

## ICP-MS/MS によるリチウムイオン電池 原料中の金属不純物の定量

Agilent 8900 ICP-QQQ を用いた  
炭酸リチウム中の 64 元素の高感度で堅牢な分析

### 著者

Tetsuo Kubota

Agilent Technologies, Inc.

### バッテリー電源と蓄電へのニーズの高まり

大容量、高密度のリチウムイオン (Li-ion) 電池の需要は、特に家電製品や電気自動車 (EV)、再生可能発電に関連する蓄電での利用において急速に増加しています。電池の電解液や陰極に使用される炭酸リチウム ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ) などの材料の純度は、最終的なデバイスの性能に大きな影響を与えます。電池部材中の無機不純物の濃度を制御するために、原料のサプライヤーや製造業者は通常、ICP-MS などの感度の高い多元素分析の技術を使用して、化学物質中の微量金属元素の濃度の分析を行います。

m- レンズを備えた Agilent 8900 トリプル四重極 ICP-MS (ICP-QQQ) は、このアプリケーションで優れた堅牢性や感度、干渉除去性能を発揮します。8900 の堅牢なプラズマと m- レンズにより、高マトリックスリチウム塩を 1 回の希釈ステップで測定可能で、複数回の希釈による汚染のリスクを最小限に抑えることができます。64 元素の微量分析を、単一のマルチチューンメソッドを使用して実現しました。8900 の MS/MS 構成により、多原子や同重体、2 価イオン干渉によるスペクトルの干渉を受ける分析対象物の反応の化学的性質を制御することができます (1)。



図 1. リチウムイオン電池パック

### ICP-MS/MS による $\text{Li}_2\text{CO}_3$ の定量分析

高純度の  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  は 2 つの製造業者から購入しました。0.25 g の  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  を 250 g の高純度 1%  $\text{HNO}_3$  (TAMAPURE-AA-100) に溶解し、 $\text{CO}_2$  を脱気するために溶液を 15 分間安定化させました。3 シグマメソッド検出限界 (MDL) は、無添加の  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  サンプルの 3 回の測定値に希釈係数 (1000) を掛けて計算しました。分析対象物の濃度はすべて、 $\text{Li}_2\text{CO}_3$  サンプルの 1 つをスパイクすることによる標準添加メソッド (MSA) によって決定しました。表 1 は、2 つの  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  サンプル中の 64 成分のほぼすべてについて、ng/kg から  $\mu\text{g}/\text{kg}$  レベルの MDL と低濃度値を示したものです。

## MDL と不純物定量の結果

表 1. 分析対象物、MDL、および希釈係数 (x1000) で補正した 2 つの Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> サンプル A と B の不純物濃度。単位はすべて mg/kg

Q1/Q2 分析対象物	セルガス	MDL	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> サンプル A	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> サンプル B
11 -> 11 B	ノーガス	0.032	0.089	0.049
23 -> 23 Na	O <sub>2</sub>	0.055	0.599	2.29
24 -> 24 Mg	O <sub>2</sub>	0.025	0.130	0.254
27 -> 27 Al	O <sub>2</sub>	0.060	0.264	0.687
28 -> 28 Si	H <sub>2</sub>	0.050	32.3	28.4
31 -> 47 P	O <sub>2</sub>	0.016	<MDL	<MDL
32 -> 48 S	O <sub>2</sub>	1.11	8.64	3.19
39 -> 39 K	O <sub>2</sub>	0.020	0.306	0.195
40 -> 40 Ca	H <sub>2</sub>	0.411	14.2	29.0
45 -> 61 Sc	O <sub>2</sub>	0.001	0.001	<MDL
48 -> 64 Ti	O <sub>2</sub>	0.010	<MDL	<MDL
51 -> 67 V	O <sub>2</sub>	0.004	0.043	0.016
52 -> 52 Cr	O <sub>2</sub>	0.001	0.029	0.020
55 -> 55 Mn	O <sub>2</sub>	0.003	0.030	0.044
56 -> 56 Fe	O <sub>2</sub>	0.014	0.207	0.187
59 -> 59 Co	H <sub>2</sub>	0.007	0.042	0.260
60 -> 60 Ni	O <sub>2</sub>	0.010	0.023	0.012
63 -> 63 Cu	O <sub>2</sub>	0.006	0.054	0.037
66 -> 66 Zn	O <sub>2</sub>	0.078	1.12	0.650
71 -> 71 Ga	O <sub>2</sub>	0.003	<MDL	<MDL
72 -> 72 Ge	O <sub>2</sub>	0.001	0.001	0.001
75 -> 91 As	O <sub>2</sub>	0.021	0.225	0.227
78 -> 78 Se	H <sub>2</sub>	0.009	0.022	0.014
85 -> 85 Rb	ノーガス	0.0003	0.001	0.0004
88 -> 88 Sr	ノーガス	0.002	0.014	0.043
89 -> 105 Y	O <sub>2</sub>	0.008	0.173	0.533
90 -> 106 Zr	O <sub>2</sub>	0.007	0.011	<MDL
93 -> 93 Nb	ノーガス	0.0001	0.0001	0.0001
95 -> 95 Mo	H <sub>2</sub>	0.001	<MDL	<MDL
101 -> 101 Ru	O <sub>2</sub>	0.0003	<MDL	<MDL
103 -> 103 Rh	ノーガス	0.0001	<MDL	<MDL
105 -> 105 Pd	H <sub>2</sub>	0.002	<MDL	0.008
107 -> 107 Ag	O <sub>2</sub>	0.001	<MDL	<MDL
111 -> 111 Cd	H <sub>2</sub>	0.002	<MDL	<MDL
118 -> 118 Sn	O <sub>2</sub>	0.001	0.003	0.002
121 -> 121 Sb	ノーガス	0.001	<MDL	0.001

