

ICP-OES を用いた自動希釈による リチウム塩中の複数元素の測定

Agilent 5800 VDV ICP-OES と Agilent ADS 2 自動希釈装置による
リチウムイオン電池プリカーサ化学物質の自動分析



著者

Ruby Bradford
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

より持続可能な慣行とエネルギー効率に優れたソリューションへの移行に伴い、質の高いリチウムイオン電池 (LIB) の需要が高まっています。多くの LIB では、水酸化リチウム (LiOH) や炭酸リチウム (Li_2CO_3) などのリチウム塩を含む必須原材料を使用する必要があります。このような化学物質を開発する新たなメソッドが登場し、その抽出プロセスで、塩化リチウム (LiCl) の使用が増加しています。^{1,2} 低品質のプリカーサ化学物質は最終電池の性能に悪影響を及ぼしかねないため、高純度の Li 塩を製造するために、原料である塩 (LiCl) に汚染物質が含まれていないことを精製工場で保証する必要があります。

誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP-OES) は、LIB 関連のサンプルなど、多くの種類のサンプルに含まれる微量元素の高速同時測定に最適な手法です。³ 多くの分析手法と同様に、ICP-OES でも、広い分析範囲にわたる標準溶液を調製する必要がありますし、分析前にはサンプルを希釈しなければならないことがよくあります。どちらのプロセスも時間と労力がかかり、調製や希釈の際に汚染物質やエラーがもたらされる可能性があります。ICP-OES に高度な自動希釈技術を導入することで、正確な結果を保証しながら、サンプルの分析時間を短縮し、人為的ミスリスクを最小限に抑えることができます。

Agilent ICP-OES (および ICP-MS) 向けに特別に設計開発された Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) は、リチウム塩に含まれる複数の微量元素を同時に高速で測定できるようにするものです。検量線作成と希釈のステップを自動化することにより、サンプルの前処理にかかる時間を大幅に短縮して、分析者を開放し、より生産的な作業に集中させることができます。

Agilent 5800 パーティカルデュアルビュー (VDV) ICP-OES と ADS 2 の組み合わせは、大量のサンプルを扱うラボや、効率化を狙うラボに最適です。自動希釈システムは、経験の浅いオペレータがルーチン分析を行う際の有益なサポートとなると同時に、サンプル前処理中のエラーのリスクを事実上、最小限に抑えます。ADS 2 は、Agilent ICP Expert Pro ソフトウェアに完全に統合されていて、メソッド作成を推進し、使用を簡略化して、分析速度を向上させる機能やツールを備えています。以下に、ADS 2 の特徴の一部を紹介します。

- **自動検量線作成**：単一の原液から標準溶液の自動調製。自動検量線作成により、標準溶液の前処理時間を短縮し、廃棄物を最小限に抑え、エラーの発生リスクを軽減することができます。
- **希釈リスト**：分析前に、溶液またはサンプルを、既知の (指定した) 希釈係数で自動的に希釈します。
- **再希釈**：サンプル濃度の測定値が検量線範囲を上回った (範囲外) 場合、または内標準リカバリ限度を超えた場合に発生する自動希釈。
- **サマリー機能**：ソフトウェアの機能の 1 つで、全データの記録を保持しながら、利用可能な繰り返し測定の中から最適な測定結果を選択して表示します。サマリー機能を使用すると、データを簡単に閲覧できるようになり、手作業によるデータ処理やレポート作成の時間を短縮できます。

今回の研究では、ADS 2 自動希釈装置と Agilent SPS 4 オートサンブラを接続した 5800 VDV ICP-OES を使用し、テクニカルグレードの LiCl に含まれる 28 元素を測定しました。これらの元素は、アルミニウム、ヒ素、ホウ素、バリウム、ベリリウム、カルシウム、カドミウム、コバルト、クロム、銅、鉄、ガリウム、ゲルマニウム、カリウム、リチウム、マグネシウム、マンガン、モリブデン、ナトリウム、ニッケル、鉛、硫黄、アンチモン、ケイ素、ストロンチウム、チタン、バナジウム、亜鉛です。

