

Schlussbericht vom [30.06.2023]

zu IGF-Vorhaben Nr. 287 EN]

Thema

[Nachhaltige Gewinnung von Seltenen Erden Elemente (Nd, Pr, Dy) aus verbrauchten NdFeB-Magnete

Sustainable recovery of Rare eath elements (Nd, Pr, Dy) from spent NdFeB magnets]

Berichtszeitraum

[01.01.2021-31.12.2022]

Forschungsvereinigung

[Stifterverband Metalle

Wallstr. 58 / 59

10179 Berlin]

Forschungseinrichtung(en)

- 1. IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling der RWTH Aachen
- 2. Istanbul Technical University]



Gefördert durch:



Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Inhalt

1 Z	Ge ielen	genüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den
	1.2 Char	Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 1: Sammlung, Sortierung und akterisierung (ITU, Istanbul) Durchgeführte Arbeiten (01.01.2021-29.02.2021)4
	1.3 Istan	Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 2: Mahlung, Oxidation, Schmelzen (ITU, bul und IME, Aachen), durchgeführte Arbeiten (01.03.2021-31.08.2021)5
	1.4 Fällu	Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 3: Laugung, Reinigung der Lösung, und ng (ITU, ISTANBUL, durchgeführte Arbeiten (01.03.2021-30.11.2021)11
	1.5 Meta Durc	Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 4: Herstellung von SEE-oxiden und SE- lle mittels Kalzinierung (ITU Istanbul) und Schmelzflusselektrolyse (IME-Aachen) hgeführte Arbeiten (01.10.2021-31.08.2022)16
	1.6	Zusammenfassung26
2	Ve	rwendung der Zuwendung27
	2.1	Erläuterung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit28
	2.2 erzie ihrer	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der Iten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und industriellen Anwendungsmöglichkeiten
	2.3 die W eine	Fortschreibung des mit dem Antrag vorgelegten Plans zum Ergebnistransfer in /irtschaft (in tabellarischer Form mit Zeitangaben bzw. Zeithorizont), ergänzt um Einschätzung der Realisierbarkeit dieses Transferkonzepts, das auch alle
	Arbei in Kü	iten enthält, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder rze veröffentlicht werden sollen
3	Ge	plante Transfermaßnahmen (auch nach Projektende)
4	Lis	te der Veröffentlichungen33
	4.1	Teilnahme an der Konferenz
	4.2	Master Thesis35
	4.3	Dissertation

1 Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen

Die folgende Forschungsstrategie wurde im REC-MAG Project untersucht (Abb. 1).



Abbildung 1: Die durchgeführten Arbeiten und erzielten Ergebnisse bezüglich der hergestellten Nd, Pr, Dy- Legierung.

Die wichtigsten Ziele waren:

- 1. Herstellung von Seltenen Erden Oxide,
- 2. Entfernung von Eisen durch eine Karbothermische Reduktion,
- 3. Herstellung einer Legierung basierend auf seltenen Erden (Nd, Pr und Dy),
- 4. Die Recyclingtechnologie zu validieren

1.2 Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 1: Sammlung, Sortierung und Charakterisierung (ITU, Istanbul) Durchgeführte Arbeiten (01.01.2021-29.02.2021)

Der Lehrstuhl für Metallurgie an der Universität in Istanbul hat sich mit der Sammlung und Sortierung von Magneten der Firma Maknatis Ar-Ge in der Türkei beschäftigt. Nach der Demagnetisierung der gebrauchten NdFeB-Magneten bei 300°C in 30°C wurden die hergestellten Materialien gemahlen. Eine Charakterisierung eines hergestellten Pulvers von NdFeB-Magneten wurde in der Türkei begonnen. Die 2 kg gemahlenen Proben wurden zum Institut für Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling nach Aachen gesendet, um dem IME-Institut eine vollständige Charakterisierung durchzuführen, darunter ICP-OES (**Tab. 1**), XRD (**Tab. 2**) und Korngröße (**Tab. 3**), sowie eine REM-EDX-Analyse (**Abb. 2**).

Erzielte Ergebnisse (IME, Aachen):

Probe (Weight %)	Nd	Ni	Fe	В	Pr	Dy
NdFeB	15.9	0.0006	73.8	0.662	5.6	0.201
NdFeB+Ni	18.7	0.831	69.7	0.668	4.4	0.352

 Tabelle 1: Chemische Analyse von beiden Pulvern.

 Tabelle 2: Phasenanalyse von Pulver (NdFeB).

Phase	DyFe ₂	DyFe₅	FeB₅	Nd ₂ FeB ₁₄	Pr ₂ FeB ₁₄
Weight %	2.46	3.04	4.26	87.19	3.04

Tabelle 3: Korngrößenanalyse von beiden Pulvern.

Samples	X _{10.3}	X _{50.3}	X90.3
NdFeB + Ni	8,05 µm	33,61 µm	90,10 µm
NdFeB	7,35 µm	39,85 µm	90,40 µm

REM-EDX Analyse von NdFeB Pulvern hat die agglomerierten Partikel mit Seltenen Erden Elementen auf der **Abb. 2** entdeckt.



Abbildung 2: REM-Analyse und EDX- Analyse der NdFeB-Magneten.

1.3 Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 2: Mahlung, Oxidation, Schmelzen (ITU, Istanbul und IME, Aachen), durchgeführte Arbeiten (01.03.2021-31.08.2021)

Die Mahlung der gebrauchten Magneten wurde in einer Schwingmühle bei der ITU durchgeführt (**Abb. 3**). Ohne die Mahlung wäre die folgende Laugung mit großen Schwierigkeiten verbunden. Bei der Mahlung kam es zu Funkenbildung, was eine indirekte Bestätigung für ein hoch reaktives Ausgangsmaterial ist. Für die ICP-OES Analyse ist eine Fraktion von 63 µm verlangt, um eine gute Löslichkeit zu versichern.



Abbildung 3: Mahlung (ITU, Turkei). Abbildung 4: Oxidation in kleinem Ofen (IME, Aachen).

Die Oxidation der gemahlenen Proben wurde in einem kleinen Ofen zwischen 500°C und 1100°C am IME, RWTH Aachen untersucht (**Abb. 4**). Die Parameter der durchgeführten Versuche sind in der **Tab. 4** dargestellt:

500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C
15 min.						
30 min.						
45 min.						
60 min.						
75 min.						
90 min.						

Tabelle 4: Die untersuchten Parameter für die Oxidation-Versuchen.

Das reduzierende Schmelzen der oxidierten Proben wurde in einem Kohlenstoff-Tiegel im Induktionsofen im IME, Aachen durchgeführt (**Abb. 5**):



Abbildung 5: Induktionsofen für Schmelzen eines oxidierten Materials.

