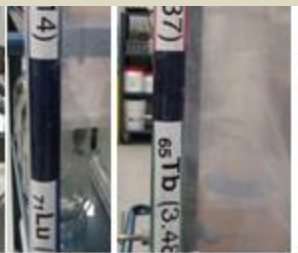


88.9059 <b>39 Y</b> Yttrium	138.9055 <b>57 La</b> Lanthanum	140.116 <b>58 Ce</b> Cerium	151.964 <b>63 Eu</b> Europium	158.92534 <b>65 Tb</b> Terbium
-----------------------------------	---------------------------------------	-----------------------------------	-------------------------------------	--------------------------------------

**RECYCLING OF RARE EARTH from FLUORESCENT LAMPS : BROCHURE**  
 François CARDARELLI  
**RECYCLAGE DES TERRES RARES de LAMPES FLUORESCENT: BROCHURE**





## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### PUBLICATION

TITLE: Recycling of Rare Earth from Fluorescent Lamps  
EDITION: 01  
VERSION: 01  
PAGES: 21 pages  
DATE: February 5th, 2021  
AUTHOR: François Cardarelli  
PUBLISHER: Electrochem Technologies & Materials Inc.  
ADDRESS: 201-2037 Aird Avenue  
Montreal, Québec, Canada, H1V 2V9  
COPYRIGHT: ©2020 François Cardarelli  
©2020 Electrochem Technologies & Materials Inc.

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### ÉDITION

TITRE: Recyclage des terres rares de lampes fluorescentes  
EDITION: 01  
REVISION: 02  
PAGES: 21 pages  
DATE: Le 5 février 2021  
AUTEUR: François Cardarelli  
EDITEUR: Electrochem Technologies & Matériaux Inc.  
ADRESSE: 201-2037 Avenue Aird  
Montréal, Québec, Canada, H1V 2V9  
COPYRIGHT: ©2020 François Cardarelli  
©2020 Electrochem Technologies & Matériaux Inc.





## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### DISCLAIMER

The information set forth is based on information that Electrochem Technologies & Materials Inc. believes to be accurate. No warranty, expressed or implied, is intended. The information is provided solely for your information and consideration and Electrochem Technologies & Materials Inc. assumes no legal responsibility for use or reliance thereon.

The technical information brochure should be used in conjunction with the safety data sheet (SDS). It does not replace it. The information given is based on our knowledge of this product, at the time of publication. It is given in good faith.

The attention of the user is drawn to the possible risks incurred by using the product for any other purpose other than that for which it was intended. This does not in any way excuse the user from knowing and applying all the regulations governing his activity. It is the sole responsibility of the user to take all precautions required in handling the product. The aim of the mandatory regulations mentioned is to help the user to fulfill his obligations regarding the use of hazardous products.

### AVIS DE NON-RESPONSABILITÉ

Les renseignements ci-dessus sont fondés sur des renseignements qu' Electrochem Technologies & Matériaux Inc. considère comme étant précis. Aucune garantie, expresse ou tacite, n'est fournie. Les renseignements sont fournis seulement pour votre information et votre considération et Electrochem Technologies & Matériaux Inc. n'assume aucune responsabilité légale quant à l'utilisation ou la fiabilité.

Cette brochure technique doit être utilisée conjointement avec la fiche de données de sécurité (FDS) . Cela ne la remplace pas. L'information donnée est basée sur notre connaissance de ce produit, au moment de la publication.

Il est donné de bonne foi. L'attention de l'utilisateur est attirée sur les risques éventuels encourus lors de l'utilisation du produit à d'autres fins que celles pour lesquelles il a été conçu. Ceci n'excuse en aucun cas l'utilisateur de connaître et d'appliquer tous les règlements régissant son activité. Il est de la seule responsabilité de l'utilisateur de prendre toutes les précautions nécessaires lors de la manipulation du produit. Le but des règlements obligatoires mentionnés est d'aider l'utilisateur à remplir ses obligations concernant l'utilisation de produits dangereux.



# INTELLECTUAL PROPERTY - CANADIAN PATENT GRANTED FOR 20 YEARS

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization  
 International Bureau

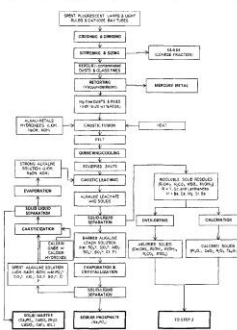


(10) International Publication Number  
**WO 2014/071510 A1**

- (43) International Publication Date  
 15 May 2014 (15.05.2014)
- (51) International Patent Classification:  
 C22B 3/04 (2006.01) H01L 9/52 (2006.01)  
 C09K 11/01 (2006.01) C22B 59/00 (2006.01)
- (21) International Application Number:  
 PCT/CA2013/000954
- (22) International Filing Date:  
 8 November 2013 (08.11.2013)
- (25) Filing Language:  
 English
- (26) Publication Language:  
 English
- (30) Priority Data:  
 61/724,022 8 November 2012 (08.11.2012) US
- (71) Applicant: **ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC.** [CA/CA]; 2037 Aird Avenue, Suite 201, Montreal, Québec H1V 2V9 (CA).
- (72) Inventor: **CARDARELLI, Francois**; 2037 Aird Avenue, Suite 201, Montreal, Québec H1V 2V9 (CA).
- (74) Agent: **BRESKIN & PARR LLP/S.E.N.C.R.L., S.R.L.**; 40th Floor, 40 King Street West, Toronto, Ontario M5H 3Y2 (CA).
- (81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, VC, VZ, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Published:  
 — with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: PROCESS FOR RECOVERING RARE EARTH OXIDES FROM PHOSPHORS, FLUORESCENT LAMPS AND LIGHT BULBS, CATHODE RAY TUBES AND OTHER INDUSTRIAL WASTES

