

ICP-OES によるリチウムイオン電池材料の 元素分析実践ガイド



目次

リチウムイオン電池材料のライフサイクル	3
各段階での元素分析測定	3
資源抽出時の元素分析	4
電池製造時の元素分析	4
リサイクル時の元素分析	5
分析における課題	6
よくある分析の問題とその解決方法	7
ネブライザの詰まり	7
安定性の低い測定	8
Na や K などの元素で見られる高めの分析結果	9
カリウムの直線性に関する実施例	10
高いバックグラウンド信号	11
バックグラウンド位置の難しさ	11
サンプル導入系の交換	12
測定精度の低さ	13
電池および電池材料の規制と標準	15
電池原材料試験に関する ISO 標準	16
リチウム電池材料に関する中国標準	17
リチウム電池業界向けのアジレントのソリューション	18



リチウムイオン電池材料の ライフサイクル

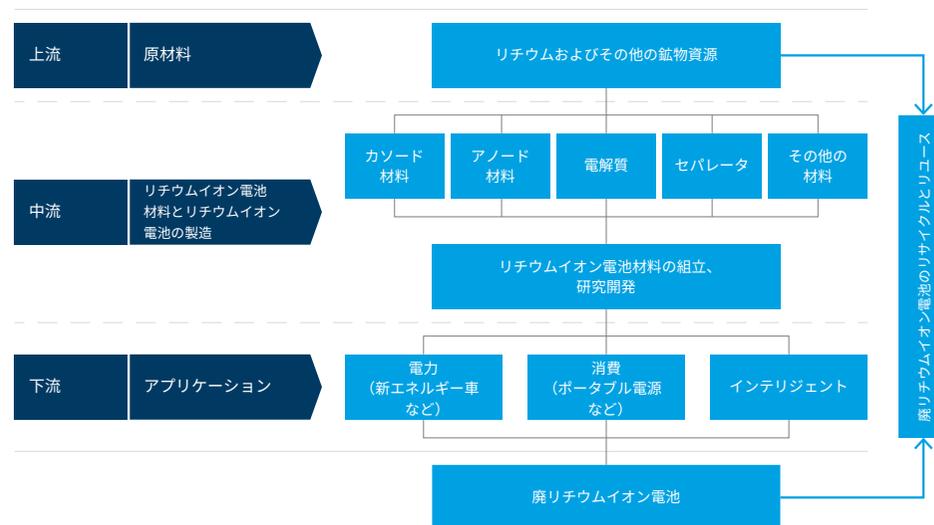


各段階での元素分析測定

リチウム電池業界では、バリューチェーンに沿った材料の元素組成の分析が必要とされます。

- リチウムおよびその他の鉱物の抽出：鉱石および鹹水に含まれる元素の同定と定量化、および精製プロセスにおける金属および磁気不純物の同定と定量化
- リチウム電池の研究開発：コンポーネント間の相互作用の研究、電池の安全性・性能・サイクル寿命・電力密度・エネルギー密度の改善のための電池に使用されるさまざまな元素の影響調査、分解生成物中の元素測定
- リチウム電池製造品質管理：アノード、カソード、電解質材料中の不純物測定、鉛・水銀・クロムなどの制限元素の管理
- 製造環境モニタリング：工場排出物が規制限界内であることの確認
- リチウム電池のリサイクルと有価金属元素（Ni、Co、Mn、Li など）の資源回収

リチウムイオン電池産業



資源抽出時の元素分析

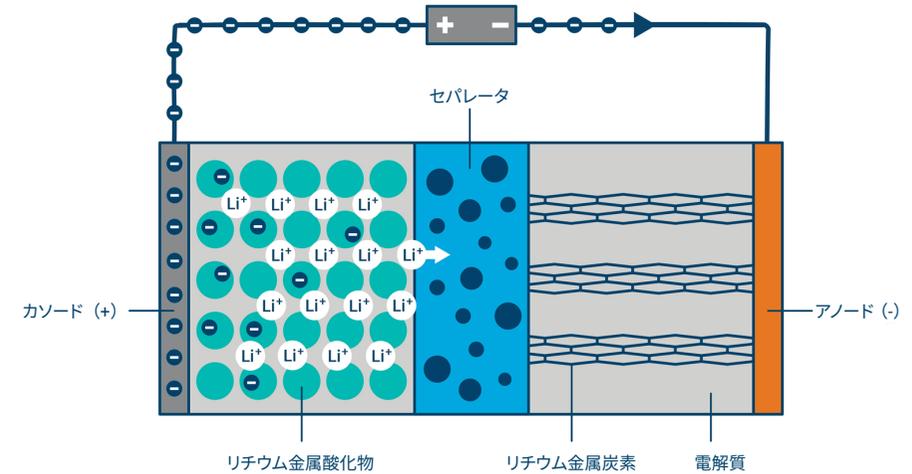
電池メーカーは、より純度の高い原材料を求めています。リチウムおよびリチウム化合物のサプライヤーは、抽出プロセスと最終製品の品質を管理するために、抽出前に鉱石や鹹水に含まれる数種類の重要な元素の含有量を決定する必要があります。