Die Parameter der durchgeführten Versuche des Schmelzens wurden in der **Tab. 5** dargestellt:

Experiment	Probe	Gewicht [g]	Temperatur [°C]	Zeit [min.]
V1	NdFeB+Ni	181.8	1000	60
V2	NdFeB+Ni	100.0	1300	60
V3	NdFeB+Ni	100.0	1500	10
V4	NdFeB+Ni	60.2	1500	13
V5	NdFeB	57.6	1400	11
V6	NdFeB	60.0	1350	3

Tabelle 5: Parameter von Schmelzen im Induktionsofen.

Erzielte Ergebnisse (IME, Aachen):

Zuerst ist eine XRD-Analyse der Proben nach der Oxidation durchgeführt worden. Die theoretischen und experimentellen Werte der Oxidation bei 1000°C von NdFeB-Magneten wurden in der **Tab. 6** zusammengefasst.

Tabelle 6: Vergleich der theoretischen und experimentellen Werte der Oxidation.

Probe	Theoretische O ₂ in (wt.%) für eine vollständige Oxidation (SEE, Nd, B)	Experimentelle Werten der Oxidation (TGA), (wt %)
NdFeB	36.81 (3.6 % für SEE-Oxidation)	36.25
NdFeB+Ni	35.35 (4.6 % for SEE-Oxidation)	35.26

Die Phasenanalyse der Probe nach der Oxidation bei 1000°C ist in der **Tab. 7** dargestellt.

Tabelle 7: XRD-Analyse der oxidierten Phase.

Phase	Dy ₂ O ₃	FeB ₂	Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	NdBO ₃	NdFeO ₃	Nd ₂ O ₃	Ferrite	Oxide
wt.%	1.28	1.75	53.41	10.37	10.01	16.45	0.45	5.22	1.07

Die folgenden chemischen Reaktionen während einer Oxidation laufen wie folgt ab:

 $Nd_2FeB_{14} + 1.5 O_2 \rightarrow 2 NdFeO_3 + 12 Fe + 14 B$ 2 Fe + 1.5 O₂ \rightarrow Fe₂O₃ und 6 Fe + 4 O₂ \rightarrow 2 Fe₃O₄

Die erzielten Ergebnisse sind in der Tab. 8 zusammengefasst.

Time	500	600	700	800	900	1000	1100	Massenzuwachs
[min.]	°C	[9]						
15	0,118	0,05	0,214	0,244	0,238	0,264	0,274	0,20028
30	0,134	0,192	0,242	0,294	0,251	0,293	0,287	0,241857
45	0,161	0,221	0,248	0,299	0,283	0,336	0,295	0,263286
60	0,178	0,206	0,276	0,299	0,327	0,333	0,337	0,279429
75	0,17	0,22	0,268	0,312	0,336	0,325	0,318	0,278429
90	0,186	0,249	0,295	0,327	0,329	0,342	0,341	0,295571

 Tabelle 8: Die Massenzuwachs-Ergebnisse nach der Oxidation (IME, Aachen).

Die maximale Oxidationsausbeute beträgt insgesamt 93 % bei einer Temperatur von 1000°C (0.342/0368= 0.93). Durch das reduktive Schmelzen mit Kohlenstoff bei 1500°C entstehen 2 Phasen: Schlacke und metallisches Eisen. Das hergestellte Produkt in **Abb. 6** gezeigt:



Abbildung 6: Die hergestellte metallische und Schlacke- Phase (IME, Aachen).

Die chemische Analyse der hergestellten Schlacke zeigt die Anwesenheit von Eisen Kleinstmengen.

(wt.%)	0	Pr	Се	Fe	Gd	Nd	В	Ni	Total
Schlacke	10.24	10.24	15.85	0.22	9.05	44.7	1.29	-	88.36
Metall	0.07	0.45	0.42	97.44	0.13	1.94	0.18	0.01	100.64

Tabelle 9: Die Chemische Analyse der Schlacke und Metallischen Phase nach dem Schmelzen.

Insgesamt wurden 15 Versuchen von Schmelzen durchgeführt, darunter ein großer Versuch mit 300 g-Eingabe, 2 fehlgeschlagene Experimente aufgrund von Materialüberfluss aus dem verwendeten Tiegel und 1 Experiment zur Bestimmung der Arbeitstemperaturgrenze, wie im vorherigen Unterabschnitt beschrieben. Von 1000 g der geschmolzenen Magnete betrug die Gesamtmenge der gewonnenen Selten-Erd-Oxidschlacke 194,95 g und 450,3 g Metall. Die durchschnittliche Ausbeute an geschmolzenem NdFeB-Pulver ist auf der Abb. 7 dargestellt, die weitere Darstellung der Einzelerträge folgt in Abb. 8.



Average yield of smelting NdFeB powders



Eine theoretische Menge der zu produzierenden Schlacke lässt sich aufgrund der Komplexität des Systems, das mehrere verschiedene Oxide enthält, nur schwer vorhersagen. Eine einfache und grobe Schätzung der erwarteten Schlackenmenge wird als Gesamtmenge an Seltenen Erden in der Probe (21,71 Gew.-%) mit einer Zugabe von stöchiometrischem Sauerstoff (7,25 Gew.-%) zu einer oxidischen Form von SE2O3

angenommen, insgesamt also 28,27 Gew.-%. Mit einer ähnlichen Methode wurde der Richtwert für die metallische Phase berechnet, welcher einen Wert von 55 % ergab. Von den 194,95 g Schlacke wurden 25.5 g verwendet, um den konzeptionellen Rahmen für die Salzschmelze-Elektrolyse zu erproben. Der Rest wessen Gewicht in etwa 167 g betrug, wurde gemahlen und für die Elektrolyse vorbereitet.

Die Ergebnisse der beiden Produkte sind im folgenden Diagramm dargestellt, einschließlich der anfänglichen Zusammensetzung der NdFeB-Magnete in der oberen linken Ecke des Balkendiagramms. In der Schlackenphase ist zu erkennen, dass die Konzentration von Nd und Pr jeweils um das Zweifache von 15,9 Gew.-% auf 33,2 Gew.-% anstieg, während die Konzentration von Dy einen erwarteten leichten Anstieg von 0,201 Gew.-% auf 0,31 Gew.-% zeigt. Der Fe- und B-Gehalt von 2,42 Gew.-% und 1,93 Gew.-% verdeutlicht ebenfalls die Unvollkommenheit der Schlacke. Dies ist jedoch auch in früheren Studien zu beobachten, in denen der durchschnittliche Fe- und B-Gehalt 1,5 Gew.-% und 1,8 Gew.-% beträgt (Abb. 8).



Chemical Composition of Smelting Products (ICP-OES)

Abbildung 8: Chemische Zusammensetzung von ICP-OES Analyse nach dem Schmelzen.

