

# Determinación de múltiples elementos en sales de litio mediante dilución automática con ICP-OES

Análisis automatizado de precursores químicos de baterías de iones de litio mediante ICP-OES 5800 VDV Agilent y el diluidor automático ADS 2 Agilent



## Autor

Ruby Bradford  
Agilent Technologies, Inc.

## Introducción

La transición hacia prácticas más sostenibles y soluciones energéticamente eficientes está impulsando la demanda de baterías de iones de litio (LIB) de alta calidad. Muchas LIB requieren el uso de materias primas esenciales, entre ellas sales de litio como el hidróxido de litio (LiOH) y el carbonato de litio (Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Están surgiendo nuevos métodos para desarrollar estos productos químicos, con un uso cada vez mayor del cloruro de litio (LiCl) en el proceso de extracción.<sup>1,2</sup> Para producir sales de Li de gran pureza, las refinerías deben asegurarse de que la sal de origen (LiCl) esté libre de contaminantes, ya que los precursores químicos de baja calidad pueden afectar negativamente al rendimiento de la batería final.

La espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) es una técnica ideal para la medición rápida y simultánea de oligoelementos en muchos tipos de muestras, incluidas las relacionadas con LIB<sup>3</sup>. Al igual que muchas técnicas analíticas, los métodos ICP-OES requieren la preparación de patrones de calibración en un amplio intervalo analítico y, a menudo, las muestras deben diluirse antes del análisis. Ambos procesos pueden requerir mucho trabajo y tiempo, y pueden introducir contaminantes y errores durante la preparación y la dilución. La implantación de la tecnología avanzada de dilución automática para ICP-OES mejora el tiempo de procesamiento de la muestra y minimiza el riesgo de errores humanos, al tiempo que garantiza resultados precisos.

Desarrollado y diseñado especialmente para los instrumentos de ICP-OES (e ICP-MS) Agilent, el sistema de dilución avanzada (ADS 2) Agilent facilita las medidas rápidas y simultáneas de múltiples elementos traza en sales de litio. La automatización de los pasos de calibración y dilución reduce enormemente el tiempo de preparación de muestras, dejando tiempo al analista para que pueda concentrarse en tareas más productivas.

El sistema ICP-OES con Dual View (visión dual) vertical (VDV) Agilent 5800 emparejado con el ADS 2 es ideal para laboratorios que trabajan con un elevado número de muestras o que pretenden mejorar su eficiencia. Los sistemas de dilución automática proporcionan un valioso apoyo a los operadores menos experimentados en la realización de análisis rutinarios, al tiempo que minimizan eficazmente el riesgo de errores durante la preparación de muestras. El ADS 2 está totalmente integrado en el software de control instrumental ICP Expert Pro Agilent e incluye varias funciones y herramientas que mejoran el desarrollo de métodos, la sencillez de uso y la velocidad de análisis. Algunas de las características del ADS 2 son:

- **Calibración automatizada:** calibración en línea totalmente automatizada a partir de una única solución madre. La calibración automatizada reduce el tiempo dedicado a la preparación de patrones, minimiza los residuos químicos y mitiga el riesgo de que se introduzcan errores.
- **Dilución prescriptiva:** dilución automática de soluciones o muestras mediante un factor de dilución conocido (prescrito) antes del análisis.
- **Diluciones reactivas:** diluciones automáticas que se producen si la concentración medida de una muestra está por encima del intervalo de calibración (fuera de intervalo), o si se supera un límite de recuperación de PI.
- **Fila de resumen:** función de software que selecciona el mejor resultado de medición para mostrar las iteraciones disponibles, al tiempo que conserva un registro de todos los datos. La fila de resumen permite una visualización sencilla de los datos y reduce los tiempos de procesamiento manual de datos/informes.

En este estudio, se utilizó ICP-OES 5800 VDV con un diluidor automático ADS 2 y un muestreador automático SPS 4 Agilent para determinar 28 elementos en LiCl de grado técnico. Los elementos eran aluminio, arsénico, boro, bario, berilio, calcio, cadmio, cobalto, cromo, cobre, hierro, galio, germanio, potasio, litio, magnesio, manganeso, molibdeno, sodio, níquel, plomo, azufre, antimonio, silicio, estroncio, titanio, vanadio y zinc.