実験

装置

5800 VDV ICP-OES にアドバンスドスイッチングバルブ (AVS 7)、ADS 2 自動希釈装置、SPS 4 オートサンブラを組み合わせた (図 1)。AVS システムと ADS 2 システムはシームレスに連携して、サンプルのスルーputを最大化し、サンプルの分析時間を向上させ、1 サンプルあたりのコストを削減します。⁴ ADS 2 インライン自動希釈装置は、標準溶液の調製とサンプルの自動希釈を自動的かつ正確に行うことで、分析者の時間とラボの消耗品を節約するために使用されました。ADS 2 と AVS は、統合設計により、希釈が行われていないときに余計な時間がかかるという、他の希釈システムによく見られる欠点を回避しています。装置へのサンプルの自動供給には、Agilent SPS 4 オートサンブラが使用されました。5800 ICP-OES には、SeaSpray ネブライザ、ダブルパスサイクロロニックスプレーチャンバ、Agilent セミデマンタブル VDV トーチ (内径 1.8 mm のインジェクタ付き) を取り付けました。すべての装置は ICP Expert Pro ソフトウェアによりコントロールされていました*。

ICP-OES ワークフロー自動化システムの使用条件はそれぞれ表 1 および 2 のとおりです。



図 1. 一体型 AVS スwitchingバルブ (左)、Agilent Advanced Dilution System ADS 2 (中)、Agilent SPS 4 オートサンブラ (右) が統合された Agilent 5800 VDV ICP-OES。

*ADS 2 は、バージョン 7.7 以降の ICP Expert ソフトウェアに対応しています。

高マトリックス LIB サンプルの長時間の分析でプラズマの堅牢性と安定性を実現するために、5800 VDV ICP-OES は垂直プラズマ、27 MHz で動作するソリッドステート高周波 (SSRF) システム、冷却コーンインタフェース (CCI) を使用します。CCI は、プラズマの冷却されたテールを偏向させ、低温領域で形成される干渉を回避します。そのため、アキシャルビューモードでプラズマを読み取る場合、ほとんどの微量濃度の元素を最小限の干渉効果で測定できます。

表 1. Agilent 5800 VDV ICP-OES およびメソッドパラメータ

パラメータ	設定	
	アキシャル	ラディアル
観測モード	アキシャル	ラディアル
観測位置 (高さ) (mm)	-	6
RF パワー (kW)	1.3	1.1
ネブライザ流量 (L/min)	0.8	0.9
プラズマガス流量 (L/min)	13	
補助ガス流量 (L/min)	1.4	
繰り返し回数	3	
リンス時間 (秒)	0	
リード時間 (秒)	10	5
安定化時間 (秒)	10	4
サンプルポンプチューブ	白-白	
内標準ポンプチューブ	黒-黒	
排液ポンプチューブ	青-青	

表 2. Agilent AVS と ADS 2 のパラメータ

パラメータ	設定
サンプルループサイズ (mL)	1.5
ポンプ流量 - 取り込み (mL/min)	35
ポンプ流量 - 注入 (mL/min)	5
バルブ取り込み遅延 (秒)	13
パルスインジェクタ時間 (秒)	1
プレリンス時間 (秒)	1

標準溶液とサンプル前処理法

単一の標準原液の 27 元素は 1 mg/L、Li は 10 mg/L の濃度で、アジレントの 1000 および 10,000 mg/L 単元素標準液を使用して、10 % HNO₃ で調製しました。分析の測定範囲で標準溶液を作るため、ADS 2 で 10 % HNO₃ を使用し、原液を 100 倍、20 倍、10 倍、1 倍に自動希釈しました。最終的な濃度は、大半の元素で 0、0.010、0.050、0.100、1.000 mg/L、Li については 0、0.100、0.500、1.000、10.000 mg/L でした。ADS 2 の自動化により、エラーを引き起こしやすく、時間のかかる標準溶液の調製を分析者が行う必要がなくなりました。