Vergleicht man die drei Werte der verbrauchten NdFeB-Magnete, reduzierten Schlacken und reduziertem Metall, lässt sich ableiten, dass die Selten-Erd-Elemente erfolgreich vom Eisenanteil abgetrennt werden konnten. Das Verhältnis von 0,277 für die Oxidation und 18,059 für die Reduktion zu Schlacke könnte als Benchmark für zukünftige Prozesse dienen, mit großen Verbesserungsmöglichkeiten durch Parameteroptimierung und geeignetere physikalische Extraktion, wie es in **Tab. 10** zusammengefasst ist.

Vergleicht man die drei Werte der Rohmagneten, reduzierten Schlacken und reduziertem Metall, lässt sich ableiten, dass die Selten-Erd-Elemente erfolgreich vom Eisenanteil abgetrennt werden konnten. Das Verhältnis von 0,277 für die Oxidation und 18,059 für die Reduktion zu Schlacke könnte als Benchmark für zukünftige Prozesse dienen, mit großen Verbesserungsmöglichkeiten durch Parameteroptimierung und geeignetere physikalische Extraktion.

Materials	Total Rare Earths in	Total Fe in	Ratio of
	wt.%	wt.%	Rare earths: Fe
Raw Magnets	21.701	73.80	0.294
Oxidised Magnets	16.16	58.31	0.277
Reduced Slags	43.70	2.42	18.059
Reduced Metal	1.750	88.7	0.0197

Tabelle 10: Verhältnis von Seltenen Erden zu Eisen in verschiedenen Prozessstadien.

1.4 Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 3: Laugung, Reinigung der Lösung, und Fällung (ITU, ISTANBUL, durchgeführte Arbeiten (01.03.2021-30.11.2021)

Die Laugung der gebrauchten FeNdB-Magneten ist mit Salpetersäure durchgeführt worden. Die untersuchte Strategie wurde in Laugung, Reinigung und Fällung zusammengefasst, wie es **Abb. 9** zeigt.



Abbildung 9: Kombiniertes Verfahren für die Behandlung von verbrauchten Magneten.

Die Laugung wurde in einem Autoklav (1.0 L, Büchi, Schweiz) durchgeführt (Abb. 10)



Abbildung 10: Laugung im Autoklav.

Abbildung 11: USP-Synthese Apparatur.

Nach der Trennung von Eisen-(III)-Oxid, der Synthese von Seltenen-Erd-Oxiden wurde mittels Ultraschallsprühpyrolyse durchgeführt (**Abb. 11**). Ultraschall Sprühpyrolyse (USP) zur Herstellung von Submikron- und Nanopulver ist eine relativ kostengünstige und vielseitig einsetzbare Technik, basierend auf einem Aerosolprozess zur Produktion feiner oxydischer Verbundpartikel in Nanometergröße. Die präzise eingestellte Morphologie und chemische Zusammensetzung der Seltenen-Erd-Oxide lässt sich durch eine wässrige Lösung hergestellt durch diese Laugung und Kalzination aus Metallnitraten erreichen. Die Prozesseigenschaften erfordern komplexe Kalkulationen bezüglich des Gasstroms, der Temperaturkonstanz und weiterer,

strömungsmechanischer und thermodynamischer Eigenschaften. Die Strategie für die Vorbereitung einer Lösung für die ICP OES Analyse und USP-Prozess ist in **Abb. 12** dargestellt. Die ICP-OES Analyse hatte die zuverlässige Analyse der vorhandenen Elemente gezeigt.



Abbildung 12: Vorbereitung der Lösung für die ICP-OES Analyse.

Die Verbesserung der Laugung wurde durch eine ultraschallunterstützte Auslaugung (ultrasound assisted leaching) untersucht, welche in **Abb. 13** gezeigt ist. Zusätzliche Operationen als eine Lösungsverbrennung und eine thermische Spaltung bei 800°C zusammen mit einer Versuchsplanung wurden zusätzlich untersucht, um eine kontrollierte Morphologie von Partikeln zu erhalten.



Abbildung 13: Herstellung von SE-Oxide durch eine ultraschallunterstützte Auslaugung, Versuchsplanung ANOVA, Lösungsverbrennung und eine thermische Spaltung bei 800°C.

Erzielte Ergebnisse:

Die Laugung mit Salpetersäure hat die Herstellung einer Lösung mit Seltenen Erden ermöglicht. Auf der anderen Seite wurde das Eisen als Eisen-(III)-Oxid durch die Hydrolyse entfernt, wobei Salpetersäure entstanden ist.

$$Fe^{3+} + 6NO_3^- + 3H_2O \rightarrow Fe_2O_3 + 6HNO_3$$

Die Morphologie des hergestellten Fe₂O₃-Produktes ist in Abb. 14 dargestellt.



Abbildung 14: REM-Analyse des hergestellten Hämatits.

Die erhaltenen Partikel weisen eine unregelmäßige Struktur auf. Die Abtrennung der Partikel aus der Lösung erfolgt durch Filtration. Das größte Problem besteht darin, das Eisen vom Erz zu trennen, bevor aus der Lösung Seltene Erden gewonnen werden können. Die Messung zur chemischen Zusammensetzung der hergestellten Lösung auf B, Co, Cr, Cu, Dy, Fe, Mo, Nd, Ni und Pr ist in **Tab. 11** zusammengefasst.

Composition	В	Со	Cr	Cu	Dy
Concentration (mg/L)	278	245	<1	32.6	210
Composition	Fe	Mo	Nd	Ni	Pr
Concentration (mg/L)	210,000	<1	7580	<1	2340

Tabelle 11: Chemische Zusammensetzung der Lösung.

Die Größe der Partikel und ihre Form unterscheiden sich je nach Synthese-Strategie zur Gewinnung von Selten-Erd-Elementen.



Abbildung 15: REM- und EDX-Analyse der SEO hergestellt mittels der Forschungsstrategie auf der Abb. 13.

Die resultierenden Partikel sind agglomeriert und haben eine unregelmäßige Form, die typisch für den Prozess der thermischen Zersetzung ist. Die EDX-Messung bestätigt die Präsenz Seltener Erden.

Im Gegensatz zur bisherigen Synthese-Strategie wurden die Sphärischen Partikel von Seltenen-Erd-Oxiden nach der USP-Synthese hergestellt (**Abb. 16**).

Seite 16 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]



Abbildung 16: REM-Analyse der SEO hergestellt zwischen 700°C und 1000°C mittels USP.

Mit einer Temperaturerhöhung von 700 auf 1000 °C nimmt die Sphärizität der hergestellten Partikel zu.

