

## ICP-OES를 사용한 자동 희석을 통한 리튬염의 다원소 측정

Agilent 5800 VDV ICP-OES 및 Agilent ADS 2 자동 희석기를 통한 리튬 이온 배터리 전구체 화학물질의 자동 분석



### 저자

Ruby Bradford  
Agilent Technologies, Inc.

### 서론

보다 지속 가능한 관행과 에너지 효율적인 솔루션으로의 전환으로 인해 고품질 리튬 이온 배터리(LIB)에 대한 수요가 증가하고 있습니다. 많은 리튬 이온 배터리(LIB)에는 수산화리튬(LiOH) 및 탄산리튬(Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)과 같은 리튬염을 포함한 필수 원료의 사용이 필요합니다. 추출 과정에서 염화리튬(LiCl)의 사용이 증가함에 따라 이러한 화학 물질을 개발하는 새로운 분석법이 등장하고 있습니다.<sup>1,2</sup> 고순도 리튬 염을 생산하려면 정제소는 저품질 전구체 화학 물질이 최종 배터리 성능에 부정적인 영향을 미칠 수 있으므로 소스 염(LiCl)에 오염 물질의 존재 여부를 확인해야 합니다.

유도 결합 플라즈마-광방출 분광기(ICP-OES)는 LIB 관련 시료를 포함한 다양한 유형의 시료에서 극미량 원소를 빠르고 동시에 측정하는 데 이상적인 기술입니다.<sup>3</sup> 많은 분석 기술과 마찬가지로 ICP-OES 분석법은 광범위한 분석 범위에 걸쳐 검량 표준물질을 전처리해야 하며 분석 전에 시료를 희석해야 하는 경우가 많습니다. 두 공정 모두 노동집약적이고 시간이 많이 소요될 수 있으며, 전처리 및 희석 과정에서 오염 물질과 오류가 발생할 가능성이 있습니다. ICP-OES에 고급 자동 희석 기술을 사용하면 시료 처리 시간이 절약되고 인적 오류 위험이 최소화되는 동시에 정확한 결과가 보장됩니다.

Agilent ICP-OES(및 ICP-MS) 기기용으로 특별히 개발 및 설계된 Agilent Advanced Dilution 시스템(ADS 2)은 리튬염의 여러 극미량 원소를 빠르고 동시에 측정할 수 있도록 해줍니다. 검량 및 희석 단계를 자동화하면 시료 전처리 시간이 크게 단축되어 분석가가 보다 생산적인 작업에 집중할 수 있습니다.

ADS 2와 결합된 Agilent 5800 VDV (Vertical Dual View) ICP-OES는 대량의 시료를 처리하거나 효율성 향상을 목표로 하는 실험실에 이상적입니다. 자동 희석 시스템은 경험이 부족한 작업자가 일상적인 분석을 수행하는 데 귀중한 지원을 제공하는 동시에 시료 전처리 중 오류 위험을 효과적으로 최소화합니다. ADS 2는 여러 기능과 도구를 포함하여 Agilent ICP Expert Pro 기기 제어 소프트웨어에 완전히 통합되어 있으며 분석법 개발, 사용 편의성 및 분석 속도를 향상시킬 수 있습니다. ADS 2의 일부 기능은 다음과 같습니다.

- **자동 검량:** 단일 원액에서 완전 자동화된 인라인 검량. 자동 검량은 표준물질 전처리에 소요되는 시간을 줄이고, 화학 폐기물을 최소화하며, 오류 발생 위험을 완화합니다.
- **규정된 희석:** 분석 전 알려진(규정된) 희석률에 의한 용액 또는 시료의 자동 희석.
- **반응성 희석:** 측정된 시료 농도가 검량 범위(초과 범위)보다 높거나 내부 표준물질 회수율 한계를 초과하는 경우 발생하는 자동 희석.
- **요약 행:** 모든 데이터 기록을 유지하면서 사용 가능한 반복 측정에서 최상의 측정 결과를 선택하여 표시할 수 있는 소프트웨어 기능. 요약 행을 사용하면 데이터를 간단하게 볼 수 있고 수동 데이터 처리/보고 시간이 줄어듭니다.