品質管理 (QC) とバリデーションの目的で、ブランクの 10 % HNO₃ 溶液を定期チェック用ブランク液 (CCB) として使用しました。5 mg/L の Li と 0.500 mg/L のその他すべての元素を含む溶液を、連続較正ベリフィケーション (CCV) として使用しました。この CCV は、Agilent 品質管理用標準 27 と Ga、Ge、Li、S の添加を個別に使用して、標準溶液とは別に調製されたものです。

5 mg/L イットリウム (Y)、50 mg/L ルビジウム (Rb)、50 mg/L テルル (Te)、20 mg/L ビスマス (Bi)、20 mg/L インジウム (In) から成る内標準溶液は、Agilent の単元素標準液を使って、10 % HNO₃ で調製しました。IS は、マトリックス効果やイオン化干渉に対応するために使用されました。

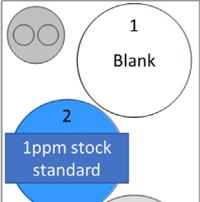
サンプルの前処理は、中国の GB/T 11064.16-2013 国内標準メソッドに概説されている手順に厳密に従って行いました。⁵ 1 % LiCl サンプル溶液を調製するために、0.5 g の 99 % LiCl を正確に秤量し、10 % HNO₃ でゆっくり溶解しました。その後、この溶液を 50 mL にメスアップし、前処理の希釈係数を 100 倍としました。

1 % LiCl サンプルの添加は、0.100 mg/L と 0.250 mg/L で調製しました。

ADS 2 による標準溶液の自動調製

検量線はすべて、ADS 2 の自動検量線作成機能を使って、単一の原液から作成されました。ICP Expert ソフトウェアの完全コントロールの下、ADS 2 により、指定された希釈係数 (100、20、10、1) で原液が希釈され、すべての検量線が作成されました。自動化により、従来の手作業では 1 時間以上かかっていた検量線の作成を 20 分足らずで終わらせることができました。この検量線作成プロセスの大幅な合理化により、分析ワークフローの全体的な効率が向上しました。Cr (R 値=1.0000) の代表的な直線検量線を図 4 に示します。

自動化により、分析者の時間を大幅に節約できるだけでなく、ラボの消耗品の使用量を減らし、廃棄物を最小限に抑えることができます。また、手作業によるサンプル前処理中に起こりうるエラーや汚染のリスクを低減することで、結果の信頼性が高まります。



Position	Dilution factor	Concentration (ppm)
1	Blank	0
2	100x	0.01
2	20x	0.05
2	10x	0.10
2	1x	1.00

図 2. Agilent ADS 2 を使用した、希釈係数の異なる標準原液の自動作成。原液は、Agilent SPS 4 オートサンブラ標準ラック 2 のポジションに設置しました。

再希釈と結果の概要

ADS 2 は、再希釈として知られるプロセスを使用して、サンプル測定を踏まえて溶液を希釈することができます。サンプル測定が最大検量線範囲を超えた場合、または内標準 (IS) が回収率の範囲を超えた場合、ICP Expert ソフトウェアにより、範囲から外れた分析対象物をユーザーが指定した制限範囲内に収めるために必要な希釈係数が自動計算されます (図 3)。

希釈せずに測定した場合、1 % LiCl 中に高濃度の Li が存在するため、イオン化が容易な元素 (EIE) 効果により、ナトリウム (Na) などの元素の信号が増加しました。この増加は、高純度の Cs 緩衝液を追加するか、または IS として Rb を使用することで修正できます (図 3、溶液ラベル「オリジナル」)。ただし、ICP-OES では、IS 比率が 2.0 を超える結果の報告は、一般に認められません。したがって、ソフトウェアで IS 比率の最大値を 2.0 と定めることにより、ADS 2 がオリジナルの溶液を 10 倍に希釈し、比率が 2.0 以下に抑えられました (図 3、溶液ラベル「希釈 - 10」)。その後、当該サンプルが再分析されました。この希釈後の測定値が Na の検量線範囲内ではなかったため、ADS 2 は 2 回目の再希釈を実施し、測定値を濃度範囲内に収めました (図 3、溶液ラベル「希釈 - 100」)。どちらの再希釈ステップも自動的に行われ、分析者からの入力は一切ありませんでした。