WO 2014/071510 A1



(57) Abstract: The present disclosure broadly relates to a novel process for the recovery of rare earths oxides from phosphors, fluorescent lamps and light bulbs, cathode ray tubes and other industrial wastes containing rare earths elements in the form of halophosphates, tri-band phosphors and other fluorescent materials, the process comprising: a) submitting the wastes or spent materials to either caustic fusion or hot alkaline leaching; b) submitting the solidified melt to hot alkaline leaching step to produce insoluble solid residues and a barren alkaline leaching solution; c) crystallizing the tri-sodium phosphate from the barren solution; d) oven-drying or calcining the residues; e) acid leaching the oven-dried or calcined solids; f) recovering the cerium (IV) oxide from insoluble solids; g) reducing the cerium-free solution, precipitating, acid leaching, calcining and recovering the europium (III) oxide; h) precipitating the remaining rare earths as oxalates; i) calcining the rare earths oxalates and dissolving the rare earths oxides in acid; j) separating the yttrium, gadolinium, terbium and erbium by ion exchange (IX) or solvent extraction (SXX); h) precipitating and calcining to yield pure yttrium (III) oxide, gadolinium (III) oxide, terbium (III, IV) oxides, and erbium (III) oxide; i) regenerating and recycling the spent alkaline solution after causticization with calcium oxide or hydroxide.

FIG. 1



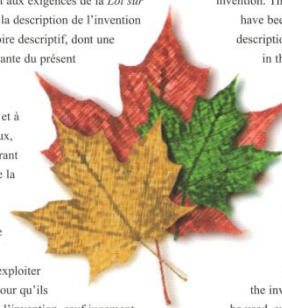
Office de la propriété intellectuelle du Canada  
 Un organisme d'Industrie Canada

Canadian Intellectual Property Office  
 An Agency of Industry Canada

## Brevet canadien / Canadian Patent

Le commissaire aux brevets a reçu une demande de délivrance de brevet visant une invention. Ladite requête satisfait aux exigences de la Loi sur les brevets. Le titre et la description de l'invention figurent dans le mémoire descriptif, dont une copie fait partie intégrante du présent document.

Le présent brevet confère à son titulaire et à ses représentants légaux, pour une période expirant vingt ans à compter de la date du dépôt de la demande au Canada, le droit, la faculté et le privilège exclusif de fabriquer, construire, exploiter et vendre à d'autres, pour qu'ils l'exploitent, l'objet de l'invention, sauf jugement en l'espèce rendu par un tribunal compétent, et sous réserve du paiement des taxes périodiques.



The Commissioner of Patents has received a petition for the grant of a patent for an invention. The requirements of the Patent Act have been complied with. The title and a description of the invention are contained in the specification, a copy of which forms an integral part of this document.

The present patent grants to its owner and to the legal representatives of its owner, for a term which expires twenty years from the filing date of the application in Canada, the exclusive right, privilege and liberty of making, constructing and using the invention and selling it to others to be used, subject to adjudication before any court of competent jurisdiction, and subject to the payment of maintenance fees.

BREVET CANADIEN **2,878,486** CANADIAN PATENT

Date à laquelle le brevet a été accordé et délivré

2016/02/09

Date on which the patent was granted and issued

Date du dépôt de la demande

2013/11/08

Filing date of the application

Date à laquelle la demande est devenue accessible au public pour consultation

2014/05/15

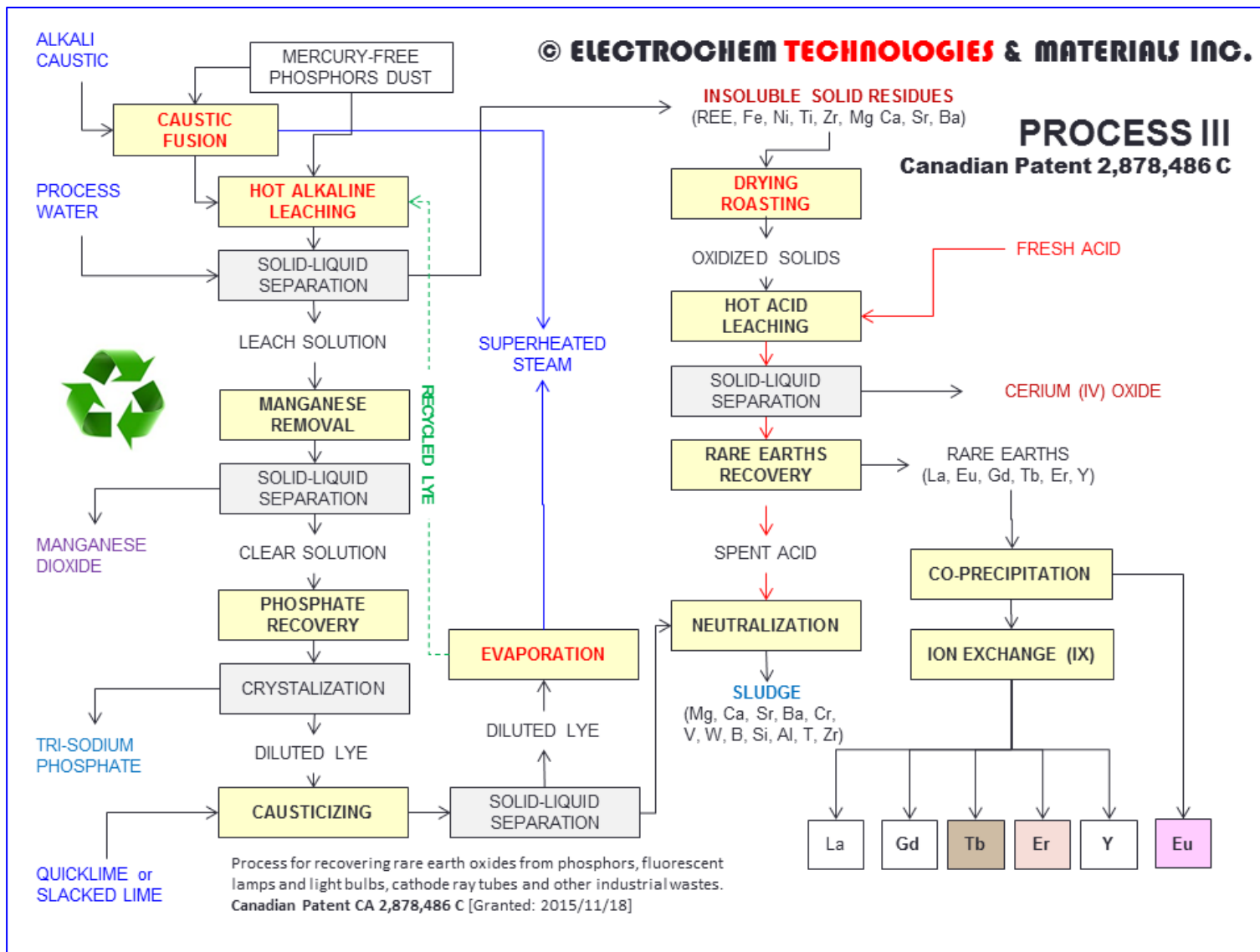
Date on which the application was made available for public inspection

