

Determinação de elementos múltiplos em sais de lítio usando diluição automática com ICP-OES

Análise automatizada de precursores químicos de baterias de íons de lítio por meio de ICP-OES VDV Agilent 5800 e diluidor automático Agilent ADS 2



Autora

Ruby Bradford
Agilent Technologies, Inc.

Introdução

A transição para práticas mais sustentáveis e soluções energeticamente eficientes está impulsionando a demanda por baterias de íons de lítio (LIB) de alta qualidade. Muitas LIB exigem o uso de matérias-primas essenciais, incluindo sais de lítio como hidróxido de lítio (LiOH) e carbonato de lítio (Li₂CO₃). Com o uso crescente de cloreto de lítio (LiCl) no processo de extração, surgem os novos métodos de desenvolvimento destes produtos químicos.^{1,2} Para produzir sais de Li de alta pureza, as refinarias devem garantir que o sal de partida (LiCl) esteja livre de contaminantes, pois precursores químicos de baixa qualidade podem ter impacto negativo no desempenho da bateria final.

A espectroscopia de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) é uma técnica ideal para a medição rápida e simultânea de elementos-traço em vários tipos de amostras, incluindo amostras relacionadas a LIB.³ Como muitas outras técnicas analíticas, os métodos da ICP-OES exigem o preparo de padrões de calibração com uma ampla faixa analítica e a diluição das amostras antes da análise. Ambos os processos podem acarretar o consumo intenso de tempo e trabalho, o que tem o potencial de introduzir contaminantes e erros durante o preparo e a diluição. A implantação de tecnologia avançada de diluição automática em ICP-OES reduz o tempo de processamento da amostra e o risco de erros humanos e garante os resultados precisos.

Desenvolvido e projetado especialmente para instrumentos Agilent para ICP-OES (e ICP-MS), o Sistema de diluição avançada Agilent (ADS 2) facilita medições rápidas e simultâneas de vários elementos-traço em sais de lítio. A automatização das etapas de calibração e diluição reduz consideravelmente o tempo de preparo de amostras, para que os analistas possam se concentrar em tarefas mais produtivas.

O ICP-OES de dupla visualização vertical (VDV) Agilent 5800, em conjunto com o ADS 2, é ideal para laboratórios que processam grandes quantidades de amostras ou que visam melhorar a eficiência. Os sistemas de diluição automática oferecem o suporte valioso aos operadores menos experientes na condução de análises de rotina e efetivamente minimizam o risco de erros durante o preparo de amostras. O ADS 2 é totalmente integrado ao software de controle de instrumentos ICP Agilent Expert Pro e inclui vários recursos e ferramentas que aprimoram o desenvolvimento de métodos, a simplicidade de uso e a velocidade de análise. Alguns dos recursos do ADS 2 são:

- **Calibração automática:** calibração em linha totalmente automatizada a partir de uma única solução estoque. A calibração automática reduz o tempo necessário para preparo de padrões, o desperdício de produtos químicos, bem como o risco de introdução de erros.
- **Diluição prescritiva:** diluição automática de soluções ou amostras com um fator de diluição conhecido (prescrito) antes da análise.
- **Diluições reativas:** diluições automáticas que ocorrem se a concentração medida de uma amostra estiver acima da faixa de calibração (overrange) ou se um limite de recuperação de padrão interno for excedido.
- **Linha de resumo:** um recurso de software que seleciona e exibe o melhor resultado de medição dentre as iterações disponíveis, mantendo um registro de todos os dados. Com a linha de resumo, os dados podem ser visualizados diretamente e os tempos de criação de relatórios/processamento manual de dados são reduzidos.

No presente estudo, o ICP-OES VDV 5800 com um diluidor automático ADS 2 e um amostrador automático Agilent SPS 4 foi usado para determinar a presença de 28 elementos no LiCl de grau técnico. Os elementos incluíam alumínio, arsênio, boro, bário, berílio, cálcio, cádmio, cobalto, crômio, cobre, ferro, gálio, germânio, potássio, lítio, magnésio, manganês, molibdênio, sódio, níquel, chumbo, enxofre, antimônio, silício, estrôncio, titânio, vanádio e zinco.