こうしたサンプルに含まれる元素の分析は、ICP ベースの分析技法では困難です。サンプルは通常、総溶解固形分（TDS）含有量が多く、溶液の密度が高く、さらに鹹水サンプルに藻類や未溶解粒子が存在する可能性があります。これらのサンプル中のマトリックスは、導入系に蓄積したり、プラズマをクエンチしたりして、測定の長期安定性に影響を与えるおそれがあります。鉱石や鹹水には、さまざまな元素が未知の量で含まれている可能性があります。この未知の組成は、スペクトル干渉および物理干渉を引き起こす可能性があり、測定の精度に影響を与える場合があります。

電池製造時の元素分析

リチウムイオン電池は、次の 4 つの基本コンポーネントで構成されています。

- カソード材料：これらには、リチウムリン酸鉄、リチウム、ニッケル、マンガン、コバルトなどをはじめ、さまざまなカソード材料が含まれます。カソード材料の性能は、電池のエネルギー密度、安全性、およびサイクル寿命に影響を与えます。
- アノード材料：アノード材料には、金属、金属酸化物、無機非金属（炭素やシリコンなど）が含まれます。アノード材料の性能は、電池のエネルギー密度に大きく影響します。
- セパレータ材料：これらは通常、ポリプロピレンやポリエチレンなどの有機材料で作られた膜です。セパレータの材料は、容量、サイクル性能、電流密度、その他の電気的特性に影響を与える可能性があります。
- 電解質：これには、高純度の有機溶媒、電解質リチウム塩、および添加剤が含まれます。電解質材料の性能は、電池の安全性に影響を与える可能性があります。



リチウムイオン電池は、カソード、アノード、電解液、セパレータで構成されます。充電時にはリチウムイオンがカソードからアノードに流れ、放電時には流れが逆になります。

電池メーカーは通常、次のコンポーネント中の不純物と元素組成を測定します。

- 電解質
- グラファイトアノード材料
- カソード材料

メーカーは規制に準拠するために、工場から排出されるすべての元素組成を測定することも求められます。

リサイクル時の元素分析

リチウムイオン電池のコンポーネントの約95%はリサイクルすれば、新しい電池に変わるか、他の産業で利用することができます。回収された材料は、電池のコストの半分以上を占めるため、リサイクルへの強い動機付けになります。コバルトやニッケルなどの一般的なカソード材料の価格は大きく変動します。これらの元素の多くは、政治的に不安定な国から調達されています。例えば、世界のコバルト埋蔵量の50%がコンゴにあります。多くのリチウムイオン電池では、これらの金属の濃度は、リチウムやマンガンの濃度とともに、天然鉱石の濃度を超過しており、使用済み電池は高度に濃縮された鉱石のようなものです。これらの金属が使用済み電池から大規模かつ天然鉱石よりも経済的に回収できれば、電池の価格は下がるはずです。また、リサイクルを行えば、採掘が少なくなり、それに伴う社会的および環境的な害が少なくなります。

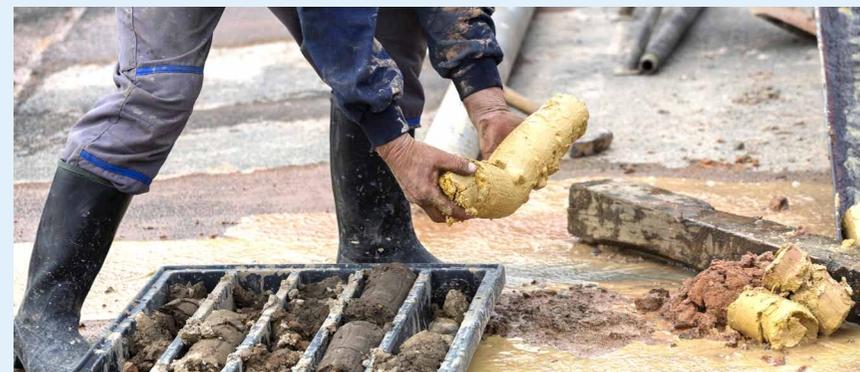
電池のリサイクルには通常、高温での溶解抽出、または製錬が含まれますが、これらは鉱業で使用されるプロセスに似ています。しかし、リチウムイオン電池をリサイクルするためのさらに適した方法を見出すために研究が盛んに行われており、元素分析はそこでの重要な分析技法です。電池の化学が絶えず変化する中で、リサイクルプロセスはより複雑になり、どの元素がどの程度の濃度で存在するかを同定する必要性がより重要になります。