表 1 続く

[www.agilent.com/chem/8900icp-qqq](http://www.agilent.com/chem/8900icp-qqq)

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE05138696

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, October 3, 2022

5994-5341JAJP

表 1 の続き

125 -> 125 Te	ノーガス	0.004	<MDL	<MDL
133 -> 133 Cs	H <sub>2</sub>	0.002	0.007	0.003
137 -> 137 Ba	O <sub>2</sub>	0.011	0.165	0.349
139 -> 139 La	ノーガス	0.002	0.013	0.006
146 -> 146 Nd	ノーガス	0.001	0.001	<MDL
147 -> 147 Sm	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL
153 -> 153 Eu	ノーガス	0.0002	<MDL	<MDL
157 -> 173 Gd	O <sub>2</sub>	0.001	0.001	0.003
159 -> 159 Tb	ノーガス	0.0002	<MDL	<MDL
163 -> 163 Dy	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL
165 -> 165 Ho	ノーガス	0.0001	<MDL	<MDL
166 -> 166 Er	ノーガス	0.0003	<MDL	<MDL
169 -> 169 Tm	ノーガス	0.0001	<MDL	<MDL
172 -> 172 Yb	ノーガス	0.0002	<MDL	<MDL
175 -> 175 Lu	ノーガス	0.0001	<MDL	<MDL
178 -> 178 Hf	H <sub>2</sub>	0.001	<MDL	<MDL
181 -> 181 Ta	ノーガス	0.0003	<MDL	<MDL
182 -> 182 W	ノーガス	0.002	0.009	0.011
185 -> 185 Re	ノーガス	0.0003	<MDL	<MDL
193 -> 193 Ir	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL
195 -> 195 Pt	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL
197 -> 197 Au	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL
208 -> 208 Pb	ノーガス	0.005	0.093	0.075
209 -> 209 Bi	ノーガス	0.0004	<MDL	<MDL
232 -> 232 Th	ノーガス	0.0001	<MDL	<MDL
238 -> 238 U	ノーガス	0.001	<MDL	<MDL

## Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> の純度レベルの確認

Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> サンプル A と B のサプライヤによると、材料の純度はそれぞれ 99.99 % と 99.9 % でした。製造業者の純度要求を確認するために、表 2 に示すように、各サンプルで測定された 64 元素すべての濃度を合計して合計不純物レベルを求めました。全不純物を差し引くと、99.994 % (サンプル A) および 99.993 % (サンプル B) の純度レベルとなり、製造業者が要求する純度が確認されました。本検討により、複雑で高マトリックスの Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> サンプルに含まれている可能性のある幅広い成分の分析に、単一のマルチチェーンメソッドを用いた 8900 ICP-QQQ が適していることが示されました。

表 2. Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> サンプル A および B の計算純度レベル

	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> サンプル A	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> サンプル B
不純物 (mg/kg)	58.9	66.5
純度 (%)	99.994	99.993

1. Handbook of ICP-QQQ Applications using the Agilent 8800 and 8900, Agilent publication [5991-2802EN](#)

