

# Cuantificación de impurezas de metales en las materias primas de las baterías de iones de litio mediante ICP-MS/MS

Análisis sensible y robusto de 64 elementos en carbonato de litio utilizando el sistema de ICP-QQQ Agilent 8900

## Autor

Tetsuo Kubota

Agilent Technologies, Inc.



Figura 1. Batería de iones de litio.

## Mayor necesidad de energía y capacidad de almacenamiento de las baterías

La demanda de baterías de iones de litio (Li-ion) de alta capacidad y alta densidad aumenta rápidamente, en especial para su uso en artículos electrónicos de consumo, vehículos eléctricos (EV) y para el almacenamiento asociado a la generación de electricidad renovable. La pureza de los materiales, como el carbonato de litio ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ) empleado en el electrolito y el cátodo de la batería, influye enormemente en el rendimiento del dispositivo final. Para controlar el nivel de impurezas inorgánicas en los componentes de las baterías, los proveedores y fabricantes de materias primas analizan el nivel de trazas de metal en los productos químicos, normalmente usando una técnica multielemental sensible como la ICP-MS.

Un sistema de ICP-MS de triple cuadrupolo (ICP-QQQ) Agilent 8900 con lente m proporciona la robustez, sensibilidad y capacidad de eliminación de interferencias que necesita esta aplicación. El plasma robusto y la lente m del sistema 8900 permiten medir sales de litio con alto contenido en matriz tras un solo paso de dilución, lo que minimiza el riesgo de contaminación que existe con las múltiples diluciones. El análisis de trazas de 64 elementos se consiguió utilizando un solo método de ajuste múltiple. La configuración de MS/MS del sistema 8900 permite el uso de una química de reacción controlable para analitos que experimentan superposiciones espectrales debido a interferencias poliatómicas, isobáricas o de doble carga (1).

## Análisis cuantitativo de $\text{Li}_2\text{CO}_3$ mediante ICP-MS/MS

Se compró  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  de alta pureza a dos fabricantes. Se disolvieron 0,25 g de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  en 250 g de  $\text{HNO}_3$  de alta pureza al 1 % (TAMAPURE-AA-100) y la disolución se estabilizó durante 15 min para desgasificar el  $\text{CO}_2$ . Se calcularon tres límites de detección del método (MDL)  $\sigma$  a partir de tres mediciones de la muestra de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  no enriquecida, multiplicadas por el factor de dilución (1.000). Se determinaron las concentraciones de todos los analitos mediante el método de adición de patrones (MSA) al enriquecer una de las muestras de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . La Tabla 1 presenta los MDL del nivel de ng/kg a  $\mu\text{g}/\text{kg}$  y concentraciones bajas para la mayor parte de los 64 analitos en las dos muestras de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .

## MDL y resultados cuantitativos de impurezas

**Tabla 1.** Analitos, MDL y concentración de impurezas en dos muestras de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ , A y B, con corrección debido al factor de dilución (x 1.000). Todas las unidades, mg/kg.

Q1/Q2, analito	Gas de celda	MDL	$\text{Li}_2\text{CO}_3$ , muestra A	$\text{Li}_2\text{CO}_3$ , muestra B
11 -> 11 B	Sin gas	0,032	0,089	0,049
23 -> 23 Na	$\text{O}_2$	0,055	0,599	2,29
24 -> 24 Mg	$\text{O}_2$	0,025	0,130	0,254
27 -> 27 Al	$\text{O}_2$	0,060	0,264	0,687
28 -> 28 Si	$\text{H}_2$	0,050	32,3	28,4
31 -> 47 P	$\text{O}_2$	0,016	<MDL	<MDL
32 -> 48 S	$\text{O}_2$	1,11	8,64	3,19
39 -> 39 K	$\text{O}_2$	0,020	0,306	0,195
40 -> 40 Ca	$\text{H}_2$	0,411	14,2	29,0
45 -> 61 Sc	$\text{O}_2$	0,001	0,001	<MDL
48 -> 64 Ti	$\text{O}_2$	0,010	<MDL	<MDL
51 -> 67 V	$\text{O}_2$	0,004	0,043	0,016
52 -> 52 Cr	$\text{O}_2$	0,001	0,029	0,020
55 -> 55 Mn	$\text{O}_2$	0,003	0,030	0,044
56 -> 56 Fe	$\text{O}_2$	0,014	0,207	0,187
59 -> 59 Co	$\text{H}_2$	0,007	0,042	0,260
60 -> 60 Ni	$\text{O}_2$	0,010	0,023	0,012
63 -> 63 Cu	$\text{O}_2$	0,006	0,054	0,037
66 -> 66 Zn	$\text{O}_2$	0,078	1,12	0,650
71 -> 71 Ga	$\text{O}_2$	0,003	<MDL	<MDL
72 -> 72 Ge	$\text{O}_2$	0,001	0,001	0,001
75 -> 91 As	$\text{O}_2$	0,021	0,225	0,227
78 -> 78 Se	$\text{H}_2$	0,009	0,022	0,014
85 -> 85 Rb	Sin gas	0,0003	0,001	0,0004
88 -> 88 Sr	Sin gas	0,002	0,014	0,043
89 -> 105 Y	$\text{O}_2$	0,008	0,173	0,533
90 -> 106 Zr	$\text{O}_2$	0,007	0,011	<MDL
93 -> 93 Nb	Sin gas	0,0001	0,0001	0,0001
95 -> 95 Mo	$\text{H}_2$	0,001	<MDL	<MDL
101 -> 101 Ru	$\text{O}_2$	0,0003	<MDL	<MDL
103 -> 103 Rh	Sin gas	0,0001	<MDL	<MDL
105 -> 105 Pd	$\text{H}_2$	0,002	<MDL	0,008
107 -> 107 Ag	$\text{O}_2$	0,001	<MDL	<MDL
111 -> 111 Cd	$\text{H}_2$	0,002	<MDL	<MDL
118 -> 118 Sn	$\text{O}_2$	0,001	0,003	0,002
121 -> 121 Sb	Sin gas	0,001	<MDL	0,001

