



Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan
Germany

Phone 02104/2333-100
E-Mail info@retsch.com

www.retsch.com

MODERNES BATTERIERECYCLING

AUFBEREITEN, ANALYSIEREN, RÜCKGEWINNEN

Mit freundlicher Genehmigung von Laborpraxis-Vogel.de: Originalartikel veröffentlicht am 07.08.2025 auf www.laborpraxis.vogel.de/aufbereiten-analysieren-rueckgewinnen-a-72c43c845b39554cb29d618d7e0d5261/

SHIMADZU
Shimadzu Deutschland GmbH
Keniastr. 38
47269 Duisburg
Germany
E-Mail info@shimadzu.de
www.shimadzu.de

Die Rückgewinnung wertvoller Rohstoffe ist in Zeiten steigender Nachfrage und knapper Ressourcen wichtiger denn je. Im Zuge des Ausbaus der Elektromobilität werden künftig große Mengen alter Autobatterien auf eine sinnvolle Verwendung warten. Lesen Sie, wie moderne Aufbereitungs- und Analysentechniken dabei helfen können, das Batterierecycling zukunftssicher zu gestalten.

Laut Prognosen werden bis 2030 weltweit etwa 145 Millionen Elektroautos verkauft, was jährlich etwa drei Millionen Tonnen alter Batterien zur Folge haben wird. Das Recycling dieser Batterien ist sowohl ökologisch als auch wirtschaftlich entscheidend, insbesondere seit Inkrafttreten der EU-Verordnung 2023/1542 („Batterieverordnung“).

Die Lithium-Ionen-Batterie – Stand der Technik

Lithium-Ionen-Batterien bestehen aus mehreren Komponenten mit teils wertvollen und/oder giftigen Eigenschaften. Der Recyclingprozess umfasst zunächst die mechanische Aufbereitung und Trennung der Materialien durch Zerkleinern, Fraktionieren und Sieben, wobei die verbleibende Mischung, bekannt als Schwarzmasse, wertvolle Rohstoffe enthält. Analytische Techniken wie Chromatographie und Spektroskopie sind entscheidend für die

Überwachung der Qualität der recycelten Materialien. Insbesondere die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie (EDXRF) ermöglicht eine schnelle, zerstörungsfreie Analyse der chemischen Zusammensetzung der Schwarzmasse. Eine Lithium-Ionen-Batterie besteht aus mehreren wichtigen Komponenten, die chemisch miteinander interagieren. Die Hauptbestandteile sind:

- **Anode:** In der Regel besteht die Anode aus Graphit, in welchem Lithium-Ionen während des Ladevorgangs eingelagert werden.
- **Kathode:** Die Kathode besteht häufig aus Lithium-Metall-Oxiden, wie Lithium-Cobalt-Oxid (LiCoO_2), Lithium-Eisenphosphat (LiFePO_4) oder Lithium-Nickel-Mangan-Cobalt-Oxid (LiNMC). Diese Materialien ermöglichen die Speicherung von Lithium-Ionen.
- **Elektrolyt:** Der Elektrolyt ist eine chemische Lösung, die Lithium-Ionen zwischen Anode und Kathode transportiert. Er besteht oft aus einer Lithiumsalzlösung in einem organischen Lösungsmittel.
- **Separator:** Der Separator ist eine poröse Membran, die die Anode von der Kathode trennt, um Kurzschlüsse zu verhindern, während sie gleichzeitig den Durchfluss von Lithium-Ionen ermöglicht.

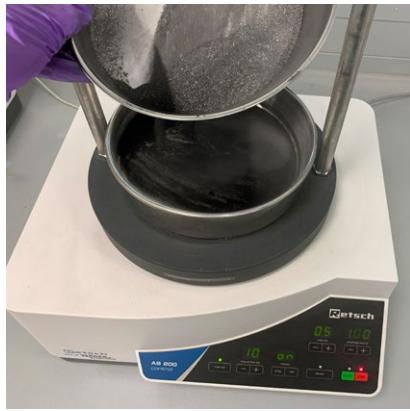


Bild 1: Nach dem Schreddern der Batterien wird zunächst durch Siebung die Schwarzmasse von groben Plastikteilen der Gehäuse getrennt.

Hierfür stehen Siebmaschinen zur Verfügung.