Best measurement selected			
Solution Label	Timestamp	Na 1 589.592 nm ppm	Rb 1 780.026 nm Ratio
LP 1% LiCl	1/23/2024 4:58:16 PM	1.27	--
Summary	1/23/2024 4:58:16 PM	1.27	--
Original	1/23/2024 4:51:37 PM	####	2.94
Dilution - 10	1/23/2024 4:53:42 PM	12.23 o	1.92
Dilution - 100	1/23/2024 4:55:53 PM	1.27	1.27

Overrange concentration and IS ratio, requires dilution

Reactive dilution to bring IS ratio within 2 (200%)

Reactive dilution to bring measurement within calibration range

図 3. 内標準比 2.0 未満とオーバーレンジ濃度 Na 589.592 nm の両方の要件を満たすように、Agilent ADS 2 で 1 % LiCl の再希釈を行った例

ICP Expert サマリー機能 (図 3、溶液ラベル「サマリー」) を使うと、既存のデータを上書きしたり、新しいワークシートを作成したりせずに、溶液を再測定できます。情報は、データの概要が分かりやすくなるようにレイアウトされ、再希釈の結果は「サマリー」ヘッダーの下に表示されます。サマリー機能には、利用可能な繰り返し測定の中から各元素の最適な測定値が表示されるので、レポートのデータセットの信頼性が高まります。

指定した希釈リストに基づく自動希釈により、ルーチン分析の生産性が高まります。

最大 400 倍までの希釈能力を持つ ADS 2 では、ソフトウェアで希釈倍率を指定することにより、指定した希釈リストに基づく自動希釈を正確に実行できます。これは、毎日のように希釈を行っているラボに便利な機能で、時間のかかる手作業のステップを日常業務から取り除くことができます。

従来、高純度化学物質に含まれる主要元素や微量元素を ICP-OES で定量するには、EIE の干渉を避けるため、各元素をそれぞれ別々の検量線範囲で測定するために、同じサンプルの複数のサンプルバイアルを前処理する必要がありました。しかし、5800 VDV ICP-OES と ADS 2 では、サンプルの前処理 1 回で、Li を微量元素とともに LiCl で定量できます。

1 % LiCl マトリックスで Li を定量するには、測定値を 0 ~ 10 mg/L 検量線範囲に収めるために、さらに 200 倍の希釈が必要であることが計算で求められました。この溶液は、ADS 2 で指定した希釈リストに基づく希釈を経由して、自動的に調製されました。これにより、溶液を手作業で希釈したり、別の検量線を手作業で用意したりしなくても、1 つのバイアルから 1 つのメソッドを使用して、Li を定量できるようになりました。ADS 2 により、2 つ目のサンプルを手作業で調整する手間が省かれ、プラスチック製サンプルバイアルやプラスチック製ピペットチップ、追加の酸ベースの希釈液など、ラボで使用される追加の消耗品の量が削減されました。

結果と考察

自動検量線作成と直線性

表 3 のとおり、27 元素は 0.010 ~ 1.000 mg/L、Li は 0.100 ~ 10.00 mg/L 検量線を作成しました。個々のキャリブレーションポイントは、ADS 2 を使って、複数の要素で単一の標準原液を自動希釈することにより作成しました。原液は、Li を 10 mg/L、その他の元素すべてを 1 mg/L で調整しました。この原液が 100 倍、20 倍、10 倍、1 倍に自動希釈され、キャリブレーション範囲内で 4 点検量線が作成されました。