Commissaire aux brevets / Commissioner of Patents



3256 (CIPO 91) 09/15







## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### OUTLINE

1. Introduction
2. Background and current situation
3. Challenges
4. Recycling vs. Mining
5. Pilot testing
6. Performances
7. Products
8. Technical benefits
9. Environmental benefits
10. Economic benefits
11. Materials sourcing policy
12. Press Releases

### SOMMAIRE

1. Introduction
2. Fondements et situation actuelle
3. Les défis
4. Le recyclage vs. Projet minier
5. Essais pilotes
6. Les performances
7. Les produits
8. Les avantages technologiques
9. Les avantages environnementaux
10. Les avantages économiques
11. Politique d'approvisionnement
12. Coupures de presse



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 1. INTRODUCTION

Since 2011, the Montreal-based Canadian corporation **ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC.** did processed at its facilities located in Boucherville, Québec, phosphors powder from the recycling of spent fluorescent lamps to extract rare earth metal oxides.

This novel chemical process addresses the recovery of rare earth metal oxides such as terbium, europium, yttrium, lanthanum and cerium oxides from the phosphors powder originating from the recycling of end-of-life fluorescent lamps and light bulbs, cathode ray tubes and other industrial wastes containing rare earths elements in the form of halophosphates, tri-band phosphors and other fluorescent materials.

The process consists to perform a caustic fusion followed by the hot alkaline leaching of the solidified melt. Then tri-basic sodium phosphate is recovered by crystallization. The left-over solid residues are acid leached to recover cerium. After reduction, europium is obtained. The remaining lanthanum, yttrium, gadolinium, terbium, and lutetium are separated by ion exchange to yield the pure oxides;. Finally, alkaline solution is recycled back to the upstream process by causticizing with lime.

The patented process and enforced in Canada was invented by Francois CARDARELLI and it is entitled [Process for recovering rare earth oxides from phosphors, fluorescent lamps and light bulbs, cathode ray tubes and other industrial wastes](#) Canadian Patent CA 2,878,486 C [[PDF file \(1.84 MB\)](#)].

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 1. INTRODUCTION

Depuis 2011, la compagnie canadienne **ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC.** basée a Montréal, a traité à ses installations situées à Boucherville, Québec, des poudres de luminophores pour la recuperation des terres rares.

Ce nouveau procédé chimique concerne la récupération des oxydes de métaux des terres rares tels que les oxydes de terbium, d'europium, d'yttrium, de lanthane et de cérium à partir de la poudre de luminophores provenant du recyclage des lampes fluorescentes et des ampoules électriques en fin de vie, des tubes à rayons cathodiques et d'autres déchets industriels contenant éléments de terres rares sous forme d'halophosphates, de luminophores tri-bandes et d'autres matériaux fluorescents.

Le procédés consiste à soumettre les déchets à une fusion caustique et ensuite d'effectuer la lixiviation alcaline de la masse solidifiée. Le phosphate de sodium est extrait par cristallisation à partir de la solution. La lixiviation acide permet de récupérer l'oxyde de cérium (IV). Après réduction, il est possible récupérer l'oxyde d'europium. Les terres rares restantes sont séparées par échange d'ions et fournissent les oxydes purs d'yttrium, de gadolinium, de terbium et de lutétium. Enfin, la solution alcaline est recyclée après caustification avec de la chaux vive.

Le procédé breveté et en vigueur au Canada a été inventé par François CARDARELLI porte la dénomination: [Process for recovering rare earth oxides from phosphors, fluorescent lamps and light bulbs, cathode ray tubes and other industrial wastes](#) Brevet Canadien CA 2,878,486 C, [[Fichier PDF \(1.84 Mo\)](#)].