이 연구에서는 ADS 2 자동 희석기와 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기를 갖춘 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 기술 등급 염화리튬에서 28개 원소를 측정했습니다. 원소에는 알루미늄, 비소, 붕소, 바륨, 베릴륨, 칼슘, 카드뮴, 코발트, 크롬, 구리, 철, 갈륨, 게르마늄, 칼륨, 리튬, 마그네슘, 망간, 몰리브덴, 나트륨, 니켈, 납, 황, 안티몬, 실리콘, 스트론튬, 티타늄, 바나듐 및 아연이 포함되었습니다.

## 실험 기기

5800 VDV ICP-OES에는 통합된 고급 스위칭 밸브(AVS 7), ADS 2 자동 희석기 및 SPS 4 자동 시료 주입기가 장착되었습니다(그림 1). AVS 및 ADS 2 시스템은 원활하게 함께 작동하여 시료 처리량을 최대화하고 시료 처리 시간을 늘리며 시료당 비용을 절감합니다.<sup>4</sup> ADS 2 인라인 자동 희석기는 검량 표준물질의 자동화되고 정확한 전처리와 시료의 자동 희석을 촉진하여 분석가의 시간을 단축하고 실험실 소모품을 줄이는 데 사용되었습니다. 그러나 ADS 2와 AVS의 통합 설계는 희석을 수행하지 않을 때 과도한 시간이 추가되는 것을 방지하여 다른 희석 시스템의 일반적인 단점을 해결합니다. SPS 4 자동 시료 주입기는 시료를 기기로 자동으로 전달하기 위해 사용되었습니다. 5800 ICP-OES에는 SeaSpray nebulizer, 더블 패스 사이클론 스프레이 챔버, 1.8mm 내부 직경(id) 주입기가 장착된 Agilent 반 분리형 VDV 토치가 장착되었습니다. 모든 기기는 ICP Expert Pro 소프트웨어\*를 사용하여 제어되었습니다.

통합된 ICP-OES 워크플로 자동화 시스템의 작동 조건은 각각 표 1과 2에 나열되어 있습니다.



그림 1. AVS 스위칭 밸브가 통합된 Agilent 5800 VDV ICP-OES(왼쪽), Agilent Advanced Dilution 시스템 ADS 2(가운데) 및 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기(오른쪽)

높은 매트릭스 LIB 시료의 긴 분석 과정에서 플라즈마의 견고성과 안정성을 위해, 5800 VDV ICP-OES의 수직 플라즈마, 27MHz에서 작동하는 고체상 무선 주파수(SSRF) 발생기, 냉각 콘 인터페이스(CCI)를 사용했습니다. CCI는 냉각 플라즈마 테일을 제거하여 냉각 영역에서 형성되는 간섭을 방지합니다. 따라서 축방향 관측(axial view) 모드에서 플라즈마를 판독할 때 최소한의 간섭 효과로 대부분의 극미량 원소를 측정할 수 있습니다.

표 1. Agilent 5800 VDV ICP-OES 기기 및 분석법 파라미터

파라미터	설정	
	Axial	Radial
관측 모드	-	6
관측 높이(mm)	-	6
RF 파워(kW)	1.3	1.1
Nebulizer 유속(L/분)	0.8	0.9
플라즈마 유속(L/분)	13	
Aux 유속(L/분)	1.4	
반복 횟수	3	
린스 시간(초)	0	
판독 시간(초)	10	5
안정화 시간(초)	10	4
시료 펌프 튜브	흰색/흰색	
내부 표준 펌프 튜브	검정색-검정색	
폐기물 펌프 튜브	파란색-파란색	

