

## ICP-OES를 이용한 리튬 염수 내 주요 원소 정량

AVS 7 스위칭 밸브가 장착된 Agilent 5800 ICP-OES를 이용한 고매트릭스 시료의 빠르고 견고한 분석

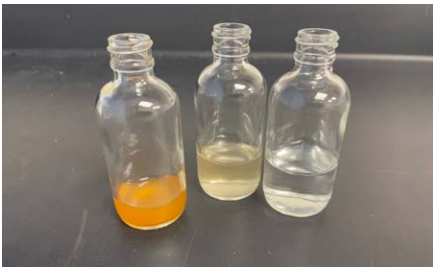


그림 1. 다양한 농도의 염수 시료의 리튬 함량이 측정되었습니다. 이것들은 희석되지 않은 시료입니다.

### 배터리 기술을 위한 리튬의 중요성

국가들이 에너지 생산을 위해 화석 연료를 사용하는 것에서 벗어나면서 재생 에너지 발전과 대용량 배터리 저장 솔루션에 대한 투자를 늘리고 있습니다. 리튬(Li)은 고밀도, 충전식 배터리 및 배터리 팩 생산의 핵심 원료입니다. 리튬 이온 배터리에 대한 수요를 만족하기 위해, 새로운 소스 또는 기존 소스로부터 더 많은 리튬을 추출해야 합니다. 이온으로서의 용해성 때문에 리튬은 바닷물에 존재하며, 일반적으로 염분이 풍부한 염수에서 얻습니다.

배터리의 성능을 향상시키기 위해 제조업체들은 더 높은 순도의 원료를 요구하고 있습니다. 따라서 리튬과 리튬 화합물의 공급업체는 리튬을 추출하기 전에 몇 가지 핵심 원소를 측정해야 합니다. 그러나 총 용존 고형물(TDS) 함량이 높고 밀도가 높으며 염수 시료에 조류와 용해되지 않은 입자가 존재할 가능성 때문에 ICP 기반 기술로는 응용이 까다롭습니다. 높은 TDS 시료에서 해리되지 않은 매트릭스는 시료 주입 시스템에 침전되거나 플라즈마를 쿨칭하여 기기의 장기적인 안정성에 영향을 줄 수 있습니다.

### 견고한 ICP-OES를 이용한 실제 염수 시료의 평가

NaCl이 15-25% 함유된 상등액 염수 시료(그림 1)를 5% HNO<sub>3</sub>에 1:20 및 1:100으로 희석했습니다. 그런 다음 AVS 7 스위칭 밸브 및 SPS 4 자동 시료 주입기가 장착된 Agilent 5800 Vertical Dual View (VDV) ICP-OES를 사용하여 두 시료 모두에서 B, Ca, Li, Mg, Mn, Si, K, Sr를 측정했습니다. 많은 양의 NaCl(시료와 유사)을 포함하는 매트릭스 일치 검량 표준물질은 전처리하기 위한 시간 소모를 피하기 위해 내부 표준물질 혼합물의 선택에 주의를 기울였습니다. 내부 표준물질은 물리적 매트릭스 및 비 스펙트럼(쉽게 이온화되는 원소(EIE)) 간섭을 보정하는 데 사용됩니다. Sc(5ppm), In(25ppm), Rb(75ppm)를 포함하는 내부 표준물질 혼합물을 AVS 7의 7번째 포트를 사용하여 인라인으로 추가했습니다.

## 기기 유지보수 감소

ICP 기기의 시료 도입 시스템에서 높은 매트릭스의 염수 시료를 분석하는 것은 어려울 수 있습니다. AVS 7은 ICP-OES에 더 적은 시료를 주입하므로, 높은 TDS 시료의 더 적은 고체가 기기에 도달합니다. 따라서 AVS는 세척 빈도를 크게 줄이고 부품 및 소모품의 수명을 연장합니다. AVS는 또한 Na로부터의 캐리오버 및 토치 실패 현상을 최소화합니다.

조기 유지보수 피드백(EMF) 진단은 유지보수가 필요할 때 분석자에게 알려주며, 카운터를 사용하여 기기 사용을 추적합니다 (그림 2). 5800 ICP-OES를 AVS 7과 함께 사용할 경우, 분석자가 유지보수 알림을 받기 전에 더 많은 시료를 측정할 수 있도록 카운터를 조정할 수 있습니다.