## Experimento

### Instrumentos

El ICP-OES 5800 VDV estaba equipado con la válvula de conmutación avanzada integrada (AVS 7), el diluidor automático ADS 2 y el muestreador automático SPS 4 (Figura 1). Los sistemas AVS y ADS 2 funcionan perfectamente juntos para maximizar el rendimiento de las muestras, aumentar el tiempo de procesamiento de la muestra y reducir el coste total por muestra.<sup>4</sup> El diluidor automático en línea ADS 2 se utilizó para facilitar la preparación automática y precisa de los patrones de calibración y la dilución automática de las muestras, ahorrando tiempo a los analistas y reduciendo los consumibles de laboratorio. Sin embargo, el diseño integrado del ADS 2 y el AVS evita añadir un exceso de tiempo cuando no se realiza una dilución, lo que soluciona un inconveniente habitual de otros sistemas de dilución. El muestreador automático SPS 4 se utilizó para la entrega automática de muestras al instrumento. El ICP-OES 5800 estaba equipado con un nebulizador SeaSpray, una cámara de nebulización ciclónica de doble paso y una antorcha VDV semimontable Agilent con un inyector de 1,8 mm de diámetro interno (DI). Toda la instrumentación se controló mediante el software ICP Expert Pro\*.

Las condiciones de funcionamiento del sistema integrado de automatización del flujo de trabajo ICP-OES se enumeran en las Tablas 1 y 2, respectivamente.



**Figura 1.** ICP-OES 5800 VDV Agilent con válvula de conmutación AVS integrada (izquierda), sistema de dilución avanzado ADS 2 Agilent (centro) y muestreador automático SPS 4 Agilent (derecha).

Para proporcionar la robustez y estabilidad del plasma durante largas series analíticas de muestras LIB con alto contenido en matriz, el ICP-OES 5800 VDV utiliza un plasma vertical, un generador de radiofrecuencia de estado sólido (SSRF) que funciona a 27 MHz y una interfase por cono refrigerada (CCI). El CCI desvía la cola más fría del plasma, evitando las interferencias que se forman en la región más fría. Así, cuando se lee el plasma en modo de vista axial, la mayoría de los elementos a nivel de concentración de trazas pueden medirse con mínimos efectos interferentes.

**Tabla 1.** Parámetros del método y del instrumento del ICP-OES 5800 VDV Agilent.

Parámetro	Ajuste	
	Axial	Radial
Modo de visualización	Axial	Radial
Altura de visualización (mm)	-	6
Potencia de RF (kW)	1,3	1,1
Flujo del nebulizador (l/min)	0,8	0,9
Flujo del plasma (l/min)	13	
Flujo auxiliar (l/min)	1,4	
Réplicas	3	
Tiempo de lavado (s)	0	
Tiempo de lectura (s)	10	5
Tiempo de estabilización (s)	10	4
Tubos para bomba de muestras	Blanco-blanco	
Tubos para bomba del patrón interno	Negro-negro	
Tubos para bomba de residuos	Azul-azul	

**Tabla 2.** Parámetros de funcionamiento de AVS y ADS 2 Agilent.

Parámetro	Ajuste
Tamaño del loop de muestra (ml)	1,5
Velocidad de la bomba – toma de muestra (ml/min)	35
Velocidad de la bomba – inyección (ml/min)	5
Retardo en la toma de muestras de la válvula (s)	13
Tiempo de inyección de burbujas (s)	1
Tiempo de lavado preventivo (s)	1

## Preparación de patrones y muestras

Se preparó un patrón madre único a 1 mg/l para 27 elementos y 10 mg/l para Li utilizando soluciones estándar de calibración de un solo elemento Agilent 1000 y 10 000 mg/l en HNO<sub>3</sub> al 10 %, respectivamente. Para crear patrones de calibración en todo el intervalo de trabajo analítico, la solución madre se diluyó automáticamente con el ADS 2 a 100x, 20x, 10x y 1x utilizando HNO<sub>3</sub> al 10 %. Las concentraciones finales fueron 0, 0,010, 0,050, 0,100 y 1,000 mg/l para la mayoría de los elementos y 0, 0,100, 0,500, 1,000 y 10 000 mg/l para el Li. La calibración automática mediante el ADS 2 evitó la necesidad de que el analista tuviera que preparar los patrones, lo que requería mucho tiempo y propenso a errores.