0.99986 ~ 1.0000 の相関係数が示すとおり、すべての検量線はこの範囲全体で直線的でした。図 4 に、Co の代表的なスペクトルと検量線を示します。

表 3. 分析対象物、バックグラウンド補正、内標準、および検量線情報

元素と波長 (nm)	観測モード	バックグラウンド補正	検量線範囲 (mg/L)	相関係数	IS と波長 (nm)
Al 237.312	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Te 214.282
As 188.980	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Te 214.282
B 182.577	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Te 214.282
Ba 455.403	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Y 371.029
Be 313.042	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Y 371.029
Ca 396.847	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Cd 226.502	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Y 371.029
Co 238.892	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	In 230.606
Cr 267.716	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Cu 213.598	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Y 371.029
Fe 238.204	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Ga 294.363	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	In 325.609
Ge 209.426	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Te 214.282
K 766.491	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Rb 780.026
Li 670.783	アキシャル	フィッティング	0.100 ~ 10.00	1.00000	Y 371.029
Mg 279.553	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	In 230.606
Mn 257.610	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Mo 202.032	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Na 589.592	ラディアル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99986	Rb 780.026
Ni 216.555	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Pb 220.353	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	In 230.606
S 180.669	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	In 325.609
Sb 217.582	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Te 214.282
Si 251.611	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Te 214.282
Sr 407.771	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	0.99999	Y 371.029
Ti 336.122	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
V 292.401	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029
Zn 202.548	アキシャル	フィッティング	0.010 ~ 1.000	1.00000	Y 371.029

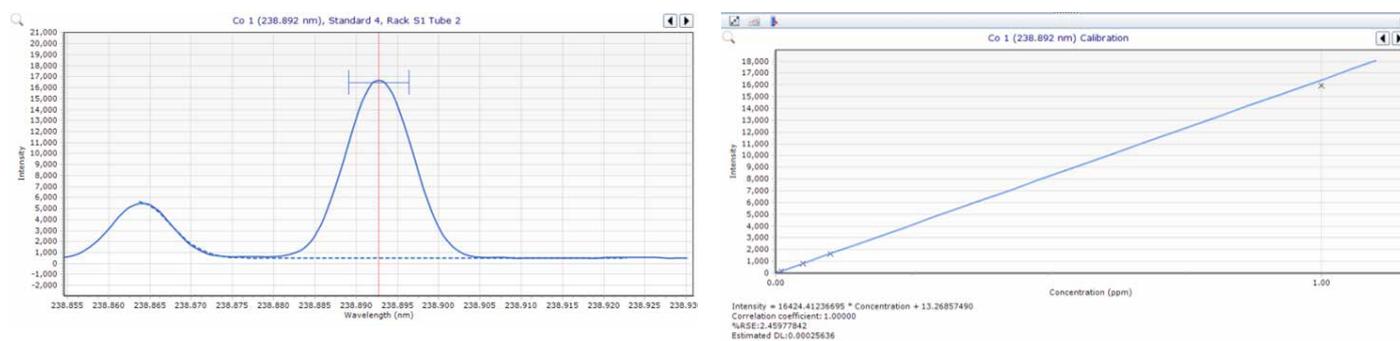


図 4. Co 238.892 nm のスペクトル。相関係数 1.0000、相対標準誤差 3% 未満の自動バックグラウンド補正フィッティング (左) と直線検量線 (右) を使用

メソッド検出下限

メソッド検出下限 (MDL) は、表 1 に示す 5800 VDV ICP-OES 使用条件を使って測定しました。MDL 測定のため、5800 VDV ICP-OES と ADS 2 自動希釈システムを使用して、連続しない 3 日間にわたり、10 % HNO₃ マトリックス中の代表的な 1 % LiCl の 10 個の溶液の分析を 3 回行いました。Li の MDL は、10 % HNO₃ 溶液を分析することにより、別途算出しました。MDL は、10 個の溶液の測定値の標準偏差の 3 倍として計算しました。その後、3 回の測定値が平均され、希釈係数を適用する前と後の両方の値が示されました。