Zusammenfassung (AP3)

Eine neue Strategie für die hydrometallurgische Behandlung von NdFeB-Magneten wurde entwickelt, um Eisen als Eisen-(III)-Oxid durch Hydrolyse zu trennen. In nächstem Schritt nach der Trennung von Fe₂O₃ wurde die Synthese von Seltenen-Erd-Oxiden durch Ultraschallsprühpyrolyse zwischen 700°C und 1000°C erfolgreich durchgeführt.

1.5 Teilziel laut Antrag / Arbeitspaket 4: Herstellung von SEE-oxiden und SE-Metalle mittels Kalzinierung (ITU Istanbul) und Schmelzflusselektrolyse (IME-Aachen) Durchgeführte Arbeiten (01.10.2021-31.08.2022)

Der letzte und wichtigste Schritt des vorgeschlagenen und untersuchten Recyclingprozesses in dieser Arbeit ist die Schmelzflusselektrolyse der Selten-Erd-Oxidschlacke. Das Ziel der Experimente in diesem Abschnitt besteht darin, die Frage nach der Machbarkeit der Gewinnung seltener Erdmetalle aus der Schlacke zu beantworten. Um diese Frage zu beantworten, wurden insgesamt zwei potentiostatische Elektrolyseexperimente für diese aktuelle Arbeit durchgeführt, abgesehen vom Experiment für den konzeptionellen Rahmen. Die Herstellung von SEE-Oxiden und SE-Metallen durch Kalzinierung wurde von der Istanbul Technical University (ITU) durchgeführt. Die Gewinnung einer Legierung aus Nd, Pr und Dy erfolgte in einem Schmelzflusselektrolyse-Reaktor am IME in Aachen (siehe **Abb. 17**). Die typischen experimentellen Parameter wurden in **Tab. 12** dargestellt.



Abbildung 17: Reaktor für die Schmelzflusselektrolyse.

Tabelle 12: Versuchsparameter bei der Schmelzflusselektrolyse.

Temperatur:	61.10 wt.% - NdF ₃ , 26.30 wt.% -	25 g in 600 g	1.00 V for
1150°C	PrF₃, 12.60 wt.% - LiF	Elektrolyte (4.16	4 h
		wt.%)	

Um die galvanische Abscheidung der Metalle in der Lösung zu untersuchen, wurde zyklische Voltammetrie eingesetzt. Ziel ist es, kathodische Grenzen des Elektrolyten zu bestimmen, die der Reduktion von Li+ entsprechen. Die anodische Grenze hingegen sollte die Oxidation von Fluorid-Ionen und die Bildung von Fluorkohlenstoff wie CF₄ und C₂F₆ an der Anode implizieren. Die Bestimmung der kathodischen Grenze könnte Aufschluss über das geeignete Abscheidungspotential für das System geben, da Lithium im Vergleich zu Nd, Pr, Dy und Fe aufgrund des elektrochemischen Verhaltens dazu neigt, Letzteres abzuscheiden. In den Voltammogrammen von V-ME-2, wie in **Abb. 18** dargestellt, beginnen die Scans mit dem Anfangspotential Ei = -0,20 V bis zum kathodischen Endpotential EC = {-0,90, -1,10, -1,30, -1,40} V bei 100 ms Scanraten wurden mit mindestens drei Redoxprozessen dargestellt. Aufgrund der Komplexität des Systems, das verschiedene ionische und komplexe ionische Spezies enthalten kann, ist es jedoch schwierig, die Identität dieser einzelnen Peaks zu bestimmen. Dennoch

bestätigten die Diagramme, dass das System aus Schlacke und Elektrolyt nicht strukturlos ist. Die Reversibilität dieser Redoxprozesse wurde zu diesem Zeitpunkt nicht berücksichtigt, da die Scanrate nicht bei jedem CV-Scan variiert wurde.

Erzielte Ergebnisse:

Das Cyclovoltammogramm in der **Abb. 18** zeigt, dass es tatsächlich bestimmte irreversible Reaktionen gibt, da nicht alle kathodischen Stromwellen ihr entsprechendes anodisches Gegenstück haben.



Cyclic Voltammetry of V-ME-2

Abbildung 18: Cyclovoltammetrische Messung von V-ME-2.

Cvetkovic und andere Kollegen berichteten, dass im System NdF₃ + PrF₃ + LiF + 1 Gew.-% Pr₆O₁₁ + 1 Gew.-% Nd₂O₃ Peaks aufgezeichnet wurden, die der Reduktion von Nd(III) zu Nd(II) und Nd(II) zu Nd(0) entsprechen in einem zweistufigen Prozess betrug -0,550 V bzw. -0,7 V. Die Reduktion von Pr(III) zu Pr(0) wurde bei -0,67 V aufgezeichnet. Das zweite von den Autoren untersuchte System mit 1 Gew.-% zusätzlichem Pr₆O₁₁ und Nd₂O₃ zeigte Spitzenpotentiale bei -0,40 V, -0,55 V und -0,8 V Ihre Ergebnisse sind mit den Ergebnissen von unserem Versuch vergleichbar, da beide Systeme ähnliche Anfangsmengen an Selten-Erd-Oxiden aufweisen. Der Gehalt an Selten-Erd-Oxiden kann unter Berücksichtigung der Menge an Selten-Erd-Elementen in der Schlacke abgeschätzt werden. Im Fall von unserem Versuch entsprechen 33 Gew.-% Nd 8,25 g Nd, was 1,3 Gew.-% entspricht Eingangselektrolyt. Vom Scan bis zu −1,1 V konnten vier Peaks (C1≈-0,32 V,C2≈-0,44 V, C3≈-0,55 V, C4≈-0,82 V) beobachtet werden und die Werte nähern sich den Werten von Cvetkovic an, was auf in **Tab. 13** gezeigten Ähnlichkeiten hinweist.

Current Study	Literature reference		
	1 wt.%Pr ₆ O ₁₁ + 1 wt.%Nd ₂ O ₃	2 wt.%Pr ₆ O ₁₁ + 2 wt.%Nd ₂ O ₃	
C1≈ - 0.32 V	- 0.55 V (Nd ³⁺ → Nd ²⁺)	- 0.40 V (Nd ³⁺ → Nd ²⁺)	
C2≈ - 0.44 V C3≈ - 0.55 V	- 0.67 V (Pr³+ →Pr⁰)	- 0.55 V (Pr³+ →Pr⁰)	
C4≈ - 0.82 V	- 0.70 V (Nd ²⁺ → Nd ⁰)	- 0.80 V (Nd ²⁺ → Nd ⁰)	

Tabelle 13: Vergleich der kathodischen Peaks (Cvetkovic, Feldhaus, Vukicevic).