Tabla 1, continuación...

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

DE05138696

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2022  
Impreso en EE. UU., 3 de octubre de 2022  
5994-5341ES

Tabla 1, continuación

125 -> 125 Te	Sin gas	0,004	<MDL	<MDL
133 -> 133 Cs	$\text{H}_2$	0,002	0,007	0,003
137 -> 137 Ba	$\text{O}_2$	0,011	0,165	0,349
139 -> 139 La	Sin gas	0,002	0,013	0,006
146 -> 146 Nd	Sin gas	0,001	0,001	<MDL
147 -> 147 Sm	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL
153 -> 153 Eu	Sin gas	0,0002	<MDL	<MDL
157 -> 173 Gd	$\text{O}_2$	0,001	0,001	0,003
159 -> 159 Tb	Sin gas	0,0002	<MDL	<MDL
163 -> 163 Dy	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL
165 -> 165 Ho	Sin gas	0,0001	<MDL	<MDL
166 -> 166 Er	Sin gas	0,0003	<MDL	<MDL
169 -> 169 Tm	Sin gas	0,0001	<MDL	<MDL
172 -> 172 Yb	Sin gas	0,0002	<MDL	<MDL
175 -> 175 Lu	Sin gas	0,0001	<MDL	<MDL
178 -> 178 Hf	$\text{H}_2$	0,001	<MDL	<MDL
181 -> 181 Ta	Sin gas	0,0003	<MDL	<MDL
182 -> 182 W	Sin gas	0,002	0,009	0,011
185 -> 185 Re	Sin gas	0,0003	<MDL	<MDL
193 -> 193 Ir	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL
195 -> 195 Pt	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL
197 -> 197 Au	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL
208 -> 208 Pb	Sin gas	0,005	0,093	0,075
209 -> 209 Bi	Sin gas	0,0004	<MDL	<MDL
232 -> 232 Th	Sin gas	0,0001	<MDL	<MDL
238 -> 238 U	Sin gas	0,001	<MDL	<MDL

### Comprobación del nivel de pureza del $\text{Li}_2\text{CO}_3$

De acuerdo con los proveedores de las muestras A y B de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ , la pureza del material fue del 99,99 y 99,9 %, respectivamente. Para comprobar las menciones de pureza que realizan los fabricantes, se sumaron las concentraciones de los 64 elementos medidos en cada muestra para obtener un nivel total de impurezas, como se muestra en la Tabla 2. Al restar las impurezas totales, se obtuvieron unos niveles de pureza del 99,994 % (muestra A) y del 99,993 % (muestra B), lo que confirmó las purzas que mencionaban los fabricantes. El estudio demuestra la idoneidad del sistema de ICP-QQQ 8900 para el análisis de una gran variedad de posibles analitos de interés en las complejas muestras de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  con alto contenido en matriz, analizadas con un solo método de ajuste múltiple.

**Tabla 2.** Nivel de pureza calculado de las muestras A y B de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .

	$\text{Li}_2\text{CO}_3$ , muestra A	$\text{Li}_2\text{CO}_3$ , muestra B
Impureza (mg/kg)	58,9	66,5
Pureza (%)	99,994	99,993

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