Parte Experimental

Instrumentação

O ICP-OES VDV 5800 foi equipado com o sistema avançado de válvula de microamostragem (AVS 7), diluidor automático ADS 2 e amostrador automático SPS 4 (Figura 1). Os sistemas AVS e ADS 2 funcionam perfeitamente em conjunto para aumentar a frequência analítica e o tempo de processamento da amostra e para reduzir o custo por amostra.⁴ O diluidor automático em linha ADS 2 foi usado para facilitar o preparo automático e preciso de padrões de calibração e diluição automática de amostras, economizando, assim, o tempo do analista e reduzindo o uso dos consumíveis do laboratório. O design integrado do ADS 2 e AVS evita o aumento excessivo do tempo quando uma diluição não é realizada, abordando uma desvantagem comum de outros sistemas de diluição. O amostrador automático SPS 4 foi utilizado para a transferência automatizada de amostras para o instrumento. O ICP-OES 5800 foi equipado com um nebulizador SeaSpray, uma câmara de nebulização ciclônica de duplo passo e uma tocha VDV Agilent semidesmontável com um injetor com diâmetro interno (id) de 1,8 mm. Toda a instrumentação foi controlada por meio do software ICP Expert Pro*.

As condições de operação do sistema de automação de fluxo de trabalho ICP-OES integrado constam nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.



Figura 1. ICP-OES VDV Agilent 5800 com o sistema avançado de válvula de microamostragem (à esquerda), o sistema de diluição avançado Agilent ADS 2 (centro), e amostrador automático Agilent SPS 4 (à direita).

Para obter a robustez e estabilidade do plasma em longas corridas analíticas de amostras de LIB com matriz com alto teor de sólidos totais dissolvidos, o ICP-OES VDV 5800 usa plasma vertical, um gerador de radiofrequência de estado sólido (SSRF) que opera a 27 MHz e uma interface de cone resfriado (CCI). A CCI deflete a cauda mais fria do plasma, evitando interferências que se formam na região mais fria. Dessa forma, ao ler o plasma no modo de visualização axial, a maioria dos elementos em níveis de concentração residuais podem ser medidos com efeitos de interferência mínimos.

Tabela 1. Os parâmetros do método e instrumento ICP-OES VDV Agilent 5800.

Parâmetro	Configuração	
	Axial	Radial
Modo de visualização	Axial	Radial
Altura de visualização (mm)	-	6
Potência de RF (kW)	1,3	1,1
Fluxo do nebulizador (L/min)	0,8	0,9
Fluxo do plasma (L/min)	13	
Fluxo Aux. (L/min)	1,4	
Replicatas	3	
Tempo de enxágue (s)	0	
Tempo de leitura (s)	10	5
Tempo de estabilização (s)	10	4
Tubulação da bomba de amostra	Branco-branco	
Tubulação da bomba padrão interno	Preto-preto	
Tubulação da bomba de resíduos	Azul-azul	

Tabela 2. Parâmetros operacionais do AVS Agilent e ADS 2.

Parâmetro	Configuração
Tamanho do loop de amostra (mL)	1,5
Taxa da bomba – captação (mL/min)	35
Taxa da bomba – injeção (mL/min)	5
Atraso na captação da válvula (s)	13
Tempo de injeção de bolhas (s)	1
Tempo de enxágue preventivo (s)	1

Preparo de amostras e padrão

Foi preparado um padrão de estoque único a 1 mg/L para 27 elementos e 10 mg/L para Li usando Agilent 1.000 e 10.000 mg/L para soluções padrão de calibração em HNO₃ a 10%, respectivamente. Para criar padrões de calibração em toda a faixa de trabalho analítico, a solução estoque foi diluída automaticamente pelo ADS 2 em 100x, 20x, 10x e 1x usando HNO₃ a 10%. As concentrações finais foram 0; 0,010; 0,050; 0,100 e 1,000 mg/L para a maioria dos elementos e 0; 0,100; 0,500; 1,000 e 10,000 mg/L para Li. Com a calibração automática realizada pelo ADS 2, o analista não precisou realizar o preparo dos padrões, que é demorado e propenso a erros.