**RARE EARTH RECYCLING**  
from fluorescent lamps

**RECYCLAGE DES TERRES RARES**  
à partir des lampes fluorescentes

**PECULIAR CANADIAN SITUATION**

**1,000,000** of 4-ft linear fluorescent tubes = **5.90** tonnes phosphors powder

**1,000,000** of compact fluorescent bulbs = **2.90** tonnes phosphors powder

**105 million** End-of-Life fluorescent linear tubes per year are discarded

**ca. 620 tonnes of phosphor powders**  
to recapture in Canada



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 2. BACKGROUND and CURRENT SITUATION

- From our market review it is estimated that 620 tons of mercury phosphors powder are currently by-produced annually in Canada coast-to-coast from the recycling of end-of-life fluorescent lamps.
- The Canadian situation, by contrast with other jurisdictions such as the USA and the European Union (EU), is even worst as it is estimated that only 25 percent of the mercury phosphor powder currently by-produced annually are simply disposed as hazardous waste and discarded into smelting facilities in Québec and British Columbia to end up as hazardous slags in tailings and landfills nationwide.
- Only a handful of Canadian lamp recyclers are environmentally proactive already recycling 16% of lamps Canada wide and recovering a clean glass product reused in various industries and storing all the contained mercury phosphors powder for future processing.
- The commercial value of their mercury contaminated phosphors powder is unfortunately very low with an offered purchasing price per ton way below the value of heavy rare earth oxides contained.
- However, the current depressed market for certain rare earth especially terbium and europium oxides precludes our commercial deployment toward production until the prices return to acceptable levels unless incentives to pay for recycling the critical metals from such wastes are put in place by related governmental agencies.

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 2. FONDEMENTS et SITUATION ACTUELLE

- D'après une étude de marché, nous estimons que 620 tonnes de poudre de luminophore contenant du mercure sont actuellement produites annuellement au Canada d'un océan à l'autre lors du recyclage des lampes fluorescentes.
- La situation au Canada, contrairement à d'autres juridictions telles que les États-Unis et l'Union européenne (UE), est encore pire car on estime que seulement 25% de la poudre de luminophore de produite annuellement sont simplement éliminés en tant que déchets dangereux et jetés dans des fonderies au Québec et en Colombie-Britannique pour devenir des scories dangereuses dans les résidus et les décharges à l'échelle nationale.
- Seule une poignée de recycleurs canadiens de lampes fluorescentes sont proactifs sur le plan environnemental, recyclant déjà 16% des lampes à l'échelle du Canada et récupérant un produit en verre propre réutilisé dans diverses industries et stockant toute la poudre de luminophore avec du mercure contenue pour un traitement futur.
- La valeur commerciale de la poudre de luminophore contaminée au mercure est malheureusement très basse avec un prix d'achat offert la tonne bien de deçà du prix basé sur la valeur des oxydes de terres rares lourds contenus.
- Cependant, le marché actuel déprimé des prix des terres rares, en particulier le terbium et l'europium, retarde notre déploiement commercial jusqu'à ce que les prix reviennent à des niveaux acceptables à moins que des incitatifs financiers soient mis en place pour la récupération des métaux critiques par les instances gouvernementales concernées.



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

**PHOSPHORS POWDER vs. ORES and CONCENTRATES**

COMPANY	MOLYCORP	NIOBEC	CBMM	GREAT WESTERN	PHOSPHORS POWDER	HREO CONC.
LOCATION	Mountain Pass, USA	St-Honoré, Canada	Araxa, Brazil	Steenkampskraal, South Africa	Lamps recyclers	Electrochem
TREO (wt.%)	6.57	1.73	4.21	14.0	15 to 25	<b>97</b>
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.007	none	0.047	0.579	10.0-15.0	<b>80</b>
CeO <sub>2</sub> +La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.40	1.26	3.26	9.25	3.0-5.0	<b>10</b>
Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.070	0.007	0.014	0.009	0.50-2.00	<b>5.0</b>
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.040	0.001	0.003	0.030	0.50-1.80	<b>5.0</b>
Basket price (2016)	\$17.3/kg	\$25.4/kg	\$21.3/kg	\$26.33	\$8.00/kg	\$60.00/kg

1 tonne of europium (or terbium) oxide	= 14,285 tonnes of bastnaesite ore	(70 mg/kg)
	= 200 tonnes of phosphor powder	(5,000 mg/kg)
1 tonne of yttrium oxide	= 15,000 tonnes of bastnaesite ore	(70 mg/kg)
	= 10 tonnes of phosphor powder	(10 wt.%)



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 3. CHALLENGES



- To extract terbium, europium and lutetium and in a lesser extent yttrium, lanthanum and cerium while also recovering and monetizing the sodium phosphate and sodium silicate as co-products.
- To be applicable to a plethora of phosphors powders in order to mitigate the sourcing
- To utilize affordable and available chemicals (e.g., sodium hydroxide)
- To rely on a nearby source of chemicals and raw material to reduce transportation costs
- To limit both water and energy consumptions
- To minimize the carbon foot print
- To use existing industrial equipment off-the-shelves (e.g., shaft and rotary kilns, digesters)
- To implement a cost affordable and proven technologies
- To facilitate a rapid commercial deployment
- To become highly profitable after commissioning by monetizing all metal values

### 3. LES DÉFIS



- Extraire tout le terbium, l'europium, l'yttrium, le cérium et le lanthane ainsi que le phosphate de sodium
- Doit être applicable à de nombreuses autres sources afin de sécuriser l'approvisionnement
- Doit reposer sur l'utilisation de produits chimiques peu dispendieux et disponibles (e.g., soude caustique)
- Accès à une source locale pour ces produits afin de minimiser l'impact des coûts de transport
- Réduire drastiquement la consommation d'eau et d'énergie
- Minimiser l'empreinte carbone
- Utiliser des infrastructures et des équipements industriels existants
- Technologie abordable et prouvée.
- Facile et rapide à implémenter commercialement
- Doit être très profitable rapidement après le démarrage tout en valorisant tous les métaux



