

Thermo-chemische Behandlung von Leiterplatten zur vermehrten Rückgewinnung von Tantal

Martin Nieberl^{1*}, Peter Hense¹, Matthias Franke^{1,2}, Andreas Hornung^{1,2,3} und Annette Jühr⁴

*martin.nieberl@umsicht.fraunhofer.de

¹Fraunhofer UMSICHT - Institutsteil Sulzbach-Rosenberg, An der Maxhütte 1, 92237 Sulzbach-Rosenberg, DE

²University of Birmingham, Birmingham B15 2TT, UK

³Friedrich-Alexander Universität Erlangen-Nürnberg, Schloßplatz 4, 91054 Erlangen, DE

⁴Beuth-Hochschule für Technik, Luxemburger Straße 10, 13353 Berlin, DE

Veröffentlicht: Erstveröffentlichung 2019 in Methoden des Fortschritts II, ISBN 978-3-948133-00-9. Zweitveröffentlichung 2021 in Reports of Science mit Genehmigung der Autoren

Schlüsselwörter: Tantal, Recycling, thermo-chemische Behandlung, Leiterplatten

Keywords: tantalum, recycling, thermo-chemical treatment, printed circuit boards



REPORTS OF SCIENCE

moringa.pub/ojs/index.php/reports
ISSN 2567-3394



Soweit nicht anders angegeben, ist dieses Werk lizenziert unter der Creative Commons Attribution ShareAlike 4.0

International License:

creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/

Zusammenfassung: Technologiemetalle wie Tantal sind essenzieller Bestandteil vieler Schlüsseltechnologien. Das Refraktärmetall wird hauptsächlich in der Elektro- und Elektronikindustrie in Form von Tantalkondensatoren eingesetzt. Diese zeichnen sich durch ihre hohe spezifische Kapazität aus und sind daher prädestiniert für den Einsatz in platzkritischen Anwendungen. Bislang wird Tantal allerdings nicht aus obsoleszenten Elektro- und Elektronikgeräten zurückgewonnen. In dieser Arbeit werden die Einsatzmöglichkeiten der thermo-chemischen Behandlung zur Rückgewinnung von Tantal aus Leiterplatten untersucht. Ziel der Arbeit war die Gewinnung einer Fraktion, in der Tantal möglichst vollständig und stark konzentriert enthalten ist. Gleichzeitig soll die Rückgewinnung von Tantal nicht zu Lasten anderer Elemente gehen, insbesondere nicht zu Lasten von Edelmetallen, die einen hohen Wertinhalt aufweisen. In einem ersten thermo-chemischen Behandlungsschritt wurde bei 650 °C und unter Stickstoffatmosphäre der Kunststoffanteil der Leiterplatten zersetzt. Gleichzeitig zerfielen durch die Hitzeeinwirkung die gesinterten Anodenblöcke der Tantalkondensatoren in ein feines Pulver. Durch die Weiterbehandlung des festen Produktes mittels Siebklassierung sammelten sich 56,0 Ma.-% des gesamten Tantals in der Siebfraction 0 – 0,063 mm, welche zu 24,1 Ma.-% aus Tantal bestand. Wurde das feste Produkt gemahlen und erst anschließend gesiebt, waren 75,0 Ma.-% des gesamten Tantals in der Siebfraction 0 – 0,063 mm enthalten. Weil durch das Mahlen allerdings alle hart-spröden Materialien zerkleinert wurden, wurde das Tantal verdünnt und seine Konzentration betrug hier lediglich 1,5 Ma.-%. Die Versuchsergebnisse zeigen, dass die thermo-chemische Behandlung einen wichtigen Beitrag zum Recycling von Tantal aus end-of-life Leiterplatten leisten kann. Durch die Weiterbehandlung des festen Produktes erscheint es möglich, Technologiemetalle wie Tantal wirtschaftlich zurückzugewinnen und so einen Beitrag zur Sicherung der Rohstoffbasis und zum Schutz der Umwelt zu leisten.

Abstract: Technology metals like tantalum are an integral constituent in many key electronic technologies. The refractory metal is mainly used in the electrical and electronics industry in the form of tantalum capacitors. Due to their high specific capacity they are predestinated for the use in place critical applications. Up to this date, tantalum is not recovered from end-of-life electric and electronic devices. In this work, the possibilities of a thermo-chemical treatment for the recovery of tantalum were examined. The work's objective was to extract a fraction, which contains the entire tantalum at high concentration. At the same time the recovery of tantalum should not lead to the loss of other elements, particularly precious metals which have a high value. In a first thermo-chemical treatment step at 650 °C and under nitrogen atmosphere, the plastic fraction of printed circuit boards (PCB) was decomposed. At the same time the employed heat disintegrated the sintered anode bodies of the tantalum capacitors. By further treatment of the solid product by sieve classification, 56.0 % of the overall tantalum could be accumulated in the sieving fraction 0 – 0.063 mm which consisted of 24.1 Ma.-% tantalum. By grinding the solid product prior to sieve classification, 75.0 Ma.-% of the overall tantalum could be transferred into the fraction 0 – 0.063 mm. Because the grinding led to the comminution of all hard-brittle materials, the tantalum was diluted and its concentration was only 1.5 Ma.-%. The results show that thermo-

chemical treatment can contribute to the recycling of tantalum from end-of-life PCBs. With further treatment of the solid product, it seems possible to recover technology metals like tantalum economically and thereby contribute to ensure the resource base and to the protection of the environment.