Para fins de controle de qualidade (QC) e validação, uma solução em branco de HNO₃ a 10% foi usada como branco de calibração contínua (CCB). Uma solução contendo 5 mg/L de Li e 0,500 mg/L de todos os outros elementos foi utilizada como verificação de calibração contínua (CCV). A CCV foi preparada separadamente dos padrões de calibração usando o Padrão de controle de qualidade Agilent 27, além das adições separadas de Ga, Ge, Li e S.

Uma solução de padrão interno composta de 5 mg/L de ítrio (Y), 50 mg/L de rubídio (Rb), 50 mg/L de telúrio (Te), 20 mg/L de bismuto (Bi) e 20 mg/L de índio (In) foi preparado em HNO₃ a 10% usando soluções padrão monoelementares Agilent. Os padrões internos (IS) foram usados para levar em consideração eventuais efeitos de matriz ou interferências de ionização.

O método de preparo de amostras seguiu o procedimento descrito no método padrão nacional da China GB/T 11064.16-2013.⁵ Para preparar uma amostra de solução de LiCl a 1%, 0,5 g de LiCl a 99% foi precisamente pesado e lentamente dissolvido em HNO₃ a 10%. A solução foi então completada até 50 mL, o que resultou no fator de diluição do preparo de 100x.

As adições da amostra de LiCl a 1% foram preparadas a 0,100 e 0,250 mg/L.

Preparo automático de padrões de calibração pelo ADS 2

Todas as curvas de calibração foram preparadas a partir de uma solução estoque única, usando o recurso de calibração automática do ADS 2. Exercendo o controle total por meio do software ICP Expert, o ADS 2 diluiu a solução estoque com fatores de diluição específicos (100, 20, 10, 1) para criar todas as curvas de calibração. Com a calibração automática, foi possível preparar os padrões e as curvas de calibração em menos de 20 minutos, em comparação com métodos manuais convencionais que demoram mais de uma hora. A otimização significativa do processo de calibração melhorou a eficiência geral do fluxo de trabalho analítico. Uma curva de calibração linear representativa para Cr (valor R de 1,0000) é mostrada na Figura 4.

Além de economizar significativamente o tempo do analista, a calibração automática reduz o uso de consumíveis de laboratório e minimiza o desperdício. Além disso, ela proporciona os resultados mais confiáveis, reduzindo os riscos de erro e contaminação que podem ocorrer durante o preparo manual de amostras.

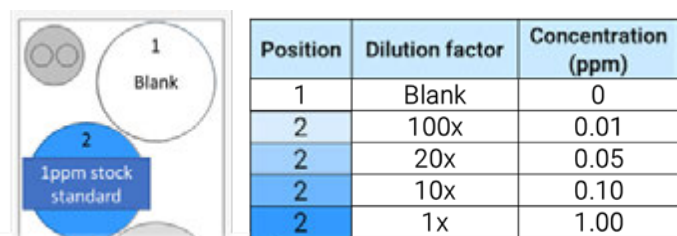


Figura 2. Calibração automática da solução estoque padrão com fatores de diluição diferentes usando o Agilent ADS 2. A solução estoque foi carregada no rack padrão do amostrador automático Agilent SPS 4 na posição 2.

Diluição automática reativa e resumos de resultados

O ADS 2 pode diluir soluções em resposta à medição da amostra usando um processo chamado "diluição reativa". Quando uma medição de amostra excede a faixa de calibração máxima ou um padrão interno (IS) excede a faixa de recuperação, o software ICP Expert calcula automaticamente o fator de diluição necessário para colocar os analitos fora da faixa dentro dos limites identificados pelo usuário (Figura 3).