A efectos de control de calidad (CC) y validación, se utilizó una solución en blanco de HNO<sub>3</sub> al 10 % como blanco de calibración continua (CCB). Como patrón de verificación de calibración continua (CCV) se utilizó una solución que contenía 5 mg/l de Li y 0,500 mg/l de todos los demás elementos. El CCV se preparó por separado a partir de los patrones de calibración utilizando la norma de control de calidad 27 Agilent más marcadores separados de Ga, Ge, Li y S.

Se preparó una solución estándar interna compuesta por 5 mg/l de itrio (Y), 50 mg/l de rubidio (Rb), 50 mg/l de telurio (Te), 20 mg/l de bismuto (Bi) y 20 mg/l de indio (In) en HNO<sub>3</sub> al 10 % utilizando soluciones estándar de un solo elemento Agilent. Los IS se utilizaron para tener en cuenta cualquier efecto de la matriz o interferencia de ionización.

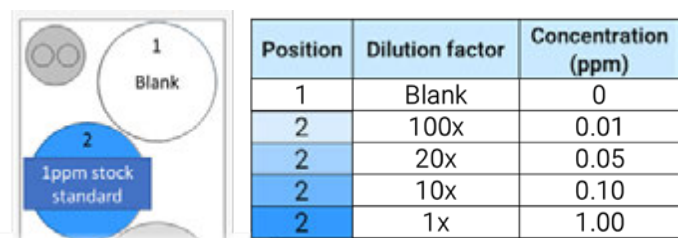
El método de preparación de muestras siguió de cerca el procedimiento descrito en el método nacional estándar de China GB/T 11064.16-2013.<sup>5</sup> Para preparar una solución de muestra de LiCl al 1 %, se pesaron con exactitud 0,5 g de LiCl al 99 % y se disolvieron lentamente en HNO<sub>3</sub> al 10 %. A continuación, la solución se enrasó a 50 ml, lo que dio un factor de dilución de la preparación de 100x.

Se prepararon sustancias añadidas de la muestra de LiCl al 1 % a 0,100 y 0,250 mg/l.

## Preparación automática de patrones de calibración mediante ADS 2

Todas las curvas de calibración se prepararon a partir de una única solución madre utilizando la función de calibración automática del ADS 2. Con un control total a través del software ICP Expert, el ADS 2 diluyó la solución madre con factores de dilución específicos (100, 20, 10, 1) para crear todas las curvas de calibración. La calibración automática permitió preparar los patrones y las curvas de calibración en menos de 20 minutos, frente a más de una hora utilizando los métodos manuales convencionales. Esta importante racionalización del proceso de calibración mejoró la eficacia general del flujo de trabajo analítico. En la Figura 4 se muestra una curva de calibración lineal representativa para el Cr (valor R de 1,0000).

Además de ahorrar mucho tiempo a los analistas, la calibración automática reduce el uso de consumibles de laboratorio y minimiza los residuos. También proporciona una mayor confianza en los resultados al reducir el riesgo de error y contaminación que puede producirse durante la preparación manual de las muestras.



**Figura 2.** Calibración automática de una solución madre estándar a diferentes factores de dilución utilizando el ADS 2 Agilent. La solución madre se cargó en la gradilla estándar del muestreador automático Agilent SPS 4 en la posición 2.

### Dilución automática reactiva y resúmenes de resultados

El ADS 2 puede diluir soluciones en respuesta a la medición de la muestra mediante un proceso conocido como dilución reactiva. Cuando la medición de una muestra supera el intervalo de calibración máximo o un patrón interno (PI) supera el intervalo de recuperación, el software ICP Expert calcula automáticamente el factor de dilución adecuado necesario para que los analitos fuera de intervalo se sitúen dentro de los límites identificados por el usuario (Figura 3).

Cuando se midió sin dilución, la presencia de una alta concentración de Li en LiCl al 1 % hizo que la señal de elementos como el sodio (Na) aumentara debido a efectos de elementos fácilmente ionizables (EIE). Este aumento puede corregirse añadiendo un tampón de Cs de alta pureza o utilizando Rb como PI (Figura 3, Etiqueta de solución "Original"). Sin embargo, no suele aceptarse en ICP-OES para informar de resultados con una recuperación de PI superior a 2,0. Así pues, al estipular un máximo de recuperación de PI de 2,0 en el software, el ADS 2 diluyó reactivamente la solución original en 10x, de modo que la relación quedó por debajo de 2,0 (Figura 3, Etiqueta de solución "Dilución - 10"). A continuación, se volvió a analizar la muestra correspondiente. Como esta medición diluida no estaba dentro del intervalo de calibración para Na, el ADS 2 realizó una segunda dilución reactiva para situarla dentro del intervalo de concentración (Figura 3, Etiqueta de solución "Dilución -100"). Ambas etapas de dilución reactiva se realizaron automáticamente, sin intervención del analista.