Inhaltsverzeichnis

1 Hintergrund	1
2 Material und Methoden	3
2.1 Experimentelles Vorgehen	3
2.2 Analysemethoden	4
3 Ergebnisse und Diskussion	4
4 Zusammenfassung	8

1 Hintergrund

Tantal ist ein wenig bekanntes Nebengruppenelement, dessen einzigartige Eigenschaften ihm einen festen Platz in unserem modernen und hochtechnisierten Alltag sichern. Das Refraktärmetall wird hauptsächlich in der Elektro- und Elektronikindustrie in Form von Tantalkondensatoren verwendet. Tantalkondensatoren zeichnen sich durch eine besonders hohe spezifische Kapazität aus, was sie für den Einsatz in platzkritischen Anwendungen prädestiniert. Die Kondensatoren werden u.a. eingesetzt in high-end-Telekommunikationsgeräten (Smartphones), implantierbaren medizinischen Geräten (Herzschrittmacher, Hörgeräte) [24], aber auch in der Luft- und Raumfahrt sowie zunehmend auch im Automobilssektor. Weiteren unikalen Eigenschaften verdankt Tantal auch den Einsatz in anderen Gebieten, wie z.B. im Chemieanlagenbau (hohe Korrosionsbeständigkeit und Wärmefestigkeit) [14].

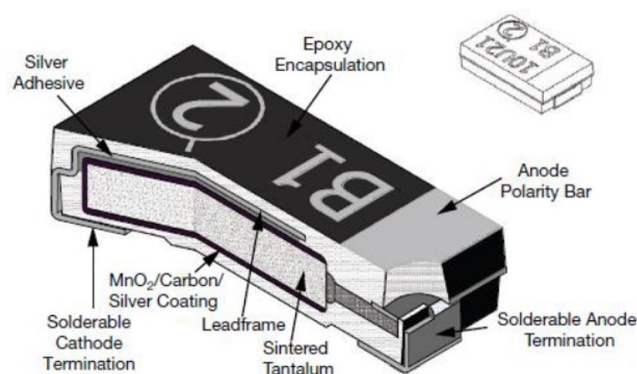


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines SMD-Tantalkondensators [3]

Tantalkondensatoren bestehen aus einer Anode aus gesintertem Tantalpulver, einem Dielektrikum (Ta_2O_5) und einer Kathode aus Mangandioxid (MnO_2) [25]. Die Kontaktierung der Kathode erfolgt mit einer Schicht aus Graphit und Silber [22]. In den gesinterten Anodenblock ist ein Draht aus gediegenem Tantal eingefügt, der später den Anodenkontakt bildet. Die Elektrodenanschlüsse bestehen aus Eisen, Nickel oder Kupfer und sind an den Tantaldraht und an die Silberschicht gelötet [10]. Ein flamm-gehemmtes Harz, dem Siliziumdioxid (SiO_2) zur Verbesserung der thermischen Haltbarkeit beigelegt ist, umhüllt den Elektrodenblock und schützt ihn vor mechanischer Belastung [15]. Abbildung 1 zeigt den am weitesten verbreiteten Tantalkondensatortyp, der auf die Oberfläche von Leiterplatten aufgelötet wird (surface mounted device, SMD). Dieser Typ hat i.d.R. eine Kantenlänge von 2 bis 6 mm [22]. Der Anodenblock aus Tantal ist etwas kleiner.

Weltweit flossen 33 % der im Jahr 2016 verbrauchten 1900 t Tantal in die Herstellung von Tantalkondensatoren [23]. In Tabelle 1 sind Tantalgehalte von Tantalkondensatoren, Leiterplatten und Endgeräten zusammengefasst.

Ein Recycling von Tantal findet bisher nur für kompakte Metallteile, wie Walzerzeugnisse oder Halbteile, sowie für Produktionsabfälle wie Verschnitte, Späne oder Fehlchar-

Tabelle 1: Tantalgehalte verschiedener Komponenten, Baugruppen und Geräte

Bauteil	Ta-Gehalt [Ma.-%]	Quelle
Tantalkondensator	44,200	[12]
Leiterplatte eines PC	0,100	[2]
Laptop PC	0,001	[1]

gen statt [14]. Diese hochreinen, nichtoxidierten Tantalschrotte können durch Umschmelzen beispielsweise in Elektronenstrahl- oder Vakuumöfen hochwertig recycelt werden [22].