Quando a medição foi realizada sem diluição, a presença de concentração alta de Li em LiCl a 1% causou o aumento do sinal de elementos como o sódio (Na), devido aos efeitos do elemento facilmente ionizável (EIE). Esse aumento pode ser corrigido adicionando um tampão de Cs de alta pureza ou usando Rb como IS (Figura 3, Etiqueta da solução "Original"). Porém, na ICP-OES não é geralmente aceito reportar os resultados com uma recuperação de IS superior a 2,0. Assim, ao definir no software uma recuperação do IS máxima de 2,0, o ADS 2 fez a diluição reativa da solução original em 10x, trazendo a proporção abaixo de 2,0 (Figura 3, etiqueta da Solução "Diluição - 10"). A amostra relevante foi então analisada novamente. Como essa medição diluída não estava dentro da faixa de calibração para Na, o ADS 2 realizou uma segunda diluição reativa para trazê-la dentro da faixa de concentração (Figura 3, etiqueta da Solução "Diluição -100"). Ambas as etapas da diluição reativa foram realizadas automaticamente, sem qualquer intervenção do analista.

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 4:31:37 PM	9998	2.34
Dilution - 10	1/23/2024 4:33:42 PM	12.23	1.92
Dilution - 100	1/23/2024 4:33:53 PM	1.27	1.37

Overrange concentration and IS ratio, requires dilution

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

Reactive dilution to bring measurement within calibration range

Figura 3. Um exemplo do Agilent ADS 2 realizando diluição reativa de LiCl a 1% para atender ao requisito de proporção do padrão interno de < 2,0 e à concentração de Na acima da faixa de 589,592 nm.

O recurso de linha de resumo do ICP Expert (Figura 3, etiqueta da solução "Resumo") possibilitou a medição repetida de soluções sem excluir nenhum dado existente e sem criar uma nova planilha. Graças ao layout das informações, os dados são apresentados de forma clara e simples, com os resultados da diluição reativa contidos no cabeçalho "Resumo". Na linha de resumo, é exibida a melhor medição para cada elemento, dentre as iterações disponíveis, proporcionando confiança no conjunto de dados reportado.

Diluição prescritiva automática aumenta a produtividade das análises de rotina

Com a capacidade de diluir soluções em até 400x, o ADS 2 realiza diluições prescritivas precisas especificando um fator de diluição no software. Esse recurso é útil em laboratórios que fazem diluições de rotina, eliminando das operações diárias uma etapa manual demorada.

Tradicionalmente, para quantificar os elementos principais e elementos-traço em produtos químicos de alta pureza por meio da ICP-OES, era necessário preparar vários vials da mesma amostra para medir as faixas de calibração separadas para cada elemento, evitando, assim, as interferências dos EIE. No entanto, com os ICP-OES VDV 5800 e ADS 2, Li pode ser quantificado em LiCl junto com os elementos-traço em uma única preparação da amostra.

Para quantificar Li na matriz de LiCl a 1%, calculou-se que era necessária uma diluição adicional em 200x para que a medição ficasse na faixa de calibração de 0 a 10 mg/L. Essa solução foi preparada automaticamente com o ADS 2, usando a diluição prescritiva. Com isso, foi possível quantificar o Li usando um único método a partir de um único vial, sem precisar diluir nenhuma solução manualmente e sem preparar manualmente uma calibração separada. Com o ADS 2, o preparo manual de uma segunda amostra tornou-se desnecessário e o uso de consumíveis de laboratório adicionais (ou seja, dos vials de amostra e das ponteiros das pipetas feitos de plástico e do diluente adicional à base de ácido) foi reduzido.

Resultados e análise

Calibração automática e linearidade

Conforme mostrado na Tabela 3, 27 elementos foram calibrados entre 0,010 e 1,000 mg/L usando calibração automática, enquanto o Li foi calibrado automaticamente entre 0,100 e 10,00 mg/L. Cada ponto de calibração foi criado por diluição automática de padrão de estoque único em múltiplos fatores usando o ADS 2. A solução estoque foi preparada a 10 mg/L de Li e 1 mg/L de todos os outros elementos. Partindo dessa solução estoque, as diluições automáticas de 100x, 20x, 10x e 1x forneceram uma calibração de quatro pontos em toda a faixa de calibração.