1 % LiCl サンプル中の 28 元素すべての定量結果も表 4 に示します。この表からは、濃度 0.001 mg/L 未満の微量元素がいくつか定量されていること、マトリックス元素 Li が 1000 mg/L を上回ったのは調製済みサンプルバイアル 1 つだけだったことがわかります。

添加回収試験

表 4 に、5800 VDV ICP-OES と ADS 2 を使用して行われた添加サンプルの分析結果を示します。1 % LiCl 溶液に 0.100 と 0.250 mg/L になるように標準溶液を添加しました。添加回収率はすべて、想定濃度の ± 10 % 以内で、LiCl 溶液の分析に使用されたメソッドの正確さを実証しています。すべての添加情報は、希釈係数適用前のもので、1 % LiCl 溶液に存在する添加を代表するものです。

表 4. Agilent 5800 VDV ICP-OES を使用して、LiCl で測定された元素の MDL (サンプル中、および 50 mL 溶液中 0.500 g サンプルとして計算)、定量結果、および添加回収率データ。n=3

元素と波長 (nm)	1 % LiCl			1 % LiCl (0.100 mg/L 添加)		1 % LiCl (0.250 mg/L 添加)	
	サンプルの MDL (mg/kg)	溶液中の MDL (mg/L)	測定値 (mg/L)	測定値 (mg/L)	添加回収率 (%)	測定値 (mg/L)	添加回収率 (%)
Al 237.312	0.46	0.0046	0.0076	0.102	102	0.260	104
As 188.980	0.34	0.0034	<MDL	0.106	106	0.272	109
B 182.577	0.17	0.0018	<MDL	0.103	103	0.265	106
Ba 455.403	0.013	0.00013	0.0031	0.094	94	0.238	95
Be 313.042	0.058	0.00058	<MDL	0.098	98	0.250	100
Ca 396.847	1.0	0.010	0.38	0.091	91	0.237	95
Cd 226.502	0.033	0.00033	<MDL	0.093	93	0.237	95
Co 238.892	0.058	0.00058	<MDL	0.104	104	0.264	106
Cr 267.716	0.051	0.00051	0.00070	0.097	97	0.246	98
Cu 213.598	0.16	0.0016	<MDL	0.090	90	0.233	93
Fe 238.204	0.030	0.00030	0.00159	0.092	92	0.235	94
Ga 294.363	0.13	0.0013	<MDL	0.095	95	0.243	97
Ge 209.426	0.60	0.0060	<MDL	0.098	98	0.253	101
K 766.491	5.0	0.050	0.054	0.104	104	0.265	106
Mg 279.553	0.012	0.00012	0.0011	0.108	108	0.273	109
Mn 257.610	0.014	0.00014	0.00015	0.094	94	0.238	95
Mo 202.032	0.069	0.00069	0.00095	0.099	99	0.252	101
Na 589.592	0.45	0.0045	<MDL	0.098	98	0.247	99
Ni 216.555	0.098	0.00098	0.00116	0.093	93	0.239	95
Pb 220.353	0.37	0.0037	<MDL	0.101	101	0.259	103
S 180.669	0.77	0.0077	0.10	0.097	97	0.254	102
Sb 217.582	0.35	0.0035	<MDL	0.107	107	0.270	108
Si 288.158	0.37	0.0037	0.048	0.105	105	0.263	105
Sr 407.771	0.017	0.00017	0.0050	0.095	95	0.241	96
Ti 336.122	0.014	0.00014	<MDL	0.101	101	0.254	101
V 292.401	0.079	0.00079	<MDL	0.100	100	0.253	101
Zn 202.548	0.15	0.0015	0.045	0.097	97	0.247	99
Li 670.783	0.094*	0.00094**	1632	NA			