Eine Rückgewinnung von Tantal aus Elektro- und Elektronikgeräten (EAG) existiert derzeit allerdings nicht [26]. Das Recycling von Leiterplatten, auf die die Tantalkondensatoren aufgebracht werden, findet in Europa in integrierten Kupferschmelzen statt. In diesem Prozess können über 95 % des Kupfers und der Edelmetalle in Leiterplatten zurückgewonnen werden [4]. Tantal allerdings wird während des Prozesses als Verunreinigung in die Schlacke abgeschieden [16]. Die Konzentration an Tantal in der Schlacke ist so gering, dass hier keine wirtschaftliche Rückgewinnung mehr möglich ist [5]. Aus diesem Grund wird mehrfach die Abtrennung von Tantal aus Leiterplatten vor ihrer Behandlung im integrierten Kupferschmelzprozess gefordert [14, 16, 21, 22]

In den letzten Jahren gab es vermehrt Anstrengungen, diesen Forderungen nachzukommen. Viele Entwicklungen konzentrieren sich darauf, die Leiterplatten zu entstückeln, also die aufgebrachten elektronischen Bauteile abzutrennen [7, 27]. Auch Ansätze, selektiv die Tantalkondensatoren von den Leiterplatten zu entfernen, existieren [11, 20]. [21] und [13] zeigen Möglichkeiten auf, die Tantalkondensatoren aus der Menge der abgetrennten, elektronischen Komponenten auszusortieren. Weiterbehandlungsverfahren für Tantalkondensatorfraktionen werden in [8, 15, 17–19] beschrieben. [22] und [2] beschreiben Verfahren, die von der Entstückung über die Sortierung bis zur Weiterbehandlung alle Stufen abdecken.

Ziel beim Recycling von Tantal aus End-of-Life-Tantalkondensatoren ist es, eine Fraktion zu gewinnen, die einerseits einen hohen Tantalgehalt aufweist und in der andererseits, das zuvor in der Leiterplattenfraktion enthaltene Tantal möglichst vollständig wiederzufinden ist. Gleichzeitig darf es nicht zum Recyclingkonflikt mit anderen Metallen oder Materialien kommen. Konkret darf es nicht zum Verlust anderer Metalle, insbesondere Edelmetalle kommen, weil dies die Wirtschaftlichkeit jeglicher Verfahren negativ belasten würde.

Mit dem neu entwickelten Verfahren soll dieses Spannungsfeld nun gelöst werden. Es zielt darauf ab, Tantal in hoher Konzentration und vollständig aus Leiterplatten abzuscheiden, bevor diese zur Gewinnung von Kupfer und Edelmetallen in integrierten Kupferhütten weiterbehandelt werden. Von einer vorgeschalteten Entstückung (und Sortierung) wird dabei abgesehen. Im Verfahrensansatz werden die Leiterplatten zunächst thermo-chemisch und das resultierende feste Produkt mechanisch weiterbehandelt. Die Durchführung und Ergebnisse der in Abbildung 2 dargestellten Ansätze werden im Folgenden vorgestellt und diskutiert.

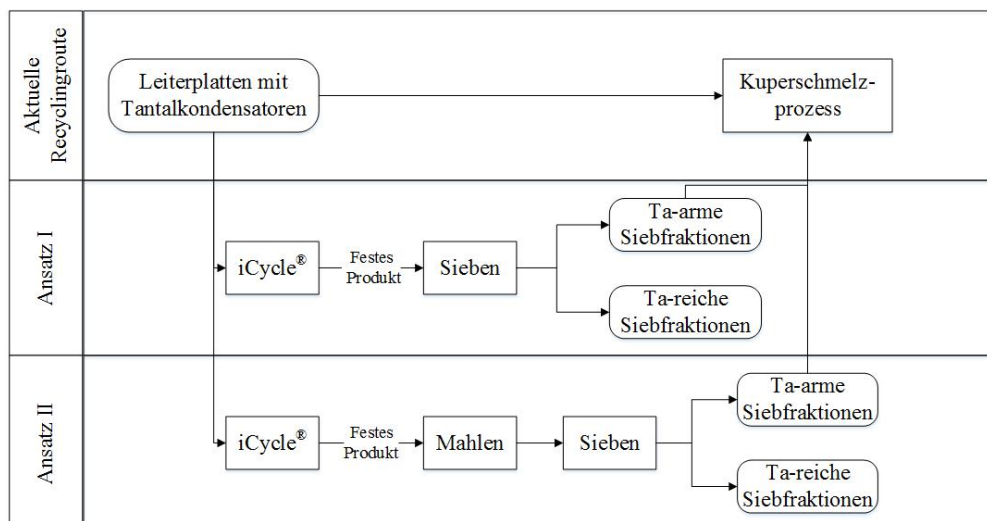


Abbildung 2: Grundfließbild der Verfahrensansätze I und II

2 Material und Methoden

2.1 Experimentelles Vorgehen

Edukt Leiterplatten Mit Tantalkondensatoren bestückte Leiterplatten stellen das Einsatzmaterial für die Versuche dar. Zur Vorbereitung wurden die Leiterplatten zunächst mit einer Blechschere vorzerkleinert und anschließend mit einer Laborschneidmühle (Schneidmühle SM 300, Retsch GmbH) auf eine Größe von < 10 mm geschreddert.