Todas as curvas de calibração foram lineares dentro da faixa, conforme indicado pelos coeficientes de correlação entre 0,99986 e 1,0000. Um espectro representativo e uma curva de calibração para Co são mostrados na Figura 4.

Tabela 3. Analito, correção de background, padrão interno e informações de calibração.

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

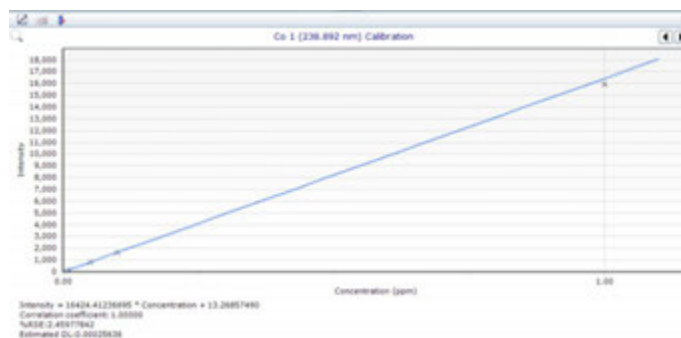
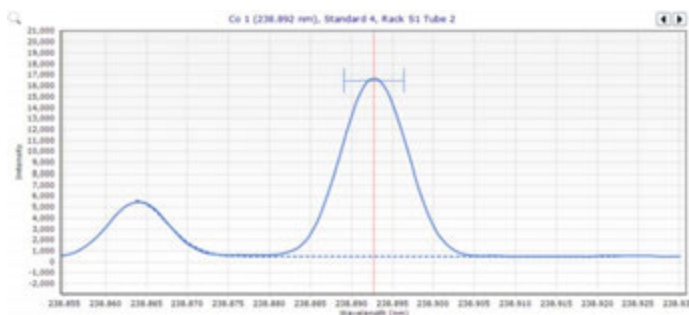


Figura 4. Um espectro representativo de Co 238,892 nm usando a correção ajustada de ruído automática (à esquerda) e curva de calibração linear (à direita) com um coeficiente de correlação de 1,0000 e erro padrão relativo < 3%.

Limites de detecção do método

Os limites de detecção do método (MDL) foram determinados usando as condições de operação do ICP-OES VDV 5800 especificadas na Tabela 1. Para determinar os MDL, 10 soluções do LiCl representativo a 1% em matriz de HNO₃ a 10% foram analisadas três vezes ao longo de três dias não consecutivos usando o ICP-OES VDV 5800 com o sistema de diluição automática ADS 2. O MDL para Li foi calculado separadamente, analisando uma solução de HNO₃ a 10%. Os MDL foram calculados como três vezes o DP das medições das 10 soluções. Em seguida, as três corridas foram calculadas e são mostradas antes e depois da aplicação do fator de diluição.

Os resultados quantitativos para todos os 28 elementos na amostra de LiCl a 1% também são apresentados na Tabela 4, que mostra a quantificação de alguns elementos-traço em concentrações de < 0,001 mg/L e o elemento Li da matriz em > 1.000 mg/L a partir de apenas um vial de amostra preparado.

Teste de recuperação de elementos adicionados

A Tabela 4 contém os resultados da análise das amostras fortificadas usando o ICP-OES VDV 5800 com o ADS 2. As soluções de LiCl a 1% foram fortificadas a 0,100 e 0,250 mg/L. Todas as recuperações com adição estavam dentro de ±10% da concentração esperada, demonstrando a precisão do método para análise de soluções de LiCl. Todas as informações de adição são exibidas antes da aplicação do fator de diluição e são representativas da adição presente na solução de LiCl a 1%.