표 2. Agilent AVS 및 ADS 2 작동 파라미터

파라미터	설정
시료 루프 크기(mL)	1.5
펌프 속도 - 흡입(mL/분)	35
펌프 속도 - 주입(mL/분)	5
밸브 흡입 지연(초)	13
버블 주입 시간(초)	1
선제적 린스 시간(초)	1

### 표준물질 및 시료 전처리

단일 원액 표준물질은 각각 10% HNO<sub>3</sub>의 Agilent 1000 및 10,000mg/L 단일 원소 검량 표준 용액을 사용하여 27개 원소에 대해 1mg/L, Li에 대해 10mg/L로 전처리했습니다. 분석 작업 범위 전반에 걸쳐 검량 표준물질을 생성하기 위해 원액을 10% HNO<sub>3</sub>를 사용하여 100배, 20배, 10배 및 1배에서 ADS 2로 자동 희석했습니다. 최종 농도는 대부분의 원소에 대해 0, 0.010, 0.050, 0.100 및 1.000mg/L이었고 Li의 경우 0, 0.100, 0.500, 1.000 및 10.000mg/L였습니다. ADS 2를 사용한 자동 검량을 통해 분석가는 시간이 많이 걸리고 오류가 발생하기 쉬운 표준물질 전처리 단계를 제거할 수 있었습니다.

품질 관리(QC) 및 밸리데이션에는 연속 검량 바탕 시료 용액(CCB)으로 바탕물질 10% HNO<sub>3</sub> 용액을 사용했습니다. 5mg/L의 Li와 0.500mg/L의 기타 원소를 모두 포함하는 용액을 연속 검량 검증(CCV)으로 사용했습니다. CCV는 애질런트 품질 관리 표준물질 27과 Ga, Ge, Li 및 S의 별도 스파이크를 사용하여 검량 표준물질과 별도로 전처리했습니다.

애질런트 단일 원소 표준 용액을 사용하여 5mg/L 이트륨(Y), 50mg/L 루비듐(Rb), 50mg/L 텔루륨(Te), 20mg/L 비스무트(Bi) 및 20mg/L 인듐(In)으로 구성된 내부 표준 용액을 10% HNO<sub>3</sub>에 전처리했습니다. IS는 매트릭스 효과 또는 이온화 간섭을 설명하는데 사용되었습니다.

시료 전처리 분석법은 중국 GB/T 11064.16-2013 국가 표준 분석법에 설명된 절차를 충실히 따랐습니다.<sup>5</sup> 1% 염화리튬 시료 용액을 전처리하기 위해 0.5g의 99% 염화리튬을 정확하게 계량하고 10% HNO<sub>3</sub>에 천천히 녹였습니다. 그런 다음 용액을 50mL까지 희석하여 100배의 전처리 희석률을 적용했습니다.

1% 염화리튬 시료의 스파이크는 0.100 및 0.250mg/L에서 전처리했습니다.

### ADS 2를 이용한 검량 표준물질 자동 전처리

모든 검량선은 ADS 2의 자동 검량 기능을 사용하여 단일 원액에서 전처리되었습니다. ICP Expert 소프트웨어를 사용한 완벽한 제어를 통해 ADS 2는 원액을 특정 희석률(100, 20, 10, 1)로 희석하여 모든 검량선을 생성했습니다. 기존 수동 분석법과 비교 시 자동 검량을 사용하면 표준물질 및 검량선을 전처리하는 과정에서 1시간이 넘게 걸리는 시간을 20분 이내로 단축할 수 있습니다. 검량 프로세스를 대폭적인 간소화하여 분석 워크플로의 전반적인 효율성이 향상되었습니다. Cr(R 값 1.0000)에 대한 대표적인 선형 검량선이 그림 4에 나와 있습니다.

자동 검량은 분석 시간을 크게 절약할 뿐만 아니라 실험실 소모품 사용을 줄이고 낭비를 최소화합니다. 또한 시료를 수동으로 전처리하는 동안 발생할 수 있는 오류 및 오염 위험을 낮춰 결과에 대한 신뢰도를 높입니다.