Versuchsanlage Die thermo-chemische Behandlung der vorzerkleinerten Leiterplatten fand mit einer semikontinuierlichen Versuchsanlage im Technikumsmaßstab statt. Der zylinderförmige Reaktor (Höhe 215 mm, Durchmesser 160 mm, Edelstahl 1.4571) wurde mit einer elektrischen Widerstandsheizung am Mantel (KH 210, \varnothing 162 mm, Höhe 186 mm, 4,5 kW, WEMA GmbH) beheizt. Entstehende Produktgase und -dämpfe sind mit einem einstellbaren Stickstoffstrom ($\geq 99,8$ %, Linde AG) über einen Auslass an der Oberseite des Reaktors ausgetragen und die Dämpfe in zwei nachgelagerten Kühlern kondensiert worden. Das Produktgas wurde nacheinander in eine mit Natronlauge und in eine mit n-Hexan gefüllte Waschflasche geleitet. So wurden zunächst halogenierte Verbindungen und dann unpolare Bestandteile aus dem Gasstrom entfernt, bevor das Gas über einen Aktivkohlefilter geleitet und in die Atmosphäre entlassen wurde. Ein Schleusensystem ermöglichte die Zugabe mehrerer Chargen in heißem Zustand der Anlage. Das feste Produkt wurde nach der Behandlungsdauer ebenfalls über ein Schleusensystem in einen, unter dem Reaktor angebrachten Sammelbehälter entleert.

Thermo-chemischen Behandlung Die thermo-chemische Behandlung der Leiterplatten fand bei Umgebungsdruck, 650 °C und einem Stickstofffluss von 0,5 l/min statt. Eine Charge bestand aus 200 g vorzerkleinerten Leiterplatten; die Chargendauer betrug 30 min. Je Versuch wurden sieben Chargen behandelt.

Die Demontage der Versuchsanlage erfolgte im kalten Zustand. Das Material im Sammelbehälter wurde gewogen und dem „festen Produkt“ zugerechnet. Die Masse an Flüssigkeit in den Auffangbehältern unter den Kondensatoren wurde ebenfalls direkt gewogen. Die Masse des in Kondensatoren verbliebenen Produktes wurde ermittelt, indem die Kondensatoren gewogen, anschließend gereinigt und erneut gewogen wurden. Beide Massen wurden dem Produkt „Öl“ zugeschrieben. Die Masse an „Gas“ wurde rechnerisch durch Subtraktion der übrigen Produktmassen von der Eduktmasse ermittelt.

Behandlung des festen Produktes der thermo-chemischen Behandlung Das feste Produkte aus dem ersten Behandlungsschritt wurde im Ansatz I vollständig mit Hilfe eines Siebturms (Analysette 3, Fritsch GmbH) in verschiedene Korngrößenklassen aufgetrennt und so gleichzeitig eine Korngrößenanalyse durchgeführt. Die verwendeten Siebe hatten eine Maschenweite von 0,063, 0,125, 0,25, 0,5, 1, 2, 4, 8, 16, 31,5 und 63 mm gemäß ISO 3310. Die Siebdauer betrug 5 Minuten bei einer Amplitude von 4. War ein Partikelkollektiv nach dieser Dauer augenscheinlich noch nicht vollständig aufgetrennt, wurde die Siebdauer um weitere 5 Minuten verlängert.

In Ansatz II wurde das feste Produkt zunächst in einer Planetenkugelmühle (Pulverisette 5, Fritsch GmbH), bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 300 rpm für 5 Minuten gemahlen, bevor es in die verschiedenen Korngrößenklassen aufgetrennt wurde. Durch das Mahlen sollten die hart-spröden Tantalnanoden der Kondensatoren zerkleinert werden. Beide Verfahrensansätze sind in Abbildung 2 als Grundfließbild dargestellt.

2.2 Analysemethoden

Energiedisperse Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) Messungen zur Bestimmung der Elementkonzentrationen wurden mit einem Röntgenspektrometer Epsilon 3^{XLE} (PANalytical) durchgeführt. Aus den Feststoffproben wurde eine repräsentative Probe entnommen und diese für die Analyse auf eine Partikelgröße von <1 mm zerkleinert.

Elementaranalyse Die Elementaranalyse zur Bestimmung der Massenanteile von Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff erfolgte mit dem Analysegerät Vario MACRO Cube (Elementar Analysensysteme GmbH). Die Elementaranalyse wurde für jede Probe drei Mal durchgeführt und aus den Ergebnissen der Mittelwert gebildet. Dafür wurden die gleichen Proben verwendet, wie für die RFA, welche zerstörungsfrei arbeitet.

3 Ergebnisse und Diskussion

Produktausbeuten Bei der thermo-chemischen Behandlung von organischen Materialien wie Kunststoffen in einer sauerstofffreien Atmosphäre entstehen drei Hauptprodukte:

Gase, kondensierbare Dämpfe und ein kohlenstoffreicher Feststoff. Die Produktausbeuten zeigt Abbildung 3.