Mechanische Aufbereitung im Rahmen des Recyclings

Die mechanische Aufbereitung und Trennung der Materialien erfolgt in mehreren Schritten:

- **Siebung:** Im industriellen Batterie-Recycling wird die Schwarzmasse durch mehrere Klassifizierungsstufen gewonnen. Nach dem Schreddern der Batterien wird zunächst durch Siebung die Schwarzmasse von groben Plastikteilen der Gehäuse getrennt. Dies dient der Qualitätssicherung: Verbleibende Anteile von Gehäusematerialien und Elektrodenfolien werden gezielt separiert und quantifiziert. Für diese Aufgabe werden Siebmaschinen verwendet, die eine präzise Fraktionierung nach Korngrößen gewährleisten und so Metall- und Kunststoffbestandteile zuverlässig abtrennen. Es stehen sowohl das Airjet-Prinzip - besonders geeignet für feine, leichte Pulver - als auch Vibrationssiebmaschinen für größere Probenmengen und unterschiedliche Partikelgrößen zur Verfügung. Variable Amplituden und eine flexible Siebdauer ermöglichen die Anpassung an verschiedene Probenmengen und -eigenschaften. Retsch Siebmaschinen sind mit Siebdurchmessern von 100 bis 400 Millimetern erhältlich und unterstützen Drahtgewebe-Siebeinsätze mit Sieböffnungen von 20 Mikrometern bis 125 Millimetern. Auch in der Forschung und Entwicklung ist die maschinelle oder manuelle Siebung im Einsatz, um Batteriegehäusekomponenten und Schwarzmasse zu trennen. Die Siebung stellt somit einen zentralen Schritt dar, um möglichst homogene Proben für die Analytik zu gewinnen und die Aussagekraft der Ergebnisse zu erhöhen.

- **Homogenisierung:** Dafüranalytische Zwecke meist nur wenige Gramm der Schwarzmasse verwendet werden und diese durch vereinzelte gröbere Partikel häufig stark inhomogen ist, besteht das Risiko einer mangelnden Repräsentativität der Teilprobe. Soll die Schwarzmasse weiter homogenisiert werden, um eine repräsentative Probe für die Analyse zu erhalten, erweist sich dies als anspruchsvolle Aufgabe. Eine vollständige Zerkleinerung und Durchmischung aller Pulvermaterialien sowie Metall- und Kunststoffteile ist mit den verfügbaren Methoden technisch schwierig und stößt in der Praxis häufig an Grenzen. Zur Zerkleinerung der Schwarzmasse kommen vielfach Kugelmühlen zum Einsatz. Diese ermöglichen die Überführung der beschichteten Elektrodenfolien in Pulverpartikel. Die Metallfolien lassen sich mit der Kugelmühle je nach Materialbeschaffenheit jedoch nur teilweise zerkleinern; insbesondere bei der Feinzerkleinerung werden sie im Mahlprozess vielmehr verformt oder geplättet. Es ist zu beobachten, dass die Schwarzmasse im Kugelmühlenprozess von der Metallfolie jedoch effektiv abgerieben wird, während die Folien selbst als größere Partikel erhalten bleiben. Alternativ zum Kugelmühlenprozess kann auch eine Ultrazentrifugalmühle in Betracht gezogen werden, um die Partikel der Elektrodenfolien weiter zu zerkleinern. Insbesondere bei hohen Zielfeinheiten können sich die Ringsiebe jedoch zusetzen, Metalle agglomerieren oder Polymerfolien durch die Temperaturentwicklung schmelzen, sodass auch diese Methode nur eingeschränkt nutzbar ist. Die reproduzierbare und homogene Aufbereitung der Schwarzmasse



Bild 2: RETSCH Schwingmühle
MM 400

für die Analyse ist nach wie vor eine komplexe Aufgabe und es muss stets geprüft werden, inwieweit die präparierte Schwarzmasse die Eigenschaften der Gesamtmenge widerspiegelt.

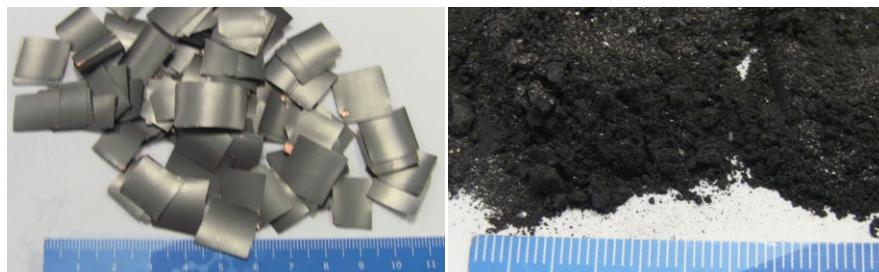


Bild 3: Die Schwingmühle MM 400 wurde für die Trocken-, Nass und Kryogenvermahlung kleiner Probenmengen bis 2 x 20 ml entwickelt.