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 4. RECYCLING vs. MINING

## RECYCLING vs. MINING

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 4. RECYCLAGE vs. PROJET MINIER

	RECYCLING RARE EARTH	RARE EARTH MINING
<b>CAPEX</b>	Low capital investment \$2M to \$5M	Very high CAPEX \$200M to \$500M
<b>FEEDSTOCK</b>	Powder contains from 16 to 25 wt.% heavy rare earth	Low grade concentrates contains only light rare earth with few mg/kg heavies
<b>OCCUPATIONAL HEALTH</b>	No radioactivity	<b>Radioactivity issues</b> and disposal of hazardous wastes
<b>RAMP-UP</b>	Few months before commissioning	5 to 10 years before a new mine opens
<b>IMPLEMENTATION</b>	Fast	Long
<b>PROFITABILITY</b>	Payback time less than a year	Payback time up to 5 years
1 tonne of terbium oxide	Only 200 tonnes of phosphors powder	At least 14,285 tonnes of ore (Run-of-Mine)
1 tonne of yttrium oxide	Only 10 tonnes of phosphors powder	At least 15,000 tonnes of ore (Run-of-Mine)

	RECYCLAGE DES TERRES RARES	MINE DE TERRES RARES
<b>INVESTISSEMENT</b>	Faible investissement en capital \$2M et \$5M	Très important \$200M a \$500M
<b>MATIERE PREMIERE</b>	La poudre contient de 16 a 25% de terres rares lourdes	Les concentrés contiennent essentiellement des terres rares légères
<b>HYGIENE INDUSTRIELLE</b>	Aucune radioactivité	<b>Déchets radioactifs</b> qui doivent être enfouis
<b>DEMARRAGE</b>	Quelques mois	De 5 a 10 ans pour l'ouverture d'une mine
<b>INSTALLATION</b>	Rapide à cause de la petitesse	Très importantes
<b>PROFITABILITE</b>	Retour sur investissement < 1 an	Retour sur investissement jusqu'à cinq ans
1 tonne d'oxyde de terbium	Nécessite seulement 200 tonnes de poudre de luminophores	Au moins 14,285 tonnes de minerai
1 tonne d'oxyde d'yttrium	Nécessite seulement 10 tonnes de poudre de luminophores	Au moins 15,000 tonnes de minerai



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 5. PILOT TESTING

The pilot testing of the process was performed successfully in-house during 2016 at **ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC.** facilities located in Boucherville, Qc, Canada. This using our proprietary equipment's such as a 12 kW shaft kiln, 30-Liter nickel crucible and 25-Liter fused quartz crucible along with our 60-Liter caustic digestion vessel.

The nameplate processing capacity was only 25 kg per day of retorted phosphors powders, that is, an annual nameplate capacity of 8.75 tonnes of phosphors powder if such process was carried-on 350 days in a row with sufficient raw material, enough chemicals, and staff.

Larger furnaces for processing batches above 1000 kg were identified but they will require additional investment and workforce.

- Prototype and semi-pilot campaigns completed
- Recovery of cerium, lanthanum, terbium, and europium oxides
- Sodium hydroxide consumption close to stoichiometry
- Reduced water consumption
- Recovery of tri-sodium phosphate ( $\text{Na}_3\text{PO}_4$ ) as co-product
- Benchmarking of retorted phosphors powders (Canada, USA and EU)
- Preliminary costs and benefit analysis (CAPEX and OPEX)
- Preliminary discounted cash flow financial analysis.

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 5. ESSAIS PILOTES

Les essais pilotes ont été effectués avec succès depuis 2016 dans les installations d'**ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATÉRIAUX INC.** situées à Boucherville, Qc, avec nos équipements exclusifs comme le four de 12kW, nos creusets de 30 litres en nickel et de 25 litres en quartz et notre digesteur de 60 litres qui nous permet d'effectuer toutes les opérations unitaires requises par ce procédé chimique vert et innovant.

La capacité de traitement était seulement de 25 kg par jour de poudre de luminophores, cela correspond à une capacité nominale annuelle de 8.75 tonnes si la production est effectuée 350 jours en ligne avec suffisamment de matière première, de réactif et de personnel. Des équipements plus grand permettant de recycler 1000 kg par jour ont été identifiés mais cela requiert un investissement en capital supplémentaire.

- Campagnes prototypes and semi-pilotes complétées
- Récupération du terbium, europium, lanthane, cérium et yttrium
- Consommation de soude proche de la stœchiométrie
- Consommation d'eau réduite au minimum requis
- Récupération du phosphate de sodium
- Analyse technico-économique préliminaire (Investissement en capital, cout d'exploitation)
- Analyse financière préliminaire par analyse des flux de trésorerie actualisés.