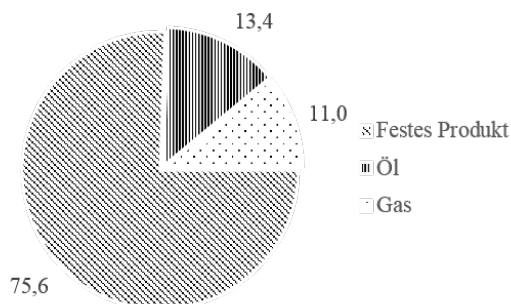


Abbildung 3: Produktausbeuten in [Ma.-%]

Das feste Produkt macht mit ca. 76 Ma.-% der Masse an eingesetztem Leiterplattenmaterial die größte Position unter den Produkten aus. Dies ist auf den hohen Anteil an anorganischen Komponenten wie Keramiken und Metallen in den Leiterplatten zurückzuführen, die vollständig oder fast vollständig im festen Produkt verbleiben. Nur ca. $\frac{1}{4}$ der eingesetzten Gesamtmasse wird durch die Behandlung zu flüchtigen Komponenten zersetzt. Vergleichbare Ergebnisse sind aus [6] und [9] bekannt.

Siebanalyse Abbildung 4 stellt die Korngrößenverteilungen der vorzerkleinerten Leiterplatten vor dem Versuch, des unbehandelten und des gemahlten, festen Produktes gegenüber.

Im Vergleich zu den vorzerkleinerten Leiterplatten besteht das unbehandelte, feste Produkt zu einem größeren Anteil aus Feinstpartikeln (0 - 0,063 mm). Dieser Anteil macht ca. 3 Ma.-% des gesamten Produktes aus. Zudem enthält das unbehandelte, feste Produkt auch Partikel, die deutlich größer sind, als die ursprünglich eingesetzten Partikel mit einer Größe <10 mm. Genau genommen besteht die Fraktion 63 – 125 mm aus einem einzigen Konglomerat, dessen Abmessungen zwischen 70 und 100 mm lagen. Die einzelnen Partikel des Einsatzmaterials agglomerierten offensichtlich während der thermo-chemischen Behandlung.

Die Korngrößenverteilung des gemahlten Metallkonzentrats unterscheidet sich deutlich von der Korngrößenverteilung der vorzerkleinerten Leiterplatten. Die Feinstfraktion (0 – 0,063 mm) stand für 44,4 Ma.-% der gesamten Masse. In der Kugelmühle wirkte auf die Partikel hauptsächlich eine Prall- und Reibbeanspruchung was vorrangig zur Zerkleinerung hart-spröder Materialien führte. Bei Betrachtung der größeren Siebfractionen, beispielsweise der Fraktion 4 – 8 mm war auch festzustellen, dass diese hauptsächlich aus Kupferpartikeln bestand. Duktile Materialien wie Metalle werden in der Planetenkugelmühle, mit Ausnahme oxidierte Schichten / Bestandteile, nicht zerkleinert. So ist eine selektive Zerkleinerung der hart-spröden Materialien und nachfolgende Abtrennung

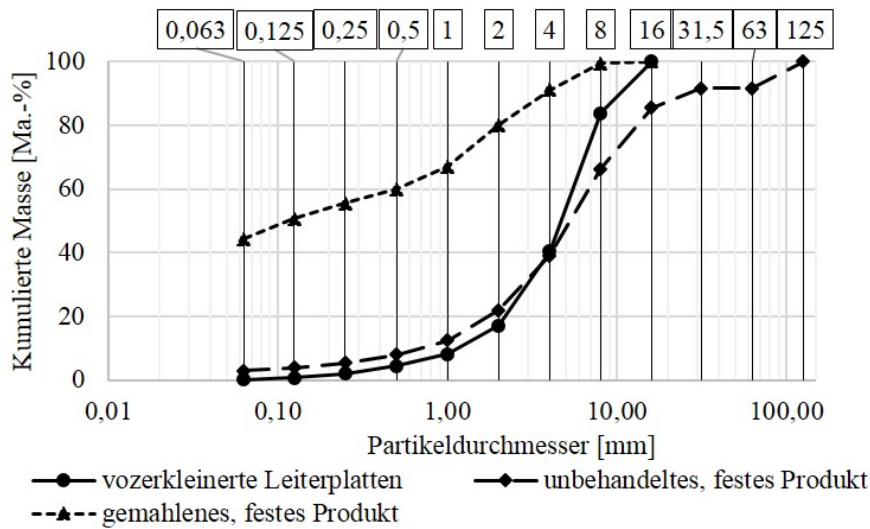


Abbildung 4: Korngrößenverteilung des Eduktes, sowie des unbehandelten und gemahlten festen Produktes

duktiler Metalle durch Klassieren möglich.

Allokation des Tantals Zur Beurteilung der beiden Verfahrensansätze ist es von Interesse, in welchen der Siebfractionen sich Tantal angereichert hat. Abbildung 5 zeigt die Allokation des Tantals in den verschiedenen Siebfractionen des unbehandelten und des gemahlten, festen Produktes.