Allerdings kann nicht ausgeschlossen werden, dass hier Fe, B oder Al reduziert wurden. Da die Ausgangsverbindung außerdem komplexe Ionen enthält, könnten einige der beobachteten kathodischen Peaks, wie z. B. die "wellenförmigen Peaks", die im Scan von -1,1 V bis -1,4 V beobachtet wurden, entweder Oberflächenprozessen oder der Reduktion von Zwischenprodukten aus homogenen Reaktionen entsprechen. Der Massentransport in diesen Bereichen ist aufgrund der unbekannten Spezies im System äußerst komplex. Trotz dieser Mehrdeutigkeit zeigten die Scans bei -1,3 V und -1,4 V, dass die EC einen geraden, nach unten gerichteten Stromwert aufwiesen, was darauf hindeutet, dass die nächstmögliche Reduktion die letzte sein könnte, nämlich die Reduktion von Li+-Ionen. Basierend darauf wurde eine Grenze bei -1,0 V gezogen, da die drei Voltammogramme ähnliche Trends in der Stromentwicklung zeigten.

Die folgenden **Abb. 19** und **20** zeigen mikroskopische Bilder der Elektroden, einschließlich einer sauberen Elektrode vor der galvanischen Abscheidung. Während der Elektrolyse wird erwartet, dass das Metall in dünnen Filmen auf der sauberen Elektrode abgelagert wird, und wenn die Elektrode entfernt wird, wird erwartet, dass eine zusätzliche Elektrolytschicht die dünnen abgeschiedenen Filme bedeckt. In den folgenden Abbildungen konnten drei verschiedene Komponenten visuell anhand ihrer Farbe und Textur identifiziert werden. Eine mögliche metallische Phase, erkennbar an ihrer glänzenden, reflektierenden Oberfläche, ist mit dem roten Pfeil gekennzeichnet. Der blaue Pfeil zeigt dunkel glasige Tröpfchen, die eine Kombination aus gebildeten Oxid-Fluorid-Schlacken sein könnten, während die dunkelgrünen Flecken auf die Elektrolytschicht hindeuten könnten.



Abbildung 19: Mikroskopisches Bild der Elektrode.

Eine Beurteilung der Elektrodenoberfläche mittels SEM-EDS Analyse wurde am GFE der RWTH durchgeführt. Dabei wurde der Fokus auf ähnliche Merkmale und Komponenten für die Identität gelegt. Die Ergebnisse sind in den folgenden Abbildungen dargestellt.



Abbildung 20: REM-Bild der Elektrodenoberfläche.

EDS-Analysen vom Spektrum 1 und 4 sind auf der Abb. 21 und 22 dargestellt.

Seite 21 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]



Abbildung 21: EDS-Analyse von Spektrum 1.



Abbildung 22: EDS-Analyse von Spektrum 4.

Spektrum 1 zeigt den zerkratzten Bereich der Oberfläche, der die Zusammensetzung der Wolfram-Arbeitselektrode zeigt, unterstützt durch die hohen Wolframzahlen in den Scans. Hier wurden geringe Mengen an Nd, Al und O erfasst, entweder vom Elektrolyten selbst oder von der tatsächlichen Abscheidung des Metalls. Aus diesem ersten Spektrum konnten keine eindeutigen Schlussfolgerungen gezogen werden, und es wurden weitere Punkte gescannt. An der ovalen Erhebung, an der Spektrum 4 aufgenommen wurde, ergaben die Scans vor allem Nd mit einer einzelnen hohen Konzentration an O. Dieses Stück hier sollte als abgelagertes Nd-Metall identifiziert werden. Der Sauerstoffgehalt im Spektrum könnte entweder auf die Oberflächenoxidation des Metalls oder das Vorhandensein von Nd-Oxiden hinweisen.

Ein zweiter Bereich knapp oberhalb der ovalen Erhebung wurde gescannt, und die Ergebnisse zeigten sehr ähnliche Werte wie in Spektrum 6 in **Abb. 23** gezeigt, wo hohe Werte von Nd und ein einzelner hoher Wert von O aufgezeichnet wurden.



Abbildung 23: REM-Bild der Elektrodenoberfläche.

Die beiden Spektren zeigen eine ähnliche Analyse, weisen jedoch ein sehr unterschiedliches Erscheinungsbild auf. Dies könnte darauf hinweisen, dass die abgeschiedene Metallschicht zu Tropfen zusammenfließt und im Elektrolytbad schwimmt, wobei sie an der Oberfläche haften oder in der Schwebe bleiben kann, wie im konzeptionellen Rahmen erläutert. Die letzte aufgezeichnete Komponente von der Oberfläche sind die verbleibenden Elektrolyte, entweder in ihrer ursprünglichen Fluoridoder in Oxyfluoridform. Wie in den Spektren 8 und 10 zu sehen ist, haben sie hauptsächlich eine kugelförmige oder polygonale Form. Die Erwähnung von Oxyfluorid erfolgt aufgrund des anfänglichen Sauerstoffgehalts der zugeführten Schlacke, der möglicherweise mit dem Elektrolyten reagiert und komplexe Ionen bildet, während ein Teil der ursprünglichen Elektrolytkomponente unverändert bleibt. Diese komplexen Ionen wurden untersucht und vorgeschlagen. Eine Vermutung hier ist, dass die Anwesenheit solcher komplexen Ionen als Katalysator für weitere komplexe chemische Reaktionen in der Schmelze dient. Seite 23 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]



Abbildung 24: EDS-Analyse der Spektren 6, 8 und 10.

Da das Ziel dieser Arbeit bestand darin, eine Massenbilanz zu erhalten, darüber hinaus wurden Anstrengungen unternommen, die Menge des aus jedem einzelnen Schritt, einschließlich der Elektrolyse, zurückgewonnenen Metalls zu bewerten. Dennoch war bei allen Elektrolyseversuchen eine vollständige Extraktion der Ablagerungen aus mehreren Gründen nicht möglich, die in der **Abb. 25** dargestellt ist.



Abbildung 25: Illustration der Metallabscheidung während der Elektrolyse.

Grundsätzlich wäre das Best-Case-Szenario eine flache Schichtabscheidung des Metalls auf der Elektrode (gekennzeichnet als 1). Aufgrund von physikalischen Aktivitäten innerhalb des Schmelzbades wie Konvektion durch Gaserzeugung und Temperaturgradienten sowie Auflösung oder Bruch der Ablagerung kann das abgeschiedene Metall jedoch auch in anderen Bereichen gefunden werden, zum Beispiel in einem schwebenden Metalltröpfchen (gekennzeichnet als 2) oder einem an der Elektrode haftenden Metalltröpfchen (gekennzeichnet als 3). Das Metalltröpfchen kann dann am Boden des Schmelzbades sedimentieren und eine massive Metallphase bilden (gekennzeichnet als 4).