* 10 % HNO₃ ブランク溶液から生成

長期安定性

5800 VDV ICP-OES と ADS 2 の安定性評価のため、10 時間にわたり、再検量を行わずに、375 個の溶液の測定を行いました。これらの溶液は、0.5 % LiCl 溶液と、50 mg/L の Li と、それ以外のすべての元素が 5 mg/L の CCB および CCV 溶液から成る QC ブロックで構成されていました。ADS 2 は個々の QC を 10 倍に希釈し、最終濃度をそれぞれ 0.500 と 5.000 mg/L にしました。

図 5 は CCV 回収率のグラフです。この図を見ると、測定前の自動希釈を含む分析全体を通じて、すべての元素の安定性が 100 ± 10 % 以内であることがわかります。測定の回収率のデータと精度 (%RSD は 3 % 未満) は、10 時間にわたる LiCl のルーチン分析に使用された 5800 VDV ICP-OES と ADS 2 メソッドの卓越した堅牢性を実証しています。

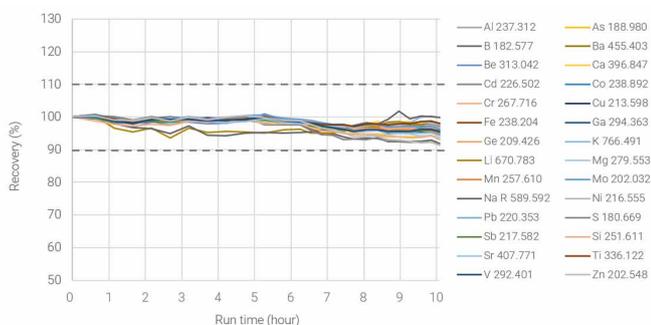


図 5. 10 時間にわたる QC 溶液の回収率

結論

Agilent ADS 2 と統合された Agilent 5800 VDV ICP-OES を使用して、99 % LiCl 固体に含まれる 27 の微量元素不純物とリチウムの定量を行いました。リチウムイオン電池 (LIB) 分野で使用されるリチウムプリカーサ化学物質の生産において、LiCl の使用が増えています。ADS 2 と専用ソフトウェアを使用することで、生産性の向上、手作業によるサンプル前処理の軽減、廃棄物の削減、人為的ミスの回避など、自動化のメリットがもたらされました。5800 ICP-OES と ADS 2 自動化メソッドを併用するメリットには次のようなものがあります。

- 自動検量線作成：原液からの完全自動希釈により、広範囲にわたる濃度の分析対象物を網羅するために、手作業で標準溶液を調製する必要がなくなりました。
- 希釈リスト：Li を検量線範囲の上限である 10 mg/L 以内に収めるため、ADS 2 を使って、1 % LiCl サンプルを 200 倍に自動的に希釈しました。その後、他の溶液を手作業で希釈することなく、1 つのメソッドだけを使用して、Li を定量できました。
- 再希釈：内標準比が 2.0 を超え、ナトリウム濃度が検量線範囲を逸脱すると、ADS 2 により、自動的にサンプルが希釈されます。
- サマリー機能：ソフトウェアの機能で、利用可能な再希釈の再測定結果から、最適な測定結果を選んで表示します。これにより、データを簡単に表示できるようになり、手作業でデータを処理するためにかかる時間が短縮されました。

5800 VDV ICP-OES メソッドでは、質の高い結果が得られました。サンプル内の大半の元素で、MDL は 1 mg/kg 未満でした。27 の元素の標準溶液を 0.100 と 0.250 mg/L 添加しましたが、回収率はすべて 90 ~ 110 % と非常に高い精度を示しました。この装置は 10 時間にわたり卓越した安定性と堅牢性を示し、QC 測定の回収率は 90 ~ 110 % で、平均 %RSD は 3 % 未満でした。

この研究により、ADS 2 を搭載した 5800 が、LiCl のような高マトリックスサンプルの QC 分析に適していることが確認されました。このようなタイプの複雑なサンプルは、LIB 製造プロセスの大半の段階で見られます。ADS 2 自動希釈装置によって強化されたこのメソッドにより、手作業による標準溶液やサンプルの処理が削減され、生産性が向上しました。