위치	희석률 (Dilution Factor)	농도 (ppm)
1	바탕 시료	0
2	100x	0.01
2	20x	0.05
2	10x	0.10
2	1x	1.00

그림 2. Agilent ADS 2를 사용한 다양한 희석률에서의 표준 원액의 자동 검량. 원액은 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기 표준 랙의 위치 2에 로드되었습니다

### 자동화된 반응성 희석 및 결과 요약

ADS 2는 반응성 희석이라는 공정을 사용하여 시료 측정에 대한 반응으로 용액을 희석할 수 있습니다. 시료 측정값이 최대 검량 범위를 초과하거나 내부 표준물질(IS)이 회수율 범위를 초과하는 경우 ICP Expert 소프트웨어는 범위를 초과한 분석물질을 사용자가 식별한 한계 내로 가져오는 데 필요한 적절한 희석률을 자동으로 계산합니다(그림 3).

희석하지 않고 측정했을 경우, 이온화 가능한 원소(EIE) 효과로 인해 1% 염화리튬에 고농도의 Li가 존재하여 나트륨(Na)과 같은 원소의 신호가 강화되었습니다. 이러한 향상은 고순도 Cs 완충액을 추가하거나 Rb를 IS로 사용하여 보정할 수 있습니다(그림 3, 용액 라벨 "오리지널"). 그러나 ICP-OES에서는 2.0 이상의 IS 회수율에 대한 결과를 보고하는 것이 일반적으로 허용되지 않습니다. 따라서 소프트웨어에서 IS 회수율 최대값을 2.0으로 규정함으로써 ADS 2는 오리지널 용액을 10배로 반응성 희석하여 비율을 2.0 미만으로 만들었습니다(그림 3, 용액 라벨 "희석 - 10"). 그런 다음 관련 시료를 재분석했습니다. 이 희석된 측정값이 Na에 대한 검량 범위 내에 있지 않았기 때문에 ADS 2는 이를 농도 범위 내로 만들기 위해 두 번째 반응성 희석을 수행했습니다(그림 3, 용액 라벨 "희석 - 100"). 두 가지 반응성 희석 단계는 분석가의 입력 없이 자동으로 수행되었습니다.

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 4:55:33 PM	1.27	1.27

그림 3. 2.0 미만의 내부 표준물질 비율 요구 사항과 Na 589.592nm의 초과 범위 농도를 모두 충족하기 위해 1% 염화리튬의 반응성 희석을 수행하는 Agilent ADS 2의 예

ICP Expert 요약 행 기능(그림 3, 용액 라벨 '요약')을 사용하면 기존 데이터를 덮어쓰거나 새로운 워크시트를 만들지 않고도 용액을 다시 측정할 수 있습니다. 정보의 레이아웃은 '요약' 헤더 아래에 반응성 희석 결과가 표시되어 데이터를 명확하게 설명하는 데 도움이 됩니다. 요약 행은 가능한 반복 측정에서 각 원소에 대한 최상의 측정값을 선택하여 보고된 데이터 세트에 대한 신뢰도를 제공합니다.

### 자동화 및 규정된 희석으로 일상적인 분석의 생산성 향상

최대 400배까지 용액을 희석하는 기능을 갖춘 ADS 2는 소프트웨어에서 희석률을 지정하여 정확하고 규정된 희석을 수행할 수 있습니다. 이 기능은 일상적인 희석이 이루어지는 실험실에서 유용하며 일상적인 작업에서 시간이 많이 걸리는 수동 단계를 제거합니다.

기존에는 고순도 화학물질의 주요 원소와 극미량 원소를 ICP-OES로 정량화하려면 EIE의 간섭을 피하기 위해 각 원소에 대해 별도의 검량 범위에서 측정하기 위해 동일한 시료의 시료 바이알을 여러 개 전처리해야 했습니다. 그러나 5800 VDV ICP-OES 및 ADS 2를 사용하면 단일 시료 전처리 과정에서 극미량 원소와 함께 LiCl의 Li를 정량화할 수 있습니다.