Die chemische Analyse der W-Elektrode hat bestätigt, dass diese ausgewählte Forschungsstrategie eine reiche Legierung aus Seltenen Erdenelementen hergestellt hat. Alle erzielten Ergebnisse haben bestätigt, dass die Recyclingstrategie am IME Aachen und der ITU Istanbul richtig ausgewählt wurde. Die chemische Zusammensetzung der hergestellten Legierung ist in **Abb. 26** dargestellt. Seite 25 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]





Die Analyse ergab, dass das abgeschiedene Metall eine Legierung war, die 72,8 Gew.-% Nd und 23,9 Gew.-% Pr enthielt. Vergleicht man diese Menge mit den Einsatzmaterialien, also Selten-Erd-Oxidschlacke mit 33,2 Gew.-% Nd und 10,2 Gew.-% Pr, kann man schlussfolgern, dass die Selten-Erd-Elementen erneut um mehr als das Doppelte konzentriert sind, in diesem Fall zu metallischen Elementen. In den Eingangsmaterialien sind bis zu 2,4 Gew.-% Fe enthalten, von denen nur ein kleiner Teil zusammen mit der Legierung abgeschieden wurde. Basierend auf dem Ziel dieser Arbeit, Rohstoffe für die Wiederaufbereitung ähnlicher Magnete zu produzieren, verursacht dieser Fe-Gehalt keine größeren Störungen, wenn man davon ausgeht, dass diese Legierung für die Produktion von NdFeB-Magneten verwendet werden soll. Die Ergebnisse dieser chemischen Analyse bestätigten die Brauchbarkeit der Verwendung von Selten-Erd-Oxidschlacke für die Schmelzelektrolyse und erreichten das Ziel der aktuellen Arbeit. Das Bild der hergestellten Legierung ist in **Abb. 27** dargestellt.



Abbildung 27: Optisches Bild der hergestellten Legierung (Weise Feld).

1.6 Zusammenfassung

Diese Strategie dient als sehr fundierter und überzeugender Ausgangspunkt für eine zukünftige Studie und Anpassung zum Recycling verbrauchter Magnete. Möglichkeiten der Erweiterung und Ergänzung des Vorhabens wurden im Ausblick grob erörtert und so die Brücke zwischen wissenschaftlichen Studien und wirtschaftlicher Praxis geschlagen.

Im weiteren Kontext des Übergangs zu einer Kreislaufwirtschaft können die weltweiten Bemühungen im Metallurgie- und Recyclingsektor zu erheblichen Veränderungen in der Art und Weise führen, wie Rohstoffe oder Ressourcen abgebaut und genutzt werden. Die Umstellung von der primären Metallgewinnung auf die sekundäre Metallgewinnung könnte auch die wirtschaftliche Wettbewerbsfähigkeit vieler Beteiligten steigern, was sich dann in einem langfristigen Vorteil für alle Beteiligten niederschlägt. Die Arbeiten dieser Forschung unterstützen den Entwicklungstrend hin zu einer nachhaltigen Verfahrenstechnik. Die schrittweise Verbesserung sollte hoch geschätzt werden, da sie erhebliche Auswirkungen auf die nächste Generation haben könnte, nicht nur in Bezug auf Wissenschaft und Technik, sondern auch in sozialer, wirtschaftlicher und politischer Hinsicht. Eine gemeinsame Strategie ist in **Abb. 28** dargestellt. Seite 27 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]



Abbildung 28: Strategie einer nachhaltigen Gewinnung von Selten-Erde Elementen (Nd, Pr, Dy) aus verbrauchten Magnete (IME, Aachen) durch einen pyrometallurgischen Verfahren.

 □ Getrennt nach Forschungseinrichtungen Angaben zu den aus der Zuwendung finanzierten Ausgaben f
ür Personenmonate des wissenschaftlich-technischen Personals gem
ä
ß Beleg

2 Verwendung der Zuwendung

01.01.2021-31.12.2021

A1: Wissenschaftliches Personal
Dr.-Ing Srecko Stopic, 6.75 Personenmonat
A2: Übriges Fachpersonal (Chemielabor)
Paul Van der Heiden, 2.5 Personenmonat
A2: Übriges Fachpersonal (Werkstatt)
Thomas Wüst, 3 Personenmonaten
A3: Hilfskräfte
Hanwen Chung, 1 Personenmonat

01.01.2022-31.12.2022

A1: Wissenschaftliches Personal

Dr.-Ing Srecko Stopic, 12.0 Personenmonaten

M. Sc Ozan Kaya, 6 Personenmonaten

Seite 28 des Schlussberichts zu IGF-Vorhaben 287 EN]

A2: Übriges Fachpersonal (Chemielabor)
Paul Van der Heiden, 2.0 Personenmonat
A2: Übriges Fachpersonal (Werkstatt)
Thomas Wüst, 3 Personenmonaten
A3: Hilfskräfte
Duan Xiaoyo, 3 Personenmonaten
Wolf Maruk, 1 Personenmonat

B. C. Keine Ausgaben für die Gerätebeschaffung und Leistung von Dritter (nicht geplant)

D. Pauschale für sonstige Ausgaben (geplant: 40.000, kumuliert 36969,48)

2.1 Erläuterung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die durchgeführten Arbeiten sowie die dafür aufgewandten Ressourcen waren notwendig und angemessen, um die Ziele des Projekts auf deutscher Seite (AP2, AP4, Unterstützung für AP5 und AP6) zu erreichen. Im AP2 und AP3 wurden die Ressourcen für die Umsetzung der von den Projektpartnern bereitgestellten Proben (gebrauchte NdFeB-Magnete) in der ersten Oxidation und zweiten Reduktionsschmelze sowie für die Analytik der Ausgangsmaterialien und Produkte eingesetzt. In Zusammenarbeit mit AP4, AP5 und AP6 (Schmelzflusselektrolyse) wurde eine Prozessanalyse durchgeführt (Auswertung der Ausbeuten und Rohstoffkosten). Die wichtigsten Ergebnisse wurden in unseren Veröffentlichungen dargestellt. Die erzielten Ergebnisse eröffneten vielfältige Möglichkeiten für weitere Forschungen und die Notwendigkeit, den bestehenden Reaktor zur Metallgewinnung zu vergrößern, um ihn für industrielle Zwecke nutzen zu können. Die durchgeführten Untersuchungen haben bestätigt, dass für eine umfassende Analyse der erhaltenen Metalllegierung weitere Analysen und Zeiten erforderlich sind, die deutlich über den Umfang dieses zweijährigen Projekts hinausgehen.