Bild 4: RETSCH Tablettenpresse
PP 40

Tablettenpressen: Ein weiterer wichtiger Aspekt der Probenvorbereitung ist das Pressen der homogenisierten Schwarzmasse zu Tabletten. Retsch bietet hierzu beispielsweise die Tablettenpresse PP 40 an. Das Pressen ist zwar nicht zwingend erforderlich, erhöht jedoch die Empfindlichkeit und Reproduzierbarkeit der EDXRF-Analyse, da durch die Verdichtung der Probe ein intensiveres Signal erzielt wird - besonders vorteilhaft bei niedrigen Elementkonzentrationen.

EDXRF: Die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie

Die EDXRF ist ein analytisches Verfahren, das zur schnellen Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Materialien eingesetzt wird. Eine Probe wird mit Röntgenstrahlen bestrahlt, die von einer Röntgenquelle erzeugt werden. Diese Strahlen regen die Atome in der Probe an. Durch die Anregung werden die inneren Elektronen der Atome aus ihren Schalen herausgeschlagen. Wenn ein Elektron aus einer äußeren Schale in die Lücke eines inneren Schalen-Elektrons fällt, wird ein Röntgenstrahl emittiert. Diese emittierten Röntgenstrahlen sind charakteristisch für die Elemente, aus denen die Probe besteht. Die emittierten Röntgenstrahlen werden von einem Detektor erfasst. Dieser misst die Energie der Röntgenstrahlen, die mit den verschiedenen Elementen in der Probe korreliert ist. Die gesammelten Daten werden analysiert, um die Art und Menge der Elemente in der Probe zu bestimmen. Dies geschieht häufig mithilfe von Software, die die Intensität der gemessenen Röntgenstrahlen in Bezug auf die bekannten Eigenschaften der Elemente interpretiert.

Element	Al		Co		Cu		Li (calc)		Mn		Ni		P		S		Zn	
	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR
Sample A	3,007	125%	5,23	93%	1,75	96%	3,218	100%	5,50	99%	17,72	103%	0,407	129%	0,636	163%	0,0179	90%
Sample B	2,837	109%	5,50	98%	2,41	67%	3,330	104%	5,75	106%	18,21	108%	0,436	146%	0,617	167%	0,0292	107%
Sample C	1,421	105%	4,19	97%	2,14	65%	3,450	100%	4,91	101%	21,11	106%	0,559	153%	0,219	149%	0	0%
Sample D	0,832	84%	3,39	99%	3,95	80%	3,439	122%	1,68	99%	24,57	108%	0,584	144%	0,237	210%	0,0012	59%
Sample E	0,76	71%	3,39	100%	5,44	83%	3,531	114%	1,74	109%	25,30	111%	0,632	137%	0,229	195%	0,0032	110%
Sample F	1,623	93%	3,21	105%	2,66	100%	1,928	101%	3,27	111%	10,57	118%	0,527	139%	0,877	182%	0,0103	136%
Sample G	1,177	25%	7,54	106%	3,57	66%	4,442	112%	7,55	110%	24,20	115%	0,351	130%	0,504	133%	0,0044	78%
Sample H	1,631	97%	5,88	97%	1,83	94%	3,444	97%	5,92	102%	18,68	105%	0,430	136%	0,635	144%	0,0220	100%

Tabelle 1: Messung von Schwarzmasse mittels des Shimadzu EDX-7200 mit der FP-Methode (Lithium wurde über die Gehalte an Ni, Mn und Co berechnet)