1% LiCl 매트릭스에서 Li를 정량화하려면 측정값이 0-10mg/L의 검량 범위 내에 들기 위해 200배의 추가 희석이 필요한 것으로 계산되었습니다. 이 용액은 규정된 희석을 통해 ADS 2를 사용하여 자동으로 전처리 되었습니다. 그러면 수동으로 용액을 희석하거나 별도의 검량을 준비할 필요 없이 단일 바이알에서 단일 분석법을 사용하여 Li를 정량화할 수 있었습니다. ADS 2는 두 번째 시료를 수동으로 전처리하는 시간을 절약하고 플라스틱 시료 바이알, 플라스틱 피펫 팁, 추가적인 산 기반 희석제 등 추가 실험실 소모품의 사용을 줄였습니다.

## 결과 및 토의

### 자동 검량 및 직선성

표 3에 표시된 대로 27개 원소는 자동 검량을 사용하여 0.010-1.000mg/L 사이에서 검량되었으며, Li는 0.100-10.00mg/L 사이에서 자동 검량되었습니다. 각 검량점은 ADS 2를 사용하여 여러 요인에서 단일 원액 표준물질을 자동 희석하여 생성되었습니다. 원액은 Li 10mg/L 및 기타 모든 원소 1mg/L로 전처리 되었습니다. 이 원액에서 100배, 20배, 10배 및 1배의 자동 희석을 통해 검량 범위 전반에 걸쳐 4 포인트 검량이 제공되었습니다.

모든 검량선은 0.99986과 1.0000 사이의 상관 계수로 표시된 것처럼 전체 범위 내에서 선형이었습니다. Co의 대표적인 스펙트럼 및 검량선은 그림 4에 나와 있습니다.

표 3. 분석물질, 백그라운드 보정, 내부 표준물질 및 검량 정보

원소 및 파장 (nm)	관측 모드	백그라운드 보정	검량 범위 (mg/L)	상관 계수	IS 및 파장 (nm)
Al 237.312	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Te 214.282
As 188.980	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Te 214.282
B 182.577	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Te 214.282
Ba 455.403	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Y 371.029
Be 313.042	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Y 371.029
Ca 396.847	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Cd 226.502	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Y 371.029
Co 238.892	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	In 230.606
Cr 267.716	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Cu 213.598	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Y 371.029
Fe 238.204	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Ga 294.363	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	In 325.609
Ge 209.426	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Te 214.282
K 766.491	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Rb 780.026
Li 670.783	Axial	피팅	0.100-10.00	1.00000	Y 371.029
Mg 279.553	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	In 230.606
Mn 257.610	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Mo 202.032	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Na 589.592	Radial	피팅	0.010-1.000	0.99986	Rb 780.026
Ni 216.555	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Pb 220.353	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	In 230.606
S 180.669	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	In 325.609
Sb 217.582	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Te 214.282
Si 251.611	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Te 214.282
Sr 407.771	Axial	피팅	0.010-1.000	0.99999	Y 371.029
Ti 336.122	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
V 292.401	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029
Zn 202.548	Axial	피팅	0.010-1.000	1.00000	Y 371.029