2.2 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Eine kombinierte Recyclingtechnologie zur Behandlung von verbrauchten NdFeB-Magneten unter Verwendung eines pyrometallurgischen Verfahrens zur Gewinnung einer Legierung basierend auf Nd, Pr und Dy wurde entwickelt. Jeder Partner des Konsortiums trägt mit seinem Fachwissen und Zugang zu fortschrittlicher Ausrüstung für hydrometallurgische und pyrometallurgische Behandlungen sowie notwendige Charakterisierung zur Wertschöpfungskette des Projekts bei, um dieses Ziel zu erreichen. Das Team des IME-Instituts im Rahmen des IGF-Vorhabens 287 unter der Leitung von Prof. Bernd Friedrich ist anerkannt im Bereich des Recyclings und der pyrometallurgischen Behandlung von verbrauchten Magneten. Die Fakultät für Technologie an der Istanbul Technical University unter der Leitung von Prof. Sebahattin Gürmen ist anerkannt im Bereich der Aufbereitung von verbrauchten Materialien, Hydrometallurgie sowie fortgeschrittener Elektronenmikroskopie und XRD-Analyse. Alle den Aufgaben des IME, der RWTH Aachen und der Istanbul Technical University zugewiesenen Aufgaben wurden vollständig erfüllt.

Dieses Projekt ermöglichte KMU verschiedene Vorteile zu erzielen:

- 1. Kontakte mit neuen Unternehmen, um neue Konsortien zu bilden.
- 2. Nutzung der entwickelten Technologie zum Testen ihrer Abfallstoffe.
- 3. Durchführung von Experimenten an ihren und unseren Anlagen in unserem Institut.
- 4. Nutzung der Technologie für Ausschreibungen und Gewinnung neuer Projekte.
- 5. Vorbereitung neuer gemeinsamer europäischen Projektanträge.
- Analyse ihrer Materialien, um die chemische Zusammensetzung und Eigenschaften von Pulvern zu bestimmen.
- 7. Recycling von Abfalllösungen und Materialien von KMU.

2.3 Fortschreibung des mit dem Antrag vorgelegten Plans zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft (in tabellarischer Form mit Zeitangaben bzw. Zeithorizont), ergänzt um eine Einschätzung der Realisierbarkeit dieses Transferkonzepts, das auch alle Arbeiten enthält, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen.

Durchgeführte Transfermaßnahmen zwischen Januar 2021 und Mai 2023 wurden in der folgenden **Tab. 14** dargestellt.

Durchgeführte	Aktivitäten (2021-2022)	Bemerkung und
Transfermaßnahmen		Aktuelisierung
Projekttreffen mit User	1.Projekt Meeting mit ITU	1. Zum Kick-Off Meeting
Commitee	und industriellen Partnern	am 17. Januar 2021 in
	in Deutschland (Jan.2021)	Aachen wurden die
		Mitglieder des User
		Committee per Zoom
		eingeladen und über die
		Projektarbeit/-plan
		informiert
Projektmeeting,	1. Projekt Meeting mit der	1. Fa Magneti. Slowenien
Konferenzteilnahme,	Fa. Magneti, Slowenien	hat mit IME, RWTH eine
Veröffentlichungen,	(Jan. 2021)	Besprechung über Scale-
Kontakt mit Firmen	2. Veröffentlichung	Up der Recycling gehabt
	in Metals (Mai 2021)	2.Es geht um ein
	3. Teilnahme an der	kombiniertes Verfahren
	Konferenz in Serbien	(Mahlung, Laugung und
		Ultraschallsprühpyrolyse)
		für die Herstellung von SE-
		Oxid
		3. Information über die
		SEO-synthese
Projekttreffen mit User	Projekt Meeting mit ITU	1.zum Kick-Off Meeting am
Commitee	und industriellen Partnern	. Januar 2022 in Aachen
	in Deutschland (Jan. 2022)	wurden die Mitglieder des

 Tabelle 14: Durchgeführte Transfermaßnahmen zwischen 01.01.2021-01.05.2021.

		User Committee per Zoom
		eingeladen und über die
		Projektergebnisse
		informiert
Projektmeeting,	1.Veröffentlichung	1. Erste Publikation wurde
Konferenzteilnahme,	in Metals, I Part (Mai 2021)	über Oxidation-prozess der
Veröffentlichungen,	2. Projekt Meeting	verbrauchten Magnete
Kontakt mit Firmen	zwischen RWTH, MIMI	erschienen
	Tech mit ITU	2.Die Analyse der erzielten
	in Türkei (Avg. 2022)	Ergebnisse in Aachen und
	3. Teilnahme an der ISEC	Istanbul wurde diskutiert.
	2002, Konferenz in	3.Zwei Poster wurden
	Göteborg/ Konferenz in	veröffentlicht (Hydro- und
	Südafrika/Konferenz in	Pyrometallurgie-Verfahren
	Darmstadt	der Recycling der Magnete
	4. Veröffentlichung	wurde präsentiert)
	in Metals, II Part	4. Ergebnisse von
		Schmelzen Prozess
		wurden veröffentlicht

Unsere veröffentlichten Ergebnisse in Fachzeitschriften, Ankündigungen auf Konferenzen und intensive Kontakte mit interessierten Unternehmen in Europa haben großes Interesse geweckt und bestätigt, dass die Ergebnisse ein großes Potenzial für praktische Anwendungen haben. Besonderes Interesse wurde von der Firma "Magneti" aus Maribor, Slowenien, einem führenden Hersteller von Magneten, gezeigt. Sie denken über Investitionen für den Bau von Reaktoren zur Produktion seltener Erden mittels Flussschmelzelektrolyse nach, um die Abhängigkeit vom Import seltener Erden aus China zu reduzieren. Dadurch könnte die Herstellung von Magneten aus recycelten Seltenen Erden (Nd, Pr, Dy) ermöglicht werden. Dies verdeutlicht die Notwendigkeit, diese entwickelte Technologie zur Herstellung von NdFeB-Magneten in Europa weiter anzuwenden. Die erzielten Ergebnisse im Rahmen dieses Projekts haben zur Erstellung neuer Projektvorschläge (DAAD, DFG), zu Konferenzankündigungen (EMC 2023), Veröffentlichungen (Metals, Hydrometallurgy) und zu verstärkten Kontakten mit interessierten Unternehmen (wie "Metali" aus Slowenien) geführt, um diesen Prozess in industriellen Umgebungen in Europa anzuwenden.

Durchgeführte	Januar	Februar	März 2023	Mai/Juni 2023
Transfermaßnah	2023	2023		
men				
Projektmeeting,	Abschlus	Meeting	DAAD-	Vortrag bei dem
Konferenzteilnahm	smeeting	mit der	Projekt	RECO2MAG-EIT Raw
e,	mit ITU	Fa.	Meeting in	Materials Workshop
Veröffentlichungen	und	Metali,	Belgrad	"Metallurgie der
,	industriell	Ljubljana	(Recycling	Seltenen Erden:
Kontakt mit Firmen	en	(Herstelle	von Dy von	Gewinnung und
	Partnern	r von	NdFeB-	Recycling)
	in	NdFeB-	Magnetet)	-Vortrag bei dem EMC-
	Deutschl	Magnete		Konferenz in Düsseldorf
	and	n)		-Vortrag bei der Sitzung
				der Stifterverband Metalle
				in Düsseldorf

 Tabelle 15: Durchgeführte Transfermaßnahmen zwischen 01.01.2021-01.05.2021.