Bild 6: Shimadzu EDX-7200

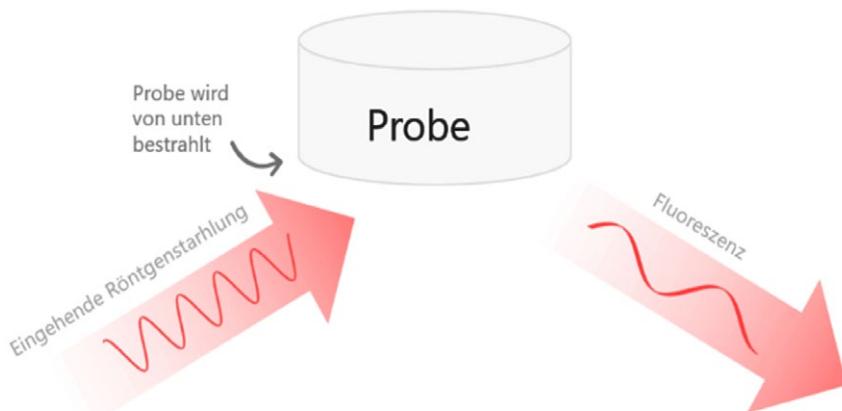


Bild 5: Schema EDXRF: Die energiedispersive Röntgenfluoreszenzspektroskopie

Vorteile der EDXRF-Technik für die Messung von Black-Mass-Proben

EDXRF ist von besonderem Nutzen, da sie in zahlreichen Bereichen wie Materialwissenschaft, Umweltanalytik und Qualitätskontrolle eine schnelle und zerstörungsfreie Analyse ermöglicht. Diese Messtechnik eignet sich besonders gut zur Analyse der Schwarzmasse, da sie den Feststoff direkt untersucht. Dabei sind unterschiedliche Messmodi verfügbar. Die FP-Methoden (FP = Fundamentalparameter) können verwendet werden, um die Proben einfach zu prüfen und zu messen. Hierbei wird der Gehalt des einzelnen Elements anhand der Verhältnisse der unterschiedlichen Peaks berechnet. Um eine noch verlässlichere Datenerhebung zu ermöglichen, kann eine Messung auch durch Kalibrierung durchgeführt werden. Hierfür stehen in der Regel unterschiedliche Kalibrierstandards zur Verfügung. Diese enthalten festgelegte Mengen verschiedener Metalle und sind als zertifizierte Standardserhältlich. Es wird empfohlen, die Gehalte realer Black-Mass-Proben zur Kalibrierung der EDXRF zu nutzen, da Schwarzmasse eine komplexe Mischung aus verschiedenen Komponenten und auch winzigen Resten von Plastik und Metallfolie darstellt. Um eine passende Kalibrierung am Shimadzu EDX-7200 (Bild 6) vorzunehmen, werden die Resultate der ICPOES-Messungen an unterschiedlichen Proben als Referenzwert

verwendet. Beim Abgleich der beiden Messmethoden zeigt sich, dass sich die FP-Methode gut für das einfache Screening verschiedener Proben eignet und eine Vielzahl von Elementergebnissen liefert, die den Referenzwerten der ICP-OES-Messungen nahekommen. Für leichtere Bestandteile wie Schwefel und Phosphor ist es ratsam, eine externe Kalibrierung vorzunehmen, um präzisere Resultate zu erzielen. Im unmittelbaren Vergleich der beiden Verfahren (Fundamentalparameter und externe Kalibrierung) ist der Unterschied deutlich erkennbar.

Element	Al		Co		Cu		Li (calc)		Mn		Ni		P		S		Zn	
	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR	%	WFR
Sample A	2,525	105%	5,22	93%	2,04	112%	3,181	99%	5,34	96%	16,68	97%	0,301	95%	0,364	94%	0,0205	103%
Sample B	2,378	91%	5,55	99%	3,45	96%	3,301	103%	5,55	102%	17,26	103%	0,311	104%	0,371	100%	0,027	99%
Sample C	1,327	98%	4,24	98%	3,11	95%	3,405	99%	4,83	99%	19,97	100%	0,367	100%	0,137	93%	0,006	114%
Sample D	1,046	106%	3,43	100%	4,87	98%	2,942	104%	1,67	99%	22,58	99%	0,425	105%	0,120	107%	–	–
Sample E	1,020	95%	3,42	101%	6,80	104%	3,018	98%	1,70	107%	23,21	102%	0,442	96%	0,108	92%	–	–
Sample F	1,792	102%	3,27	107%	2,06	77%	1,744	91%	2,90	98%	9,11	102%	0,381	101%	0,507	105%	–	–
Sample G	1,266	27%	7,39	104%	5,41	100%	4,034	102%	6,89	100%	20,75	99%	0,268	99%	0,398	105%	0,0059	105%
Sample H	1,721	102%	6,16	101%	2,41	123%	3,497	98%	5,93	103%	18,11	101%	0,318	101%	0,432	98%	0,02	91%

Tabelle 2: Messung von Schwarzmasse mittels des Shimadzu EDX-7200 mit externer Kalibrierung durch vorherige ICP-OES-Messungen (Lithium wurde über die Gehalte an Ni, Mn und Co berechnet)