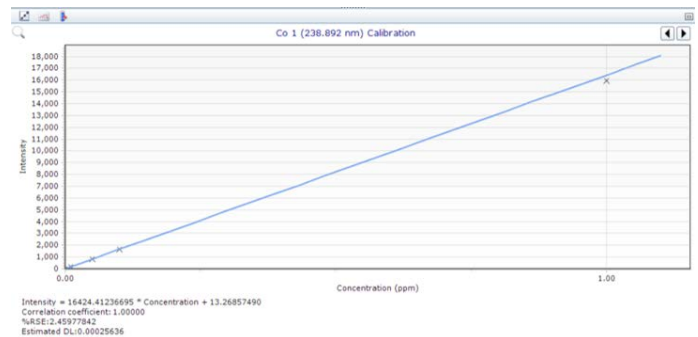
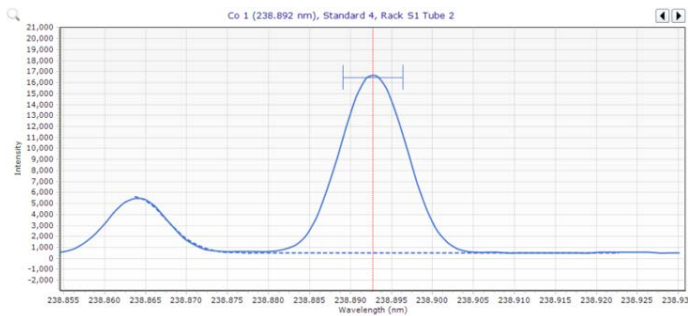


그림 4. 상관 계수가 1.0000이고 상대 표준 오차가 3% 미만인 Fitted Background Correction(백그라운드 보정 기능)(왼쪽)과 선형 검량선(오른쪽)을 사용하는 Co 238.892nm의 대표적인 스펙트럼

## 분석법 검출 한계

분석법 검출 한계(MDL)는 표 1에 지정된 5800 VDV ICP-OES 작동 조건을 사용하여 측정되었습니다. MDL을 측정하기 위해 10% HNO<sub>3</sub> 매트릭스에서 대표적인 1% 염화리튬 용액 10개를 ADS 2 자동 희석 시스템을 갖춘 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 3일 (연속적이지 않음)에 걸쳐 3회 분석했습니다. Li의 MDL은 10% HNO<sub>3</sub> 용액을 분석하여 별도로 계산했습니다. MDL은 10개 용액 측정값의 표준 편차의 3배로 계산되었습니다. 그런 다음 세 번의 분석을 평균화하고 희석률을 적용하기 전과 후를 모두 표시합니다.

1% 염화리튬 시료의 28개의 모든 원소에 대한 정량 결과도 표 4에 나와 있으며, 전처리된 시료 바이알 하나만으로 0.001mg/L 미만의 농도에서 일부 극미량 원소와 1000mg/L 이상의 매트릭스 원소 Li를 정량화할 수 있습니다.

## 스파이크 회수율 테스트

표 4는 ADS 2를 갖춘 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 스파이크 시료를 분석한 결과를 보여줍니다. 1% 염화리튬 용액을 0.100 및 0.250mg/L에서 스파이크했습니다. 모든 스파이크 회수율은 예상 농도의 ±10% 이내로, 염화리튬 용액 분석법의 정확성을 입증했습니다. 모든 스파이크 정보는 희석률이 적용되기 전에 표시되며 1% LiCl 용액에 존재하는 스파이크를 나타냅니다.

표 4. Agilent 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 LiCl에서 측정된 원소에 대한 MDL(각각 시료에서 및 50mL 용액에서 0.500g 시료로 계산됨), 정량적 결과 및 스파이크 회수율 데이터, n=3

원소 및 파장 (nm)	1% 염화리튬			0.100mg/L에서 스파이킹된 1% 염화리튬		0.250mg/L에서 스파이킹된 1% 염화리튬	
	시료의 MDL (mg/kg)	용액 내 MDL (mg/L)	측정된 농도 (mg/L)	측정된 농도(mg/L)	스파이크 회수율 (%)	측정된 농도(mg/L)	스파이크 회수율 (%)
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% HNO<sub>3</sub> 바탕 시료 용액에서 생성되었습니다.