Tabela 4. Os MDL (calculados em amostra e como amostra de 0,500 g na solução de 50 mL, respectivamente), os resultados quantitativos e os dados de recuperação para elementos medidos em LiCl usando o ICP-OES VDV Agilent 5800, n=3.

Elemento e comprimento de onda (nm)	LiCl a 1%			LiCl a 1% fortificado a 0,100 mg/L		LiCl a 1% fortificado a 0,250 mg/L	
	MDL em amostra (mg/kg)	MDL em solução(mg/L)	Concentração medida (mg/L)	Concentração medida (mg/L)	Recuperação de elementos adicionados (%)	Concentração medida (mg/L)	Recuperação de elementos adicionados (%)
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			

*Gerado a partir de uma solução em branco de HNO₃ a 10%.

Estabilidade a longo prazo

Para avaliar a estabilidade do ICP-OES VDV 5800 e do ADS 2, foram realizadas 375 medições de solução no período de 10 horas sem recalibração. As soluções eram compostas de uma solução de LiCl a 0,5% e um bloco de QC, que compreendia a solução CCB e CCV a 5 mg/L para todos os elementos, exceto Li, que estava presente a 50 mg/L. O ADS 2 realizou uma diluição de 10x em cada QC. Assim, a concentração final foi de 0,500 e 5,000 mg/L, respectivamente.

O gráfico das recuperações de CCV na Figura 6 mostra que a estabilidade de todos os elementos está dentro de $100 \pm 10\%$ durante toda a corrida analítica, que incluía diluição automática antes de cada medição. Os dados de recuperação e a exatidão (as %DPR inferiores a 3%) das medições demonstram que o método do ICP-OES VDV 5800 e ADS 2 tem excelente robustez para a análise de rotina de LiCl no período de 10 horas.

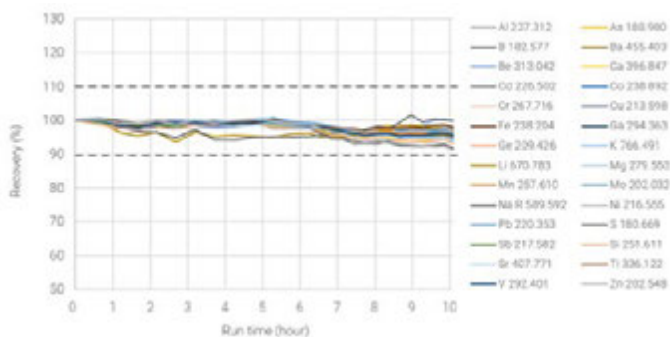


Figura 5. A recuperação normalizada de soluções de QC no período de 10 horas.

Conclusão

O ICP-OES VDV Agilent 5800 integrado com o Agilent ADS 2 foi usado para quantificar 27 elementos-traço de impureza elementar e lítio em um sólido de LiCl a 99%. O LiCl é cada vez mais usado na produção de precursores químicos de lítio que são usados no setor de baterias de íons de lítio (LIB). O uso do ADS 2 e do software dedicado proporcionou benefícios de automação que melhoraram a produtividade, reduziram o preparo manual de amostras e o desperdício e evitaram erros humanos. Os benefícios do método automatizado do ICP-OES 5800 com ADS 2 incluem:

- Calibração automática: a calibração completamente automatizada a partir de uma solução estoque eliminou a necessidade de preparar os padrões manualmente para cobrir a ampla faixa de concentração de analitos.
- Diluição prescritiva: o ADS 2 foi usado para diluir automaticamente a amostra de LiCl a 1% 200 vezes para que o Li fique dentro da faixa de calibração superior de 10 mg/L. Com isso, foi possível quantificar o Li usando um único método, sem precisar diluir nenhuma solução adicional manualmente.
- Diluições reativas: o ADS 2 diluiu automaticamente uma amostra quando a proporção do padrão interno excedeu 2,0 e a concentração de sódio excedeu a faixa de calibração.
- Linha de resumo: o recurso do software selecionou e exibiu os melhores resultados de medição dentre os resultados disponíveis da medição repetida de diluição reativa. Isso possibilitou a visualização direta dos dados e reduziu o tempo necessário para o processamento manual de dados.