## RARE EARTH RECYCLING

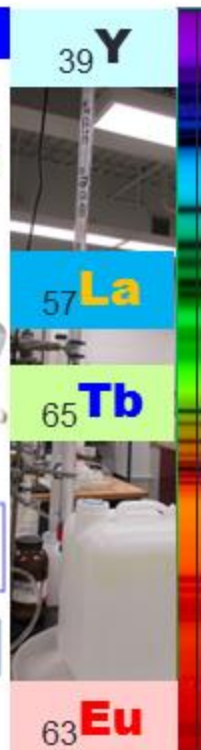
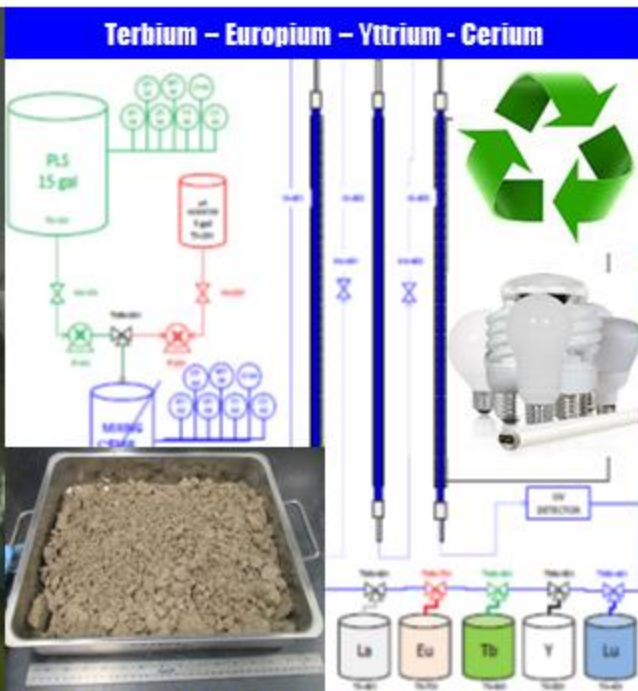
from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

# COMPLEX CHEMISTRY OF PHOSPHORS POWDER

ANION CHEMICAL GROUP	CRYSTAL STRUCTURE	COMPOUNDS
INERT SILICATE MATRIX	Amorphous	Soda-lime glass
HALOPHOSPHATES	Fluoro-apatite structure	$\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:\text{Eu}^{2+}$ $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}, \text{Cl}):\text{Sb}^{3+}, \text{Mn}^{2+}$
PHOSPHATES	Xenotime structure	$(\text{Ce}, \text{La})\text{PO}_4:\text{Tb}^{3+}$ LAP
	Monazite structure	CAT
ALUMINATES	Spinel structure	$\text{CeMgAl}_{11}\text{O}_{19}:\text{Tb}^{3+}$ BAM
		$\text{BaMg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27}:\text{Eu}^{2+}$ YOX
OXIDES AND OXYSULFIDES	Corundum structure	$\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{2+}$ and $\text{Y}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Eu}^{2+}$ CBT
BORATES	Colemanite structure	$(\text{Gd}, \text{Mg})\text{B}_5\text{O}_{10}:\text{Ce}^{3+}\text{Tb}^{3+}$
	Borax structure	$\text{SrB}_4\text{O}_7:\text{Eu}^{2+}$
VANADATES	Xenotime structure	$\text{Y}(\text{P}, \text{V})\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$
		$\text{YVO}_4:\text{Eu}^{2+}$



**RECYCLING RARE EARTH - RECYCLAGE DES TERRES RARES**





## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 6. PERFORMANCES

- Low caustic soda consumption
- Separation of terbium and europium
- Low water consumption
- Low CO<sub>2</sub>-emissions
- Recycling of waste streams



### 7. PRODUCTS

- Rare earth metal oxides
- Tri-sodium phosphate
- Sodium silicate

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

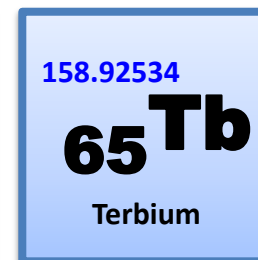
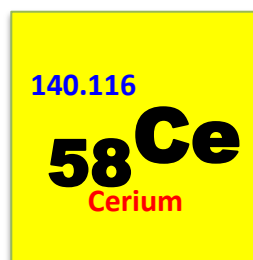
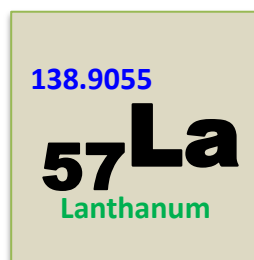
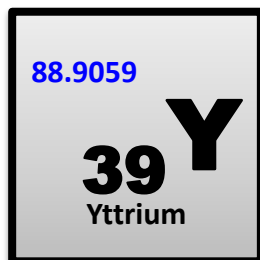
### 6. PERFORMANCES

- La faible consommation de soude
- Production horaire élevée
- Faible consommation d'eau
- Moins d'émissions de CO<sub>2</sub>
- Recyclage des effluents



### 7. PRODUITS

- Oxydes de terres rares
- Phosphate de sodium
- Silicate de sodium





## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 8. TECHNICAL BENEFITS

- Disruptive robust process applicable to various feeds.
- The novel process is and allows to recover all the valuable rare earths individually (Y, Eu, Tb) and to generate co-products such as sodium silicate and sodium phosphate.
- Profitability is ensured because all the material and metal values are monetized while targeting a zero discharge approach.



### 9. ENVIRONMENTAL BENEFITS

- No more phosphors powder disposed in landfills
- Reduced number of chemicals involved
- Low water and energy consumption
- Low energy consumption
- Sustainable technology
- Recycling of various streams
- Reduces wastes volumes
- Small foot-print

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 8. LES PERFORMANCES

- Technologie innovante applicable à de nombreuses matières premières.
- Le nouveau procédé permet de récupérer individuellement toutes les terres rares (Y, Eu, Tb) et de générer des coproduits tels que le silicate et le phosphate de sodium.
- La rentabilité est assurée car toutes les valeurs de matériaux et de métaux sont monétisées tout en visant une approche zéro rejet.