Der größte Anteil des Tantals ist mit 56,0 Ma.-% in der Feinstfraktion enthalten und nicht, wie die Größe der Tantalkondensatoren vermuten ließe, in den Fraktionen 1 – 2, 2 – 4 oder 4 – 8 mm. Dies weist darauf hin, dass der Anodenblock durch die thermochemische Behandlung zerfiel. [15, 22] berichten, dass die Tantsinterstruktur eines Tantalkondensators bei 550 °C in einer Luftatmosphäre brüchig wird und ihre mechanische Stabilität verliert. Gleiches berichtet [8] für die Erhitzung auf 550 °C unter Stickstoffatmosphäre. Die erhöhten Temperaturen wirken auf die Sinterverbindungen zwischen den Körnern des Tantalpulvers in der Sinteranode und schwächen bzw. zerstören diese. So lösen sich die sehr feinen Körner des Tantalpulvers wieder voneinander und können durch Klassieren in Fraktionen kleinerer Partikelgrößen angereichert werden.

Dass das Tantal nicht vollständig in die Fraktion 0 – 0,063 mm überführt werden konnte, kann einerseits an der nicht vollständig abgeschlossenen Desintegration der Tantsinterstrukturen liegen, aber auch daran, dass Tantal den agglomerierten Partikeln anhaftete oder in ihnen eingeschlossen wurde. Für letzteres spricht, dass die zweitgrößte Menge an Tantal in dem agglomerierten Partikel nachgewiesen werden konnte, das die Fraktion 63 – 125 mm ausmachte.

In den Siebfractionen 2 – 4 und 4 – 8 mm ist beim gemahlenem, festen Produkt kaum noch Tantal enthalten. 75,0 Ma.-% des gesamten, zuvor in den Leiterplatten enthaltenen

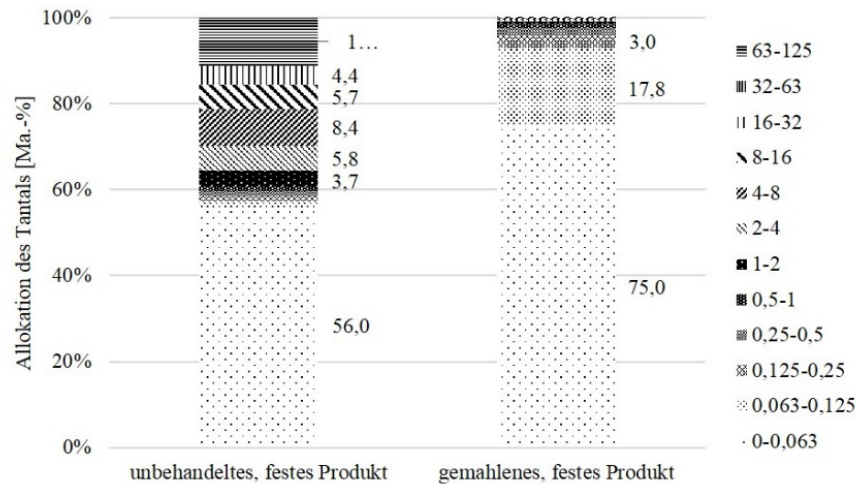


Abbildung 5: Allokation von Tantal im unbehandelten und im gemahlene, festen Produkt

Tantals finden sich in der Siebfraktion 0 – 0,063 mm und insgesamt 96,0 Ma.-% in den Siebfraktionen 0 – 0,063, 0,063 – 0,125 und 0,125 – 0,25 mm. Hier wurden die Tantalsinterstrukturen zunächst aufgrund der Wärmeeinwirkung desintegriert. Durch das Mahlen im Anschluss wurden möglicherweise nicht vollständig desintegrierte Anoden zerkleinert und agglomerierte Partikel aufgeschlossen. So gelang es, das Tantal fast vollständig in die drei feinsten Siebfraktionen zu überführen.

Zusammensetzung der Fraktionen 0 – 0,063 mm In der Feinstfraktion des Ansatzes I sind 56,0 Ma.-% des gesamten Tantals enthalten, in der Feinstfraktion des Ansatzes II sogar 75,0 Ma.-%. Eine genauere Untersuchung dieser beiden Fraktionen soll Aufschluss geben, ob es zu Recyclingkonflikten mit Edelmetallen und Massenmetallen kommt. Dazu zeigt Abbildung 6 die Zusammensetzung der beiden Siebfraktionen 0 – 0,063 mm. Kohlenstoff und Silizium, als größte Einzelanteile werden hier separat aufgeführt, genauso wie das Zielelement Tantal. Die Edelmetalle Gold, Silber und Platin und die Massenmetalle Kupfer, Eisen, Aluminium und Nickel werden zusammengefasst dargestellt.

Mit 24,1 Ma.-% stellt Tantal den größten Anteil an der Feinstfraktion des unbehandelten, festen Produktes dar. Silizium und Kohlenstoff bilden mit 17,8 und 12,1 Ma.-% die zweit- und drittgrößten Positionen. Daneben sind auch 7,4 Ma.-% Massenmetalle (u.a. Cu, Fe, Al und Ni) und 0,9 Ma.-% Edelmetalle in der Fraktion 0 – 0,063 mm enthalten. Die Vorgabe, eine Fraktion zu erzeugen, die reich an Tantal ist, konnte mit dem Verfahrensansatz I erfüllt werden. Der Recyclingkonflikt mit Edelmetallen und Massenmetallen konnte allerdings nicht vollständig gelöst werden. Aufgrund der hohen Werthaltigkeit der Edelmetalle sollte eine Weiterbehandlung zur Gewinnung der Edelmetalle aus dieser Fraktion untersucht werden.