## 장기 안정성

5800 VDV ICP-OES 및 ADS 2의 안정성을 평가하기 위해 재검량 없이 10시간에 걸쳐 375개의 용액을 측정했습니다. 용액은 0.5% 염화리튬 용액과 50mg/L로 존재하는 Li를 제외한 모든 원소에 대해 5mg/L의 CCB 및 CCV 용액으로 구성된 QC 블록으로 구성되었습니다. ADS 2는 각 QC에 대해 10배 희석을 수행하여 최종 농도를 각각 0.500 및 5.000mg/L로 만들었습니다.

그림 6의 CCV 회수율 플롯은 모든 원소의 안정성이 분석 실험 전반에 걸쳐(각 측정 전 자동 희석을 포함) 100 ± 10% 범위 내에 있음을 보여줍니다. 측정의 회수율 데이터 및 정밀도(3% 미만의 %RSD)는 10시간에 걸쳐 염화리튬을 일상적으로 분석할 때 5800 VDV ICP-OES 및 ADS 2 분석법의 탁월한 견고성을 보여줍니다.

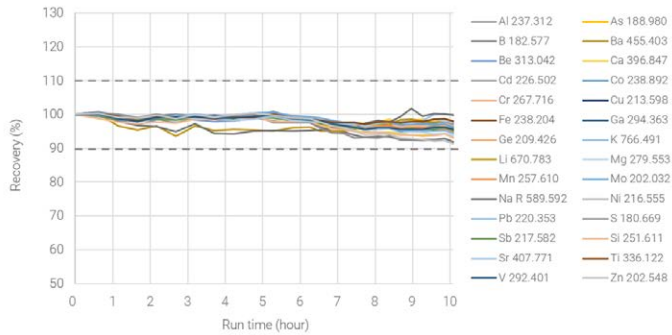


그림 5. 10시간에 걸쳐 QC 용액의 표준화된 회수율

## 결론

Agilent ADS 2와 통합된 Agilent 5800 VDV ICP-OES는 99% 염화리튬 고체에서 27개의 극미량 원소 불순물 원소와 리튬을 정량화하는 데 사용되었습니다. 염화리튬은 리튬이온 배터리(LIB) 부문에 사용되는 리튬 전구체 화학물질 생산에 점점 더 많이 사용되고 있습니다. ADS 2와 전용 소프트웨어를 사용하면 생산성 향상, 시료의 수동 전처리 감소, 낭비 감소, 인적 오류 방지 등과 같은 자동화 이점을 얻을 수 있습니다. ADS 2 자동화된 분석법을 갖춘 5800 ICP-OES의 이점은 다음과 같습니다.

- 자동 검량: 원액에서 완전한 자동 검량을 수행하므로 광범위한 분석물질 농도를 포괄하는 표준물질을 수동으로 전처리할 필요가 없습니다.
- 규정된 희석: ADS 2는 1% 염화리튬 시료를 200배 자동으로 희석하여 Li를 10mg/L의 상한 검량 범위 내로 만드는 데 사용되었습니다. 그러면 추가 용액을 수동으로 희석할 필요 없이 단일 분석법을 사용하여 Li를 정량화할 수 있었습니다.
- 반응성 희석: ADS 2는 내부 표준물질 비율이 2.0을 초과하고 나트륨 농도가 검량 범위를 초과하는 경우 자동으로 시료를 희석합니다.
- 요약 행: 소프트웨어 기능이 사용 가능한 반응성 희석 재측정 결과에서 표시할 최상의 측정 결과를 선택합니다. 이를 통해 간단한 데이터 보기가 가능하고 수동 데이터 처리에 필요한 시간이 단축되었습니다.

5800 VDV ICP-OES 분석법은 고품질 결과를 만들어 냈습니다. MDL은 시료의 대부분의 원소에 대해 1mg/kg 미만이었습니다. 0.100 및 0.250mg/L에서 스파이킹된 27개 모든 원소 회수율은 90-110%로 매우 높은 정확도를 나타냅니다. 이 기기는 10시간 동안 탁월한 안정성과 견고성을 나타냈으며, QC 측정 회수율은 90-110%이고 평균 %RSD는 3% 미만이었습니다.

