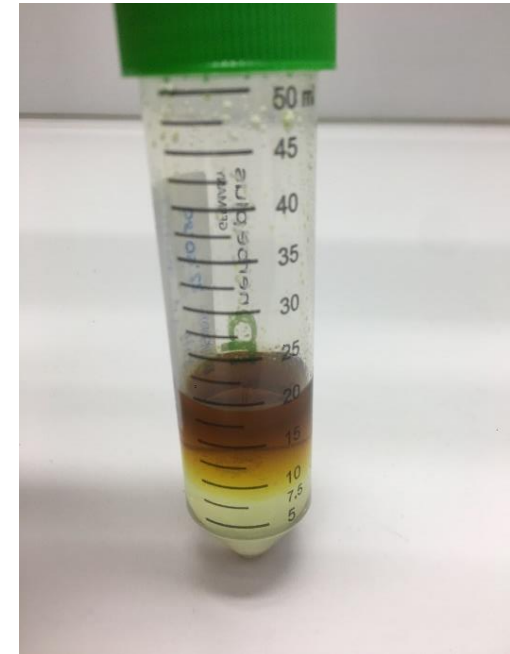
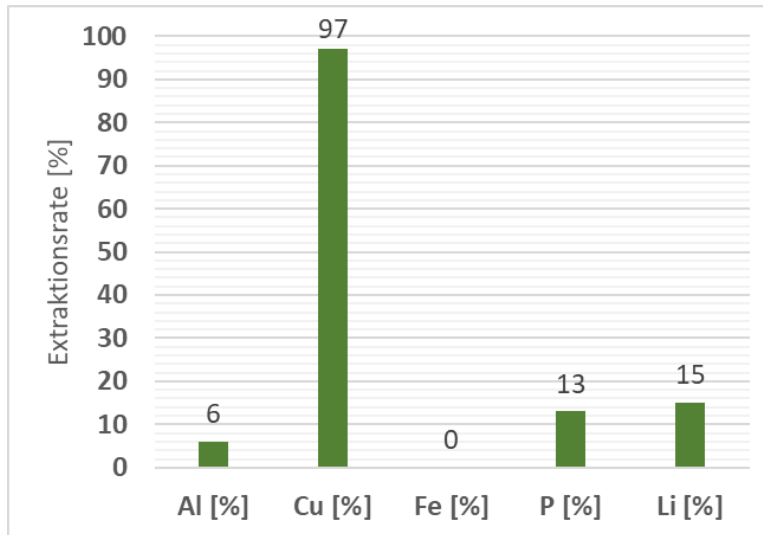
>95 % Li-, P- & Fe-Laugungsrate mit 15%iger HCl erreicht  
Chlorarmer Rückstand mind. als Reduktionsmittel einsetzbar



## Nasschemische Aufarbeitung

### Kupferabtrennung aus Laugungslösung

- Umfangreiches Screening von Ionenaustauschern und Extraktionsmitteln
- Beste Selektivität und Abreicherungsraten mit Cyanex 923 erreicht



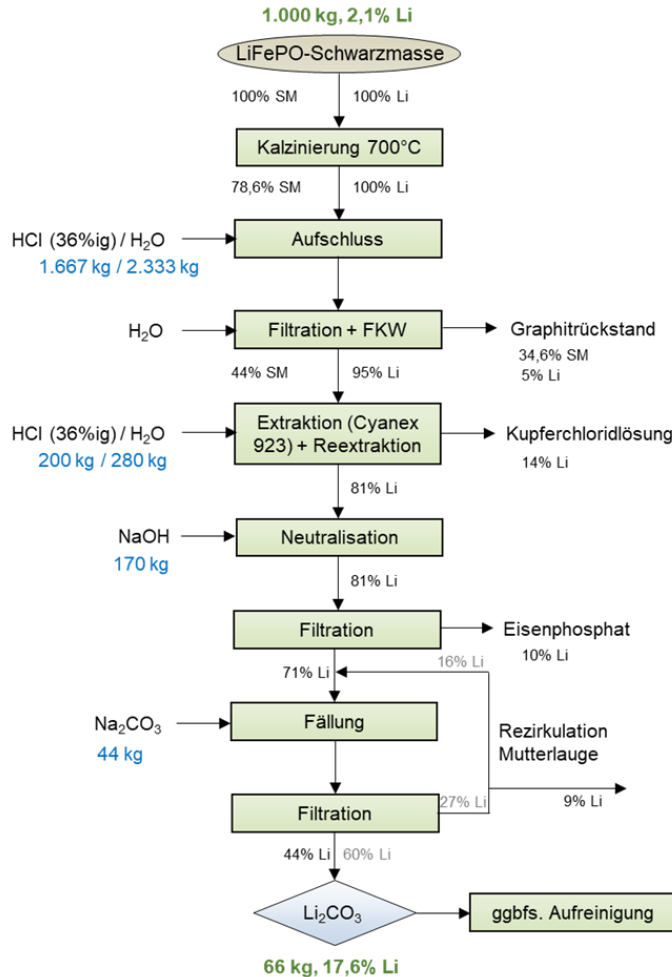
➔ 97% Cu-Abtrennungsrate mit Cyanex 923 Extraktionsmittel erreicht