Obwohl durch das Mahlen des festen Produktes drei Viertel des Tantals in die Sieb-

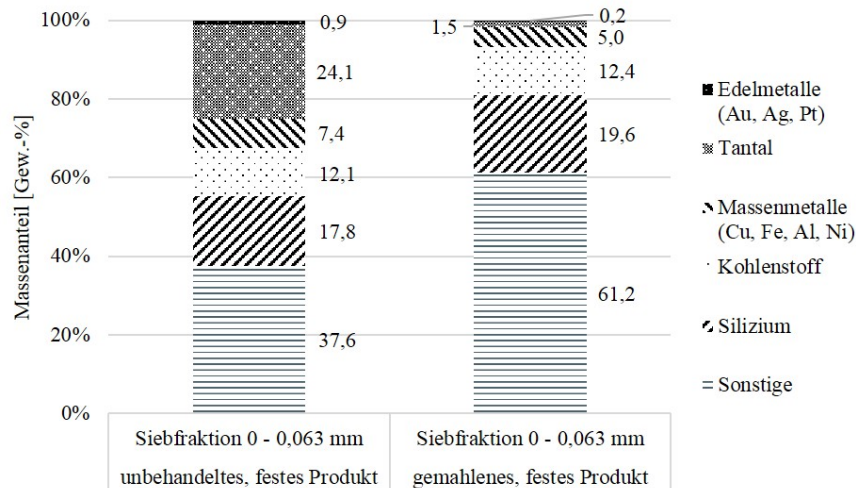


Abbildung 6: Zusammensetzung der Fraktionen 0 – 0,063 mm des unbehandelten und des gemahlene, festen Produktes

fraktion 0 – 0,063 mm überführt wurde, lag der Gehalt an Tantal hier lediglich bei 1,5 Ma.-%. Dass der Tantalgehalt in der Siebfraktion 0 – 0,063 mm des gemahlene, festen Produktes deutlich geringer als beim unbehandelten, festen Produkt war, ist auf das Mahlen in der Kugelmühle zurückzuführen. In der Kugelmühle werden vornehmlich hart-spröde Materialien wie die Tantalsinterkörper zerkleinert. Neben diesen enthält das feste Produkt allerdings auch eine Vielzahl anderer hart-spröder Materialien. Aus der Korngrößenverteilung des gemahlene, festen Produktes geht hervor, dass ca. 44,4 Ma.-% auf die Feinstfraktion entfallen. In absoluten Zahlen ausgedrückt, stieg durch das Mahlen die Masse der Feinstfraktion von 32 g (unbehandeltes, festes Produkt) auf 453 g um ca. das 14-fache an. Die zerkleinerten Materialien wurden beim Sieben ebenfalls in die Feinstfraktion überführt und verdünnen das Tantal.

4 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Verfahren vorgestellt, dass das Recycling von Tantal aus Leiterplatten ermöglicht. Zunächst wurden tantalhaltige Leiterplatten thermochemisch behandelt, um enthaltene Kunststoffe zu zersetzen und die Tantalsinterstruktur der Kondensatoren zu desintegrieren. Im Ansatz I wurde das feste Produkt anschließend durch Sieben klassiert. Die Feinstfraktion enthielt 56,0 Ma.-% des gesamten Tantals, das zuvor in den Leiterplatten enthalten war und bestand zu 24,1 Ma.-% aus diesem. Aufgrund der hohen Konzentration ließe sich diese Fraktion direkt als Edukt für einen Solventextraktionsprozess zur Herstellung neuer Tantalprodukte nutzen [23].

Im Ansatz II wurde das feste Produkt hingegen zunächst gemahlen, bevor es ebenfalls klassiert wurde. Hier konnte mit 75,0 Ma.-% ein größerer Anteil des zuvor in den Leiterplatten enthaltenen Tantals in die Feinstfraktion überführt werden. Weil allerdings

durch das Mahlen hart-spröde Materialien zerkleinert und beim Sieben in die Feinstfraktion überführt wurden, betrug die Tantalkonzentration hier nur 1,5 Ma.-%, was einen direkten Wiedereinsatz in der Tantalgewinnung erschwerte. Bei beiden Ansätzen kam es zudem zu einer geringen Allokation von Edelmetallen in die Feinstfraktion.

Zukünftige Forschungsarbeiten sollten Möglichkeiten zur Abscheidung der Edelmetalle aus den tantalreichen Fraktionen untersuchen und die weitere Vorbereitung dieser Fraktion für den optimalen Einsatz im Solventextraktionsprozess, sowie die weitere Optimierung des vorgestellten Verfahrens hinsichtlich Tantalausbeute und -konzentration ins Auge fassen.