**Figura 3.** Un ejemplo del ADS 2 Agilent realizando una dilución reactiva de LiCl al 1 % para cumplir tanto el requisito de relación del patrón interno de <2,0 como la concentración fuera de intervalo de Na 589,592 nm.

La función de fila de resumen de ICP Expert (Figura 3, Etiqueta de solución "Resumen") permitió volver a medir las soluciones sin sobrescribir ningún dato existente ni crear una nueva hoja de cálculo. La disposición de la información facilita una visión clara de los datos, con los resultados de la dilución reactiva mostrados en el encabezado "Resumen". La fila de resumen selecciona la mejor medición para cada elemento de las iteraciones disponibles, lo que proporciona confianza en el conjunto de datos notificados.

### La dilución automática prescriptiva aumenta la productividad de los análisis de rutina

Con capacidad para diluir soluciones hasta 400x, el ADS 2 puede realizar diluciones precisas y prescriptivas especificando un factor de dilución en el software. Esta función es útil en laboratorios en los que se realizan diluciones rutinarias, ya que elimina un paso manual de las operaciones diarias que requiere mucho tiempo.

Tradicionalmente, la cuantificación de elementos principales y traza en productos químicos de alta pureza mediante ICP-OES requería la preparación de múltiples viales de muestra de la misma muestra para medir a través de intervalos de calibración separados para cada elemento con el fin de evitar interferencias de los EIE. Sin embargo, con el ICP-OES 5800 VDV y el ADS 2, el Li se puede cuantificar en LiCl junto con los oligoelementos en una única preparación de la muestra.

Para cuantificar el Li en la matriz de LiCl al 1 %, se calculó que era necesaria una dilución adicional de 200x para situar la medición dentro del intervalo de calibración de 0 a 10 mg/l. Esta solución se preparó automáticamente con el ADS 2 mediante dilución prescriptiva. Así fue posible cuantificar el Li utilizando un único método a partir de un único vial, sin necesidad de diluir manualmente ninguna solución ni de preparar manualmente una calibración por separado. El ADS 2 ahorró la preparación manual de una segunda muestra y redujo el uso de consumibles de laboratorio adicionales, es decir, viales de muestra de plástico, puntas de pipeta de plástico y diluyente adicional a base de ácido.

## Resultados y comentarios

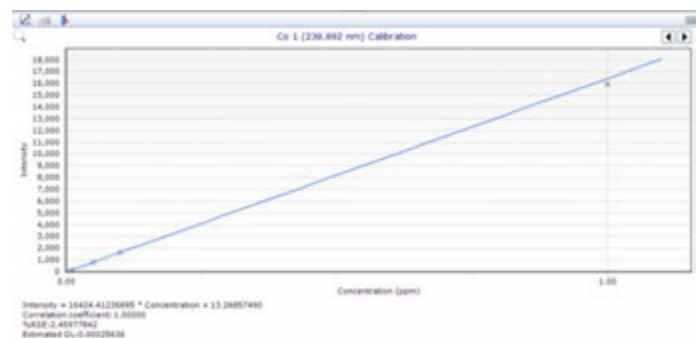
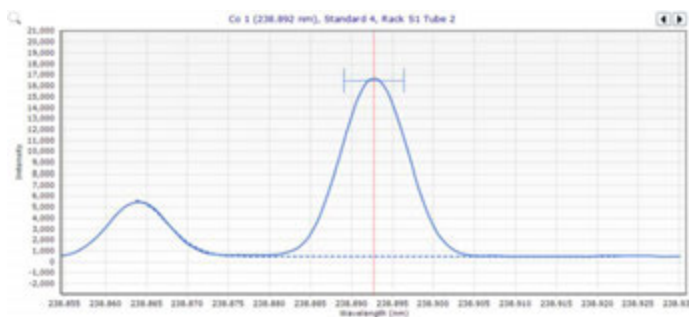
### Calibración automática y linealidad