参考文献

1. Pan, X.; Dou, Z.; Zhang, T.; Meng, D.; Han, X. Basic Study on Direct Preparation of Lithium Carbonate Powders by Membrane Electrolysis. *Hydrometallurgy* **2020**, *191*, 105193. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.105193>
2. Purification of Industrial Grade Lithium Chloride for the Recovery of High Purity Battery Grade Lithium Carbonate. *Separation and Purification Technology* **2019**, *214*, 168–173. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.05.020>
3. ICP-OES によるリチウムイオン電池材料の元素分析実践ガイド、アジレント技術資料、5994-5489JAJP
4. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, 5994-7211EN
5. GB/T 11064.16-2013, Methods for Chemical Analysis of Lithium Carbonate, Lithium Hydroxide Monohydrate, and Lithium Chloride. Part 16: Determination of the Amounts of Calcium, Magnesium, Copper, Lead, Zinc, Nickel, Manganese, Cadmium, and Aluminum, Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry; National Standard: China, 2013

アジレント部品番号

製品名	部品番号
5000 シリーズ VDV/SDVD ICP-OES 用 Easy Fit 1.8 mm セミデマンタブルトーチ	G8010-60236
ダブルパススプレーチャンバ、ボールジョイントソケットおよび UniFit ドレインアウトレット付きガラス製サイクロニック設計、Agilent 5000 シリーズ ICP-OES 用	G8010-60256
SeaSpray ガラス製同軸ネブライザ、5000 シリーズ ICP-OES 用	G8010-60255
シリンジ、5 mL、ADS 希釈装置 (ICP-OES および ICP-MS キャリア用)	5299-0037
シリンジ、10 mL、ADS 希釈装置 (ICP-OES 希釈液用)	5299-0038
サンプルループ ADS/AVS 1.50 mL 1.00 mm ID 1 個	5005-0425
ポンプチューブ、白/白、12 本	3710034400
ポンプチューブ、黒/黒、12 本	3710027200
ポンプチューブ、青/青、12 本	3710034600

希釈液/キャリアボトルキット、ADS 2 および オートサンブラ用 (6 L、HDPE)	5005-0435
廃液容器キット、10 L、セーフティキャップおよびフィルタ付き	5005-0437
Agilent 多元素品質管理用標準 27	5190-9418
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Al 用、500 mL	5190-8243
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、As 用、500 mL	5190-8247
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、B 用、500 mL	5190-8255
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ba 用、500 mL	5190-8249
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Be 用、500 mL	5190-8251
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Bi 用、500 mL	5190-8253
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ca 用、500 mL	5190-8330
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Cd 用、500 mL	5190-8328
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Co 用、500 mL	5190-8347
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Cr 用、500 mL	5190-8345
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Cu 用、500 mL	5190-8349
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Fe 用、500 mL	5190-8472
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ga 用、500 mL	5190-8458
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ge 用、500 mL	5190-8460
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、In 用、500 mL	5190-8468
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、K 用、500 mL	5190-8504
Agilent 10,000 ppm 単元素標準液、Li 用、500 mL	5190-8409
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Mg 用、500 mL	5190-8482
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Mn 用、500 mL	5190-8484
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Mo 用、500 mL	5190-8488
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Na 用、500 mL	5190-8526
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ni 用、500 mL	5190-8492
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Pb 用、500 mL	5190-8476
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Rb 用、500 mL	5190-8512
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、S 用、500 mL	5190-8530
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Sb 用、500 mL	5190-8245
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Si 用、500 mL	5190-8522
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Te 用、500 mL	5190-8534
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Sr 用、500 mL	5190-8528
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Ti 用、500 mL	5190-8546
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、V 用、500 mL	5190-8552
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Y 用、500 mL	5190-8556
Agilent 1000 ppm 単元素標準液、Zn 用、500 mL	5190-8558

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE83497726

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, March 25, 2024

5994-7179JAJP