### 9. LES AVANTAGES ENVIRONNEMENTAUX

- Plus de déchets à enfouir
- Nombres de produits chimiques réduits
- Faible consommation d'eau et d'énergie
- Technologie propre
- Recyclage des intrants
- Réduction du volume des déchets
- Faible encombrement au sol



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 10. ECONOMIC BENEFITS

- COSTS & BENEFITS
  - Low CAPEX and low OPEX
  - High profitability
- COMMERCIAL DEPLOYMENT
  - Existing industrial equipment
  - Modular design
  - Fast implementation
  - Rapid expansion
- COMPETITIVE ADVANTAGE FROM ELECTROCHEM
  - Materials selections and equipment
  - Pilot testing & training of staff
  - Exclusive technical support on-site
  - Agreement with Canadian lamp recycler



### 10. LES AVANTAGES ECONOMIQUES

- COUTS ET BÉNÉFICES
  - Faible investissement en capital et OPEX
  - Profitabilité élevée
- DÉPLOIEMENT COMMERCIAL
  - Équipements disponibles commercialement
  - Conception modulaire
  - Installation rapide
  - Agrandissement rapide
- AVANTAGES COMPÉTITIFS OFFERT PAR ELECTROCHEM
  - Sélections des matériaux et des équipements
  - Essais pilotes & formation du personnel
  - Support technique exclusif sur site
  - Accord avec recycleur canadien





## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 11. NEWS RELEASES

NEW YORK CITY, NY – June 1st, 2014 – The American trade magazine CHEMICAL ENGINEERING ([www.che.com](http://www.che.com)) has just published its June 2014 issue including a press release describing the novel metallurgical process and entitled - [A process that recovers rare-earth elements from "urban mining"](#) - written by Gerald Ondrey [[PDF file \(49 kB\)](#)]. The article is published in the **CHEMENTATOR** section on page 12.

### 11. COUPURES DE PRESSE

NEW YORK CITY, NY – June 1st, 2014 – The American trade magazine CHEMICAL ENGINEERING ([www.che.com](http://www.che.com)) has just published its June 2014 issue including a press release describing the novel metallurgical process and entitled - [A process that recovers rare-earth elements from "urban mining"](#) - written by Gerald Ondrey [[PDF file \(49 kB\)](#)]. The article is published in the **CHEMENTATOR** section on page 12.

CHEMENTATOR

### A process that recovers rare-earth elements from 'urban mining'

Electrochem Technologies & Materials Inc. (Montreal, Canada; [www.electrochem-technologies.com](http://www.electrochem-technologies.com)) has recently patented a process for recovering rare-earth elements (REEs) from mercury phosphor powders — a byproduct from recyclers of fluorescent lamps and light bulbs. This technology offers a sound and profitable alternative for the production of REEs compared to the mining of low-grade ores, which requires large tonnage operations, says company president, Francois Cardarelli. Such mining operations have both high operating and capital costs, and unavoidably produce radioactive wastes, he says.

In contrast, Electrochem's "urban mining" technology can secure the supply of affordable REEs, especially coast-to-coast in North America, where several tons of REE-rich phosphor powders are generated monthly by recyclers. Moreover, because of the limited number of REEs present and the very small-scale operation required (50 to 300 kg/wk of mercury-phosphor dust), existing and well-known REE separation technologies can be used directly downstream without impacting the operating costs significantly, says Cardarelli.

In Electrochem's process (flowsheet) Hg is first removed by vacuum retorting. The Hg-free dust is then digested in a molten alkali hydroxide at 300–800°C, followed by a caustic fusion step, in which the melt resides less than 1 h in a batch furnace or a continuous rotating kiln. In this step, essentially all of the phosphate, silicates, aluminates, vanadates, chromates and borates, along with some manganese are separated. The solidified melt is then treated with an aqueous alkaline solution,



which leaches out the P, Si, Al, B, Cr and V from the insoluble solid residues. Undissolved solids, including REEs with some Fe, Ni, Ti, Mg, Ca, Sr and Ba are filtered out, washed, oven dried and eventually calcined to oxidize Ce(III) to Ce(IV). The solids are then hot-acid leached, leaving behind the insoluble cerium (IV) oxide. The REEs (Y, La, Eu, Gd, Tb, and Er) remain in the pregnant leach solution, and are subsequently recovered by selective precipitation and ion exchange.

The process has been tested at a kilogram-scale prototype with materials originating from foreign and Canadian lamp recyclers, achieving 98–99% recovery of the REEs, says Cardarelli. A preliminary cost analysis indicate that REEs can be extracted for as low as \$7/kg of mercury phosphor dust, while the "basket value" of REEs contained can be as high as \$95/kg of dust, he says.

(Continued from p. 9)

Research from ETH Zurich (Switzerland; [www.ethz.ch](http://www.ethz.ch)), led by professor Hyung Gyu Park. The membrane is made of a double layer of graphene in which precisely defined pores are etched by the operating technique known as focused ion-beam milling. The beam of helium or gallium ions can be controlled to create the desired number and size of pores in the graphene. Potential applications include gas separation, water filtration and even waterproof clothing, since the light, flexible membrane is said to be a thousand times more breathable than Gore-Tex. (For more on graphene, see pp. 13–17).