Como se muestra en la Tabla 3, se calibraron 27 elementos entre 0,010 y 1,000 mg/l utilizando la calibración automática, mientras que el Li se calibró automáticamente entre 0,100 y 10,00 mg/l. Cada punto de calibración se creó por dilución automática de un único patrón madre a múltiples factores utilizando el ADS 2. La solución madre se preparó a 10 mg/l de Li y 1 mg/l de todos los demás elementos. A partir de esta solución madre, las diluciones automáticas de 100x, 20x, 10x y 1x proporcionaron una calibración de cuatro puntos en todo el intervalo de calibración.

Todas las curvas de calibración fueron lineales a lo largo del intervalo, como indican los coeficientes de correlación entre 0,99986 y 1,0000. En la figura 4 se muestra un espectro representativo y una curva de calibración para el Co.

**Tabla 3.** Información sobre el analito, la corrección del ruido, el patrón interno y la calibración.

Elemento y longitud de onda (nm)	Modo de visualización	Corrección del ruido	Intervalo de calibración (mg/l)	Coefficiente de correlación	IS y longitud de onda (nm)
Al 237,312	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Te 214,282
As 188,980	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Te 214,282
B 182,577	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Te 214,282
Ba 455,403	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Y 371,029
Be 313,042	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Y 371,029
Ca (396,847)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Cd 226,502	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Y 371,029
Co 238,892	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	In 230,606
Cr 267,716	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Cu (213,598)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Y 371,029
Fe (238,204)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Ga 294,363	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	In 325,609
Ge 209,426	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Te 214,282
K 766,491	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Rb 780,026
Li (670,783)	Axial	Incorporada	0,100-10,00	1,00000	Y 371,029
Mg (279,553)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	In 230,606
Mn (257,610)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Mo 202,032	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Na (589,592)	Radial	Incorporada	0,010-1,000	0,99986	Rb 780,026
Ni 216,555	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Pb 220,353	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	In 230,606
S (180,669)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	In 325,609
Sb (217,582)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Te 214,282
Si (251,611)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Te 214,282
Sr (407,771)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	0,99999	Y 371,029
Ti (336,122)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
V (292,401)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y 371,029
Zn (202,548)	Axial	Incorporada	0,010-1,000	1,00000	Y (371,029)



**Figura 4.** Espectro representativo de Co 238,892 nm utilizando la corrección de fondos ajustada automática (izquierda) y la curva de calibración lineal (derecha) con un coeficiente de correlación de 1,0000 y un error estándar relativo <3 %.

### Límites de detección del método

Los límites de detección del método (MDL) se determinaron utilizando las condiciones operativas del ICP-OES 5800 VDV especificadas en la Tabla 1. Para determinar los MDL, se analizaron 10 soluciones de la matriz representativa de LiCl al 1 % en HNO<sub>3</sub> al 10 % tres veces a lo largo de tres días no consecutivos utilizando el ICP-OES 5800 VDV con sistema de dilución automática ADS 2. El MDL para el Li se calculó por separado analizando una solución de HNO<sub>3</sub> al 10 %. Los MDL se calcularon como el triple de la desviación estándar de las mediciones de las 10 soluciones. A continuación, se calculó la media de las tres series y se muestran antes y después de aplicar el factor de dilución.

Los resultados cuantitativos para los 28 elementos en la muestra de LiCl al 1 % también se dan en la Tabla 4, que muestra la cuantificación de algunos oligoelementos a concentraciones de <0,001 mg/l y el elemento matriz Li a >1000 mg/l a partir de un solo vial de muestra preparado.

### Prueba de recuperación de sustancias añadidas

La Tabla 4 muestra los resultados del análisis de las muestras enriquecidas utilizando el ICP-OES 5800 VDV con ADS 2. Las soluciones de LiCl al 1 % se enriquecieron a 0,100 y 0,250 mg/l. Todas las recuperaciones de sustancias añadidas estuvieron dentro del ±10 % de la concentración esperada, demostrando la exactitud del método para el análisis de soluciones de LiCl. Toda la información de sustancias añadidas se muestra antes de que se haya aplicado el factor de dilución y es representativa del marcador presente en la solución de LiCl al 1 %.