Im Jahr 2023 sind neue Aktivitäten zur experimentellen Überprüfung des Erfolgs der Technologieanwendung an Magneten aus Slowenien und zur Erklärung des Mechanismus der selektiven Produktion von Dysprosium unter Schmelzbedingungen mit Nd und Pr geplant. Sollten sich die geplanten Ideen verwirklichen, besteht die Möglichkeit, ein neues Konsortium zu bilden und einen neuen IGF-Projektvorschlag zu unterbreiten.

3 Geplante Transfermaßnahmen (auch nach Projektende)

Neue	Juli 2023	August	September 2023
Transfermaßnahmen		2023	
Projektmeeting,	Neue Versuche	Neue	Vorbereitung einer neuen
Konferenzteilnahme,	in Aachen in	Versuche in	DFG-Antrags mit Kollegen
Veröffentlichungen,	Rahmen von	Aachen mit	in Serbien
Kontakt mit anderen	DAAD-	Magneten	"Advances in
Firmen	Projekten (Dy-	aus der Fa	Understanding of Kinetics
	Recycling)	"Magneti"	of Dysprosium synthesis in
		Slowenien in	molten salt electrolysis"
		Rahmen	
		einer neuen	
		Promotion	

 Tabelle 16: Geplante Transfermaßnahmen zwischen bis zum 01.10.2023.

Unabhängig davon werden Fortschritte bei der Aufklärung der Kinetik und des Mechanismus der Bildung von Selten-Erd-Elementen unter Schmelzbedingungen unser kontinuierliches Interesse im Institut bleiben.

4 Liste der Veröffentlichungen

- S.Stopic, B.Polat, H. Chung, E.Emil-Kaya, S.Smiljanic, S.Gürmen, B. Friedrich Recovery of Rare Earth Elements through Spent NdFeB Magnet Oxidation (First Part), Metals 2022, 12(9), 1464; https://doi.org/10.3390/met12091464 - 31 Aug 2022.
- H,Chung, S.Stopic, E.Emil-Kaya, S.Gürmen, B. Friedrich, Recovery of Rare Earth Elements from Spent NdFeB-Magnets: Separation of Iron through Reductive Smelting of the Oxidized Material (Second Part), Metals 2022, 12(10), 1615; https://doi.org/10.3390/met12101615 - 27 Sep 2022.

- E. Kaya, S. Stopic, S. Gürmen, B. Friedrich, Production of rare earth element oxide powders by solution combustion: a new approach for recycling of NdFeB magnets, RSC Advances, Issue 48, 2022, accepted.
- E. Uysal, S. Al, E. Emil-Kaya, S. Stopic, S. Gürmen, B.Friedrich, Hydrometallurgical Recycling of Waste NdFeB Magnets: Design of Experiment, Optimization of Low Concentrations of Sulphuric Acid Leaching and Process Analysis, Canadian Metallurgical Quaterly **2022**, accepted for Publication
- E. Kaya, S.Stopic, S. Gürmen, B Friedrich, Production of Rare Earth Element Oxides by Solution Combustion: A New Approach for Recycling of NdFeB Magnets, Journal of Cleaner Production, 2022.
- H.Chung, L. Prasakti, L., S. Stopic, L. Prasakti, V. Cvetkovic, B. Friedrich, Recovery of Rare Earth Elements from Spent NdFeB-Magnets: Metal Extraction by Molten Salt Electrolysis (Third Part), Metals 2023, 13, x. https://doi.org/10.3390/xxxxx.
- H. Chung, S., Stopic, B. Friedrich, Sustainable recovery of rare earths elements from spent magnets using pyrometallurgical methods, European Metallurgical Conference, 13-16.Juni, 2023. Düsseldorf (accepted for publication in conference proceeding).
- E.E. Kaya, O.Kaya, S. Stopic, S.Gürmen, B. Friedrich, Recycling of NdFeB Magnets: Model supported iron minimization via In-Situ Hydrolysis during leaching and hematite precipitation in an autoclave, **2023**, Hydrometallurgy, submitted for Publication.

4.1 Teilnahme an der Konferenz

- Stopic, S., Ćurčić, S., Milivojević, M., Friedrich, B. (2021) Synthesis and application of nanomaterials in technics, 38th International conference on Production Engineering of Serbia, 13-15.10.2021, Cacak, Serbia, 278-282.
- Emil-Kaya, E., Stopic, S., Gurmen, S., Friedrich, B., Comparison of Methods to Produce Rare Earth Oxide from Scrap NdFeB Magnets, *Materials Science and Engineering Congress (MSE2022)*, 27-29 September 2022, Darmstadt/Germany.

- Emil-Kaya, E., Uysal, E., Stopic, S., Gurmen, S., Friedrich, B., Recycling of Corroded NdFeB Magnets by Hydrometallurgical Route, *International solvent extraction conference (ISEC2022)*, 26-30 September 2022, Gothenburg/Sweden.
- H. Chung, B. Polat, E.E. Kaya, S.Stopic, S.Gürmen, B. Friedrich, Pyrometallurgical Recovery of Rare Earth Elements from oxidized spent NdFeBmagnets via Carbothermic Reduction, *International solvent extraction conference (ISEC2022)*, 26-30 September 2022, Gothenburg/Sweden.
- 13. Emil-Kaya, E., Dertmann, C., Stopic, S., Gurmen, S., Friedrich, B., Rare Earth Elements Recovery from Waste NdFeB Magnets by Acid Leaching and Hematite Precipitation under Pressure in an Autoclave, *Southern African Rare Earths International Conference*, **2022**, Johannesburg/South Africa.
- H. Chung, S. Stopic, B. Friedrich, sustainable recovery of rare earth elements from spent magnets using pyrometallurgical methods, *European metallurgical Conference 2023*, Düsseldorf 2023.

4.2 Master Thesis

Hanwen Chung, Sustainable recovery of rare earths elements from spent magnets using pyrometallurgical methods, RWTH Aachen University, 2022

4.3 Dissertation

Elif Emil Kaya, Recycling of Waste NdFeB Magnets for Recovery of Rare Earth Elements by Combining Pyro- and Hydrometallurgy, 80, Herausgeber: bernd Friedrich, Shaker GmbH, February 2023, 178 https://www.shaker.de/de/content/catalogue/index.asp?lang=de&ID=8&ISBN=978-3-8440-8947-9&search=yes