O método ICP-OES VDV 5800 produziu os resultados de alta qualidade. Os MDL estavam abaixo de 1 mg/kg para a maioria dos elementos na amostra. As recuperações de todos os 27 elementos, fortificados a 0,100 e 0,250 mg/L, ficaram entre 90 e 110%, indicando a precisão alta. O instrumento apresentou excelente estabilidade e robustez ao longo de 10 horas, com as recuperações da medição de QC entre 90 e 110% e as %DPR médias abaixo de 3%.

Este estudo confirma que o 5800 com ADS 2 está adequado para a análise de QC de matriz com alto teor de sólidos totais dissolvidos como LiCl. Esses tipos de amostras complexas são encontrados na maioria dos estágios do processo de fabricação de LIB. O método foi aprimorado com o diluidor automático ADS 2, que aumentou a produtividade reduzindo o manuseio manual de padrões e amostras.

Referências

- 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>
- A Practical Guide To Elemental Analysis of Lithium Ion Battery Materials Using ICP-OES, Agilent publication, [5994-5489EN](#)
- 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. 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

Part numbers Agilent

Descrição	Part Number
Tocha semidesmontável de 1,8 mm de fácil conexão para ICP-OES VDV/SVDV da série 5000	G8010-60236
Câmara de nebulização de passagem dupla, design ciclônico de vidro com soquete de junta esférica e a saída de dreno UniFit, para ICP-OES da série Agilent 5000	G8010-60256
Nebulizador concêntrico de vidro SeaSpray para ICP-OES da Série 5000	G8010-60255
Seringa, 5 mL, diluidor ADS (para arraste de ICP-OES e ICP-MS)	5299-0037
Seringa, 10 mL, diluidor ADS (para diluente de ICP-OES)	5299-0038
Loop de amostra ADS/AVS 1,50 mL ID de 1,00 mm 1/pcte	5005-0425
Tubulação da bomba peristáltica, branco/branco, 12/pcte	3710034400
Tubulação da bomba peristáltica, preto/preto, 12/pcte	3710027200
Tubulação da bomba peristáltica, azul/azul, 12/pcte	3710034600
Kit de frasco de diluente/arraste para ADS 2 e amostrador automático (6 L, PEAD)	5005-0435
Kit para recipiente para resíduos, 10 L com filtro e tampa Stay Safe	5005-0437

Padrão de controle de qualidade multielementar Agilent 27	5190-9418
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Al, 500 mL	5190-8243
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para As, 500 mL	5190-8247
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para B, 500 mL	5190-8255
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ba, 500 mL	5190-8249
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Be, 500 mL	5190-8251
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Bi, 500 mL	5190-8253
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ca, 500 mL	5190-8330
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Cd, 500 mL	5190-8328
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Co, 500 mL	5190-8347
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Cr, 500 mL	5190-8345
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Cu, 500 mL	5190-8349
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Fe, 500 mL	5190-8472
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ga, 500 mL	5190-8458
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ge, 500 mL	5190-8460
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para In, 500 mL	5190-8468
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para K, 500 mL	5190-8504
Solução estoque monoelementar Agilent 10.000 ppm para Li, 500 mL	5190-8409
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Mg, 500 mL	5190-8482
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Mn, 500 mL	5190-8484
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Mo, 500 mL	5190-8488
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Na, 500 mL	5190-8526
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ni, 500 mL	5190-8492
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Pb, 500 mL	5190-8476
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Rb, 500 mL	5190-8512
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para F, 500 mL	5190-8530
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Sb, 500 mL	5190-8245
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Si, 500 mL	5190-8522
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Te, 500 mL	5190-8534
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Sr, 500 mL	5190-8528
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Ti, 500 mL	5190-8546
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para V, 500 mL	5190-8552
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Y, 500 mL	5190-8556
Solução estoque monoelementar Agilent 1.000 ppm para Zn, 500 mL	5190-8558

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE83497726

Essas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.