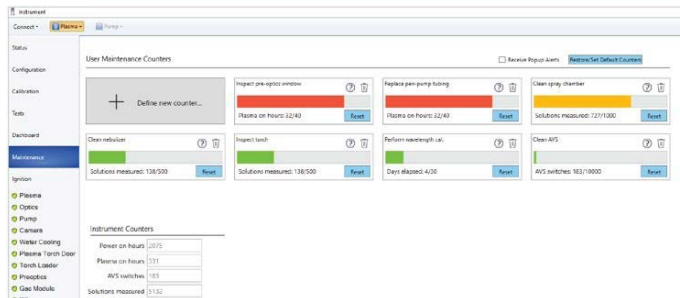


그림 2. EMF는 신호등 시스템을 사용하여 어떤 유지보수 작업을 즉시 수행해야 하는지(빨간색) 그리고 어떤 작업이 대기할 수 있는지(초록색) 표시합니다. EMF는 또한 소모품이 교체가 필요할 때만 교체하도록 보장합니다.

## MultiCal을 사용하여 측정 범위 확장

염수에는 높은 ppb~백분율 수준의 원소가 포함되어 있으므로, 과도한 시료 희석 단계를 방지하고 재측정을 방지하기 위해 ICP-OES에 넓은 직선 측정 범위(LDR)가 필요합니다. 5800의 Agilent Vista Chip III 검출기는 전체 파장 영역을 제공하므로 두 개 이상의 파장을 사용하여 여러 원소를 측정할 수 있습니다. 서로 다른 파장은 종종 다른 감도를 가지기 때문에, 파장의 조합은 동일한 원소에 사용될 수 있습니다. Agilent ICP Expert 소프트웨어 내의 MultiCal 기능을 사용하여 Mg 및 Ca에 대한 여러 검량 범위를 생성했으며, 이는 성능의 저하 없이 LDR을 빠르고 효과적으로 확장할 수 있는 방법입니다.

## 실제 시료의 재현성있는 데이터

염수 시료 3개를 1:20과 1:100으로 희석하고 AVS 7이 장착된 5800 ICP-OES를 사용하여 분석했습니다. 모든 원소에 대한 결과는 0.2와 7.4%의 상대 백분율 차이로 재현성 있었으며, 시료와 TDE 효과 사이의 점도 차이를 보정하기 위한 내부 표준 원소의 효율성을 확인했습니다. 또한 데이터의 재현성은 분석법의 정확성과 매트릭스 효과가 없음을 확인했습니다.

표 1. 두 번 희석한 3개의 대표 염수 시료 내 Li, Mn, Sr, Mg, K, Ca, B, Si에 대한 평균 정량 데이터 및 결과의 상대 백분율 차이(RPD).

원소, 파장	염수 1 농도, mg/L			염수 2 농도, mg/L			염수 3 농도, mg/L		
	1:20	1:100	RPD, %	1:20	1:100	RPD, %	1:20	1:100	RPD, %
Li 670.783	108.3	105.0	3.0	48.5	49.5	2.2	28.8	28.8	0.3
Mn 257.610	0.920	0.883	4.1	0.411	0.388	5.7	0.655	0.641	2.1
Sr 216.596	573	545	4.9	117	117	0.6	71.1	69.7	2.1
*Mg	884	860	2.8	1118	1130	1.1	260	263	1.2
K 766.491	4567	4609	0.9	3533	3806	7.4	1499	1523	1.6
*Ca	25782	24812	3.8	4444	4495	1.1	1591	1577	0.9
B 249.678	175	165	5.6	47.1	47.2	0.2	36.5	36.7	0.6
Si 251.611	23.8	22.2	6.9	4.56	4.35	4.8	3.01	3.13	4.0

\*MultiCal 검량에 사용되는 파장의 조합.

Li 추출에 사용되는 실제 염수 시료 분석을 위한 radial view 모드에서 Agilent 5800 ICP-OES의 장점:

- 수직 ICP 플라즈마 및 RF 시스템은 높은 TDS의 시료를 처리하여 염수에 대해 재현성 있는 결과를 제공합니다
- AVS 7은 시료 주입 시스템을 통과하는 시료가 적기 때문에 토치의 유지보수 및 세척 요구 사항을 줄였습니다
- 시료간 73초로 빠른 분석 시간이 달성되었으며, 이는 캐리오버로 약명 높은 시료 유형에 비해 상대적으로 빠릅니다
- Vista Chip III 검출기의 광범위한 파장 범위는 MultiCal을 통해 여러 검량 범위를 결합하여 주요 원소의 LDR을 증가시킬 수 있었습니다
- 모든 시료를 희석하고 MultiCal을 사용하여 전체 농도 범위를 다뤘습니다
- 120개의 시료를 연속적으로 측정했을 때 드리프트, 막힘 또는 플라즈마 퀸칭이 발생하지 않았습니다

이 연구는 실제 염수 시료로 속도, 검출 한계, 캐리오버 관리 및 시료 전처리 간의 좋은 절충안을 달성할 수 있음을 보여줍니다.

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

DE27517618

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

한국에질런트테크놀로지스(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

© Agilent Technologies, Inc. 2022  
2022년 7월 19일 한국에서 인쇄  
5994-4868KO