**Tabla 4.** MDL (calculados en muestra y como 0,500 g de muestra en 50 ml de solución respectivamente), resultados cuantitativos y datos de recuperación de sustancias añadidas para elementos medidos en LiCl utilizando el ICP-OES 5800 VDV Agilent, n=3.

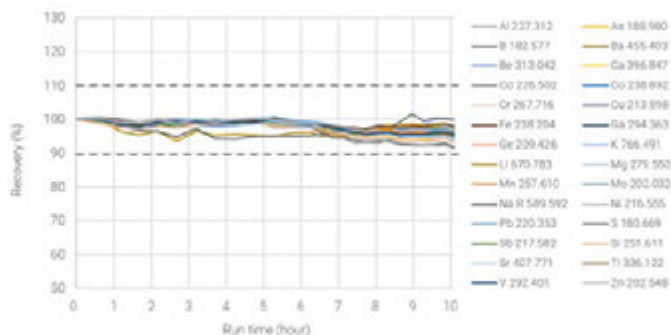
Elemento y longitud de onda (nm)	LiCl al 1 %			LiCl al 1 % enriquecida a 0,100 mg/l		LiCl al 1 % enriquecida a 0,250 mg/l	
	MDL en muestra (mg/kg)	MDL en solución (mg/l)	Concentración medida (mg/l)	Concentración medida (mg/l)	Recuperación de sustancias añadidas (%)	Concentración medida (mg/l)	Recuperación de sustancias añadidas (%)
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			

\*Generado a partir de una solución en blanco de HNO<sub>3</sub> al 10 %.

## Estabilidad a largo plazo

Para evaluar la estabilidad del ICP-OES 5800 VDV y del ADS 2, se realizaron 375 mediciones en solución durante 10 horas sin recalibración. Las soluciones consistían en una solución de LiCl al 0,5 % y un bloque de control de calidad, que comprendía la solución CCB y CCV a 5 mg/l para todos los elementos excepto el Li, que estaba presente a 50 mg/l. El ADS 2 realizó una dilución 10x en cada control de calidad, llevando la concentración final a 0,500 y 5,000 mg/l, respectivamente.

El gráfico de las recuperaciones CCV de la Figura 6 muestra la estabilidad de todos los elementos dentro del  $100 \pm 10 \%$  durante todo el proceso analítico, que incluyó la dilución automática antes de cada medición. Los datos de recuperación y la precisión (%RSD inferiores al 3 %) de las mediciones demuestran la excelente robustez del método ICP-OES 5800 VDV y ADS 2 para el análisis de rutina de LiCl durante 10 horas.



**Figura 5.** Recuperación normalizada de las soluciones de control de calidad a lo largo de 10 horas.

## Conclusión

Se utilizó el ICP-OES 5800 VDV Agilent integrado con el ADS 2 Agilent para cuantificar 27 elementos traza de impurezas elementales más litio en un sólido de LiCl al 99 %. El LiCl se utiliza cada vez más en la producción de precursores químicos del litio para su uso en el sector de las baterías de iones de litio (LIB). El uso del ADS 2 y del software específico proporcionó ventajas de automatización que mejoraron la productividad, redujeron la preparación manual de las muestras, disminuyeron los residuos y evitaron errores de origen humano. Entre las ventajas del método automatizado ICP-OES 5800 con ADS 2 se incluyen:

- Calibración automática: la calibración completamente automatizada a partir de una solución madre eliminó la necesidad de preparar manualmente patrones para cubrir el amplio intervalo de concentración de los analitos.
- Dilución prescriptiva: el ADS 2 se utilizó para diluir automáticamente la muestra de LiCl al 1 % 200 veces para situar el Li dentro del intervalo de calibración superior de 10 mg/l. Así fue posible cuantificar el Li utilizando un único método, sin necesidad de diluir manualmente ninguna solución adicional.
- Diluciones reactivas: el ADS 2 diluyó automáticamente una muestra en respuesta a que la relación del patrón interno superaba 2,0 y la concentración de sodio superaba el intervalo de calibración.
- Fila de resumen: la función de software seleccionó los mejores resultados de medición para mostrar de entre los resultados de nueva medición por dilución reactiva disponibles. Permitía ver los datos sin complicaciones y reducía el tiempo necesario para procesarlos manualmente.