# LiFePO-Rec Projekt



## Entwicklung und Bilanzierung Gesamtverfahren



Thermische Vorbehandlung

Aufschluss mit Filterkuchenwäsche

Kupferabtrennung mittels Flüssig/Flüssig-Extraktion

Neutralisation und Abtrennung Eisenphosphat

Fällung und Abtrennung Lithiumcarbonat

**Gesamtlithiumausbeute 60%**



# LiFePO-Rec Projekt



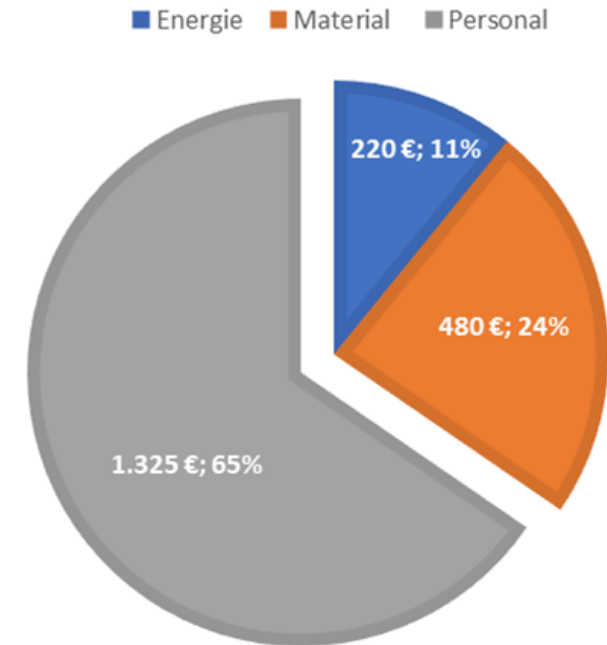
## Kostenaufstellung Gesamtverfahren

**Gesamtkosten (Technikum FNE 100kg/Batch):**

**2.025 €/t Schwarzmasse**

- Personaleinsatz mit höchstem Anteil
- Kostendeckungsgrad Produkt 65%  
(bei 20€/kg Lithiumcarbonat)

Material / Posten	Preis
Trinkwasser	5 €/t
Strom	0,35 €/kWh
HCl (36%ig)	100 €/t
NaOH	750 €/t
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	600 €/t
Cyanex 923	15.000 €/t
Personal	35 €/h (interner Kalkulationssatz)
Gas	0,10 €/kWh



Aufarbeitung nur zu SPOT-Market-Preisen (bis 70€/kg Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)  
wirtschaftlich im Technikumsmaßstab umsetzbar



# Ansprechpartner



## **Ansprechpartner:**

**Stammsitz in Freiberg  
FNE Entsorgungsdienste Freiberg GmbH  
Frau Karin Jacob-Seifert  
Schachtweg 6  
D-09599 Freiberg  
Germany**

## **Ansprechpartner:**

**Büro in Bitterfeld  
FNE Entsorgungsdienste Freiberg GmbH  
ChemiePark Bitterfeld Wolfen, Areal A  
Andresenstraße 1a,  
06766 Bitterfeld-Wolfen  
Germany**