이 연구를 통해 ADS 2를 갖춘 5800이 염화리튬과 같은 고 매트릭스 시료의 QC 분석에 적합함을 확인했습니다. 이러한 유형의 복잡한 시료는 LIB 제조 공정의 대부분 단계에서 발견됩니다. ADS 2 자동 희석기는 분석법을 향상하였으며 표준물질과 시료의 수동 처리를 줄여 생산성을 높였습니다.

## 참고 문헌

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-OES를 이용한 리튬 이온 배터리 재료의 원소 분석에 대한 실습 안내서, 애질런트 발행물, [5994-5489KO](https://www.agilent.com/chem/5800icp-oes)
4. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, [5994-7211EN](https://www.agilent.com/chem/5800icp-oes)
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

## 애질런트 부품 번호

설명	부품 번호
Easy-fit 1.8 mm semi-demountable torch for 5000 series VDV/SVDV ICP-OES	G8010-60236
Double-pass spray chamber, glass cyclonic design with ball joint socket and UniFit drain outlet, for Agilent 5000 series ICP-OES	G8010-60256
SeaSpray concentric glass nebulizer for 5000 series ICP-OES	G8010-60255
Syringe, 5 mL, ADS diluter (for ICP-OES and ICP-MS carrier)	5299-0037
Syringe, 10 mL, ADS diluter (for ICP-OES diluter)	5299-0038
Sample loop ADS/AVS 1.50 mL 1.00 mm ID 1/pk	5005-0425
Peristaltic pump tubing, white/white, 12/pk	3710034400
Peristaltic pump tubing, black/black, 12/pk	3710027200
Peristaltic pump tubing, blue/blue, 12/pk	3710034600
Diluent/carrier bottle kit for ADS 2 and autosampler (6 L, HDPE)	5005-0435

Waste container kit, 10 L with Stay Safe cap and filter	5005-0437
Agilent Multi-element Quality Control Standard 27	5190-9418
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Al, 500 mL	5190-8243
Agilent 1000 ppm single element stock solution for As, 500 mL	5190-8247
Agilent 1000 ppm single element stock solution for B, 500 mL	5190-8255
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ba, 500 mL	5190-8249
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Be, 500 mL	5190-8251
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Bi, 500 mL	5190-8253
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ca, 500 mL	5190-8330
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Cd, 500 mL	5190-8328
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Co, 500 mL	5190-8347
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Cr, 500 mL	5190-8345
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Cu, 500 mL	5190-8349
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Fe, 500 mL	5190-8472
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ga, 500 mL	5190-8458
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ge, 500 mL	5190-8460
Agilent 1000 ppm single element stock solution for In, 500 mL	5190-8468
Agilent 1000 ppm single element stock solution for K, 500 mL	5190-8504
Agilent 10,000 ppm single element stock solution for Li, 500 mL	5190-8409
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Mg, 500 mL	5190-8482
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Mn, 500 mL	5190-8484
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Mo, 500 mL	5190-8488
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Na, 500 mL	5190-8526
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ni, 500 mL	5190-8492
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Pb, 500 mL	5190-8476
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Rb, 500 mL	5190-8512
Agilent 1000 ppm single element stock solution for S, 500 mL	5190-8530
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Sb, 500 mL	5190-8245
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Si, 500 mL	5190-8522
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Te, 500 mL	5190-8534
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Sr, 500 mL	5190-8528
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Ti, 500 mL	5190-8546
Agilent 1000 ppm single element stock solution for V, 500 mL	5190-8552
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Y, 500 mL	5190-8556
Agilent 1000 ppm single element stock solution for Zn, 500 mL	5190-8558

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

DE83497726

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024  
2024년 3월 25일, 한국에서 발행  
5994-7179KO

한국애질런트테크놀로지스(주)  
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,  
A+ 에셋타워 9층, 06621  
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)  
팩스: 82-2-3452-2451  
이메일: [korea-inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:korea-inquiry_lsca@agilent.com)