El método ICP-OES 5800 VDV produjo resultados de alta calidad. Los CMD eran inferiores a 1 mg/kg para la mayoría de los elementos de la muestra. Las recuperaciones de los 27 elementos, enriquecidos tanto a 0,100 como a 0,250 mg/l, se situaron entre el 90 y el 110 %, lo que indica una gran exactitud. El instrumento mostró una excelente estabilidad y robustez durante 10 horas, con recuperaciones de mediciones de control de calidad entre el 90 y el 110 % y %RSD medios inferiores al 3 %.

Este estudio confirma la idoneidad del 5800 con ADS 2 para el análisis de control de calidad de muestras con matriz alta como LiCl. Este tipo de muestras complejas se encuentran en la mayoría de las fases del proceso de fabricación de LIB. El método se mejoró con el diluidor automático ADS 2, que aumentó la productividad al reducir la manipulación manual de patrones y muestras.

## Referencias

- 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>
- 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>
- Guía práctica para el análisis elemental de los materiales de las baterías de iones de litio mediante ICP-OES, publicación [5994-5489ES](#) de Agilent
- Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, [5994-7211EN](#)
- GB/T 11064.16-2013, Methods for Chemical Analysis of Lithium Carbonate, Lithium Hydroxide Monohydrate, and Lithium Chloride. Parte 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

## Números de parte de Agilent

Descripción	Número de referencia
Antorcha semidesmontable de montaje rápido de 1,8 mm para sistemas ICP-OES serie 5000 VDV/SVDV	G8010-60236
Cámara de nebulización de doble paso, diseño ciclónico de vidrio con junta de rótula y salida de drenaje UniFit, para el sistema ICP-OES Agilent serie 5000	G8010-60256
Nebulizador concéntrico de vidrio SeaSpray para el sistema ICP-OES serie 5000	G8010-60255
Jeringa, 5 ml, diluyente ADS (para portador ICP-OES e ICP-MS)	5299-0037
Jeringa, 10 ml, diluyente ADS (para diluyente ICP-OES)	5299-0038
Loop de muestra ADS/AVS 1,50 ml 1,00 mm de DI, 1/paq	5005-0425
Tubos para bomba peristáltica, blanco/blanco, 12/paq.	3710034400
Tubos para bomba peristáltica, negro/negro, 12/paq.	3710027200
Tubos para bomba peristáltica, azul/azul, 12/paq.	3710034600

Kit de botella diluyente/portador para ADS 2 y muestreador automático (6 l, HDPE)	5005-0435
Kit de contenedor de residuos, 10 l con tapa Stay Safe y filtro	5005-0437
Patrón multielemental de control de calidad 27 Agilent	5190-9418
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Al, 500 ml	5190-8243
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para As, 500 ml	5190-8247
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para B, 500 ml	5190-8255
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ba, 500 ml	5190-8249
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Be, 500 ml	5190-8251
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Bi, 500 ml	5190-8253
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ca, 500 ml	5190-8330
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Cd, 500 ml	5190-8328
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Co, 500 ml	5190-8347
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Cr, 500 ml	5190-8345
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Cu, 500 ml	5190-8349
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Fe, 500 ml	5190-8472
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ga, 500 ml	5190-8458
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ge, 500 ml	5190-8460
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para In, 500 ml	5190-8468
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para K, 500 ml	5190-8504
Solución madre de un solo elemento de 10.000 ppm de Agilent para Li, 500 ml	5190-8409
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Mg, 500 ml	5190-8482
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Mn, 500 ml	5190-8484
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Mo, 500 ml	5190-8488
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Na, 500 ml	5190-8526
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ni, 500 ml	5190-8492
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Pb, 500 ml	5190-8476
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Rb, 500 ml	5190-8512
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para S, 500 ml	5190-8530
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Sb, 500 ml	5190-8245
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Si, 500 ml	5190-8522
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Te, 500 ml	5190-8534
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Sr, 500 ml	5190-8528
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Ti, 500 ml	5190-8546
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para V, 500 ml	5190-8552
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Y, 500 ml	5190-8556
Solución madre de un solo elemento de 1000 ppm de Agilent para Zn, 500 ml	5190-8558

[www.agilent.com/chem/5800icp-oes](http://www.agilent.com/chem/5800icp-oes)

DE83497726

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Impreso en EE. UU., el 25 de marzo de 2024  
5994-7179ES