Literatur

- [1] S. Deetman u. a. “Deriving European tantalum flows using trade and production statistics”. In: *Journal of Industrial Ecology* 1.22 (2018), S. 166–179.
- [2] T. Fujita u. a. “Evaluation of a recycling process for printed circuit board by physical separation and heat treatment.” In: *Waste management* 7.34 (2014), S. 1264–1273.
- [3] *Guide for Molded Tantalum Capacitors*. URL: <http://www.vishay.com> (besucht am 30. 10. 2016).
- [4] C. Hagelüken. “Improving metal returns and eco-efficiency in electronics recycling - a holistic approach for interface optimisation between pre-processing and integrated metals smelting and refining”. In: *Proceedings of the 2006 IEEE International Symposium on Electronics and the Environment, 2006*. Mai 2006, S. 218–223. DOI: 10.1109/ISEE.2006.1650064.
- [5] “Technology challenges to recover precious and special metals from complex products”. In: *R’09 World Congress*. Hrsg. von C. Hagelüken und C. Meskers. 2009.
- [6] W. J. Hall und P. T. Williams. “Separation and recovery of materials from scrap printed circuit boards”. In: *Resources, Conservation and Recycling* 3.51 (2007), S. 691–709.
- [7] T. Hartfeil und J. Herdegen. *Elektrohydraulische Zerkleinerung EHZ. Selektive Trennung von Verbundwerkstoffen*. URL: <http://www.iwks.fraunhofer.de> (besucht am 23. 04. 2018).
- [8] P. Hense. *Development and Optimization of a thermo-chemical Process for Recycling waste electrical and electronic Equipment*. 2017.
- [9] G. Jie, L. Ying-Shun und L. Mai-Xi. “Product characterization of waste printed circuit board by pyrolysis”. In: *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 2.83 (2008), S. 185–18.
- [10] R. Kikuchi, T. Yamamoto und M. Nakamoto. “Preliminary information of laboratory tantalum recovery and considerations for a potential solution for conflict mineral and wildlife conservation”. In: *Environment and Natural Resources Research* 4 1 (2014), S. 31.

- [11] S. Kreibe und A. Förster. “Strategische Rohstoffe in Telekommunikations-Netztechnik – Kann die Recyclingquote gesteigert werden”. In: *Recycling Und Rohstoffe* 9 (2016), S. 361–372.
- [12] S. Kwon u. a. “Separation of tantalum from electronic components on laptop printed circuit board assembly”. In: *Journal of the Korean Institute of Resources Recycling* 1.25 (2016), S. 24–30.
- [13] F. Lindner. *Entwicklung einer Prozesskette zur staubarmen Rückgewinnung von Technologiemetallen bestückter Leiterplatten mittels sensorgestützter Sortierung (MetalSens)*. URL: <http://www.r4-innovation.de/files/MetalSens.pdf> (besucht am 18.04.2018).
- [14] H. Martens und D. Goldmann. *Recyclingtechnik - Fachbuch für Lehre und Praxis*. 2. Aufl. 2016.
- [15] K. Mineta und T. H. Okabe. “Development of a recycling process for tantalum from capacitor scraps”. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 2-4.66 (2005), S. 318–321.
- [16] N. T. Nassar. “Shifts and trends in the global anthropogenic stocks and flows of tantalum. Resources”. In: *Conservation and Recycling* 125 (2017), S. 233–250.
- [17] B. Niu, Z. Chen und Z. Xu. “Application of pyrolysis to recycling organics from waste tantalum capacitors”. In: *Journal of hazardous materials* 335 (2017), S. 39–46.
- [18] B. Niu, Z. Chen und Z. Xu. “Method for Recycling Tantalum from Waste Tantalum Capacitors by Chloride Metallurgy”. In: *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* 2.5 (2017), S. 1376–1381.
- [19] B. Niu, Z. Chen und Z. Xu. “Recovery of Valuable Materials from Waste Tantalum Capacitors by Vacuum Pyrolysis Combined with Mechanical-Physical Separation.” In: *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* 3.5 (2017), S. 2639–2647.
- [20] R. Noll u. a. “Inverse Production Line for the Automated Dismantling of Mobile Phones with Selective Laser-based Detaching and Sorting of Valuable Components”. In: *Recycling und Rohstoffe* (2018), S. 533–546.
- [21] T. OKI. “Physical separation technology to support the strategic development of urban mining”. In: *Synthesiology English edition* 4.6 (2013), S. 232–240.
- [22] F. Römer, T. Elwert und D. Goldmann. “Challenges and a possible solution for the recycling of tantalum from waste electrical and electronic equipment.” In: *Proceedings of the XXVIII International Mineral Processing Congress (IMPC 2016)*. 2016.
- [23] D. Schöps. “Recycling Possibilities of Tantalum from E-Scrap - Three approaches”. In: *International Electronics Recycling Congress (IERC 2018)*. Jan. 2018.
- [24] K. J. Schulz, N. M. Piatak und J. F. Papp. *Niobium and tantalum*. US Geological Survey, 2017.

- [25] H. K. Shin u. a. *Tantalum capacitor and method of manufacturing the same*. US 20150036265A1, 2016.
- [26] M. Ueberschaar u. a. “Potentials and barriers for tantalum recovery from waste electric and electronic equipment”. In: *Journal of Industrial Ecology* 3.21 (2017), S. 700–714.
- [27] J. Wang, J. Guo und Z. Xu. “An environmentally friendly technology of disassembling electronic components from waste printed circuit boards”. In: *Waste management* 53 (2016), S. 218–224.