#### Curing EPDM rubber

Researchers from Lanxess AG (Cologne, Germany; [www.lanxess.com](http://www.lanxess.com)) have shown that zeolites can be used as a new co-activator for resin curing, enabling both high cure speeds and high curing efficiency. The company says resin curing opens up an

(Continues on p. 12)

#### NEW WATER-TREATMENT SYSTEM

(Continued from p. 9)

a medium-pressure RO membrane system (flowrate of 600 m<sup>3</sup>/d). The dilution of seawater with the low-concentration brine from the sewage treatment process makes it possible to use the medium-pressure RO for desalination. As a result, power savings of more than 30% are possible

due to the reduction of electricity needed for pumping water, compared to a high-pressure RO system. The dilution of seawater also reduces the size of the UF treatment needed, thereby lowering investment costs by 30% says NEDO.

The produced water can be supplied to the surrounding industrial facilities and used, for example, as boiler feedwater at the Kyushu Electric Power Co.



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### 12. MATERIALS SOURCING POLICY

Sometimes, concentrates of columbite-tantalite, pyrochlore, scheelite and wolframite originating from Central Africa and South America are mined and sold illegally and referred to as “**Conflict Minerals**”. Some of these Conflict Minerals can make their way into the supply chains of the products used around the world.

Therefore it is a **strict policy** at ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. **to avoid sourcing and purchasing** Conflict Minerals from conflict-affected regions and high-risk areas as defined by OECD guidance.

Therefore, as part of ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. commitment to corporate responsibility and respecting human rights, ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. **refuses to purchase suspicious material that could be possibly linked to Conflict Minerals** and only purchases raw materials and residues originating from Canada, The United States (USA), and the Europe Union (EU) from well established traders in the mining industry that are in good standing regarding such regulations.

Moreover as some niobium and tantalum concentrate sometimes could contain naturally occurring radioactivity materials (NORM) originating from their natural content of thorium and uranium and their decaying radionuclides that are classified by United Nations (UN) as Radioactive Dangerous Goods of Class 7 ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. is **NOT permitted to process nor to purchase radioactive materials** and therefore it will require from potential suppliers to comply and to provide an official certificate that guarantee that the raw materials are not classified as radioactive nor they contains harmful impurities above regulation limits such as but not restricted to: Cd, Hg, As, Sb, Bi, Se, Te, Pb, Tl.

In support of this sourcing policy, ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. exercises responsible due diligence with potential suppliers and encourages its current suppliers to do likewise with their suppliers. ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. provides and expects its suppliers to cooperate fully in providing certificate of origin to confirm that none of the products in its supply chain contains Conflict Minerals nor is radioactive.

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### 12. POLITIQUE D'APPROVISIONNEMENT

Parfois, des concentrés de columbite-tantalite, de pyrochlore, de scheelite et de wolframite originaires d'Afrique centrale et d'Amérique du Sud sont extraits et vendus illégalement sous le nom de «**minerais de zones de conflit**». Certains de ces minéraux provenant de zone de conflit peuvent se retrouver dans les chaînes d'approvisionnement des produits utilisés dans le monde.

Par conséquent, ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. a pour politique stricte **de ne pas s'approvisionner et ni d'acheter** des minéraux ou concentrés provenant de régions touchées par les conflits et de zones à haut risque, telles que définies par les directives de l'OCDE.

Par conséquent, dans le cadre de son engagement envers la responsabilité sociale et le respect des droits de la personne, ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. **refuse d'acheter de la matière première suspecte et susceptible d'être lié à minéraux provenant de zone de conflit** et achète uniquement des matières premières et des résidus provenant du Canada, des États-Unis et de l'Union européenne (UE) auprès d'opérateurs bien établis dans l'industrie minière et en règle vis-à-vis de ces réglementations.

En outre, certains concentrés de niobium et de tantale pouvant parfois contenir des matières de radioactivité d'origine naturelle (MRN) provenant de leur contenu naturel en thorium et en uranium et de leurs descendants radionucléides et sont classés dans la catégorie 7 des matières dangereuses radioactives selon l'ONU. ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. **n'est pas autorisé à traiter ni à acheter des matières radioactives**. Il sera donc demandé aux fournisseurs potentiels de s'y conformer et de fournir un certificat officiel garantissant que les matières ne sont pas classées comme radioactives ni ne contiennent des impuretés nocives au-delà des seuils réglementaires comme mais ne se limitant pas à: Cd, Hg, As, Sb, Bi, Se, Te, Pb, Tl.

En appui de cette politique d'approvisionnement, ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. exerce une diligence raisonnable auprès des fournisseurs potentiels et encourage ses fournisseurs actuels à faire de même avec leurs propres fournisseurs. ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC. fournit et attend de ses fournisseurs qu'ils coopèrent pleinement pour fournir un certificat d'origine afin de confirmer qu'aucun des produits de sa chaîne d'approvisionnement ne contient de minerais de conflit et n'est pas radioactif.



## RARE EARTH RECYCLING

from fluorescent lamps

### CONTACTING INFORMATION



For licensing our patent or business partnership please contact us by email:

[sales@electrochem-technologies.com](mailto:sales@electrochem-technologies.com)

## RECYCLAGE DES TERRES RARES

à partir des lampes fluorescentes

### NOUS CONTACTER



Pour la disponibilité d'une entente de partenariat ou acheter une licence du brevet, veuillez nous contacter par courriel:

[sales@electrochem-technologies.com](mailto:sales@electrochem-technologies.com)

# ELECTROCHEM TECHNOLOGIES & MATERIALS INC.

## HEADOFFICE

2037 AIRD AVENUE, SUITE 201  
MONTRÉAL (QC) H1V 2V9  
CANADA

Corporation Number: 794872-7  
NEQ: 1167876276

## R&D LABORATORY & FACILITIES

75 DE MORTAGNE BLVD C.P. 112  
BOUCHERVILLE (QC) J4B 6Y4  
CANADA