分析における課題



電池材料のサプライチェーン全体でのサンプルの元素分析は、ICP ベースの分析技法では困難です。ここでのサンプルは通常、全溶解固形分 (TDS) 含有量が高く、イオン化しやすい元素を含んでいます。例えば、 LiCO_3 を分析する場合、プラズマ内にリチウムイオンが多量に存在すると、ナトリウムやカリウムなどのイオン化しやすい元素の測定に影響を与え、誤った結果が得られるおそれがあります。電池材料サンプルはまた、高いバックグラウンド信号を示し、干渉があるのが一般的です。リチウムはまた、トーチをはじめとするサンプル導入系を劣化させることで有名です。



典型的な電池コンポーネントのサンプルには次のような特徴があります。

- 溶解固形分が大量に含まれる
- 一部の元素の濃度が高く、他の元素は濃度が低い
- リチウム採掘サンプルには、さまざまな元素が含まれている可能性がある

こうした特徴を持つサンプルは、飲料水やその他の一般的な ICP-OES サンプルタイプよりも測定が困難です。

よくある分析の問題とその解決方法



ネブライザの詰まり

電池材料サンプルには、目に見えないほど小さな微粒子が含まれていることがあります。これらの粒子は、ガラス製同軸ネブライザ先端部を部分的または完全に詰まらせるおそれがあります。このような詰まりは、さまざまな問題を引き起こし、サンプルを再測定しなければならない状況を招きます。



症状

ネブライザが部分的に詰まった場合の典型的な症状は、継続キャリブレーション検証 (CCV) 標準液の回収率の低下として現れます。分析の間、CCV 溶液などの品質管理 (QC) 溶液を定期的に監視することが、優良試験所基準となります。CCV は通常、20 ~ 30 サンプルごとに実施されるため、不合格となった場合は、不合格となった QC の前に測定された 20 ~ 30 サンプルすべてを再測定する必要があります。一方、ネブライザが完全に詰まると、信号がまったく検出されず、内部標準を含むすべての元素の信号が低下するか、まったく出なくなるため診断が容易です。ネブライザの詰まりによるサンプルの再測定は、分析を通して CCV の測定結果と内部標準の測定結果をモニタリングすることで防止できます。

解決策

ネブライザが頻繁に詰まる場合は、以下の措置を取ることを検討してください。

- サンプルをろ過または遠心分離します。
- オートサンブラのプロープがサンプルに浸かる深さを、サンプルチューブの底より上の位置に設定します。これにより、チューブの底に沈殿した粒子がプロープによって吸い上げられるリスクを最小限に抑えることができます。
- ネブライザを、サンプルラインの内径が大きいタイプに交換します。これにより、詰まりが起こりにくくなります。
- スwitchングバルブを追加します。これにより、サンプルがサンプル導入システムに留まる時間が短くなり、分析時間を増やすことなく洗浄時間を長くすることができます。これらにより、詰まりが起こりにくくなり、トーチの劣化も抑えられ、寿命が延びます。
- アルゴン加湿器を使用して、ネブライザ先端を湿った状態に保つことにより、ネブライザの先端に固体が堆積しにくくなり、詰まりを減らすことができます。
- 微粒子を完全に分解するためにサンプル前処理法を実施します。これには、マイクロ波分解システムの使用が考えられます。

Agilent 5800 および 5900 ICP-OES は、ネブライザの圧力の変化を警告する「Neb Alert」機能を搭載しています。圧力上昇はネブライザが詰まりつつある可能性を、また圧力低下は接続部に漏れがある可能性を示します。圧力があらかじめ設定されたしきい値に達すると、画面上のアラートによって問題がリアルタイムに通知されます。この時点で分析を自動的に中止し、分析の品質に影響がおよぶ前に問題を解決することができます。

圧力はネブライザのタイプによってわずかに異なるため、Neb Alert 機能では、タイプに応じてアラートしきい値を調整できるようになっています。使用しているネブライザにとって何が「正常」なのかを知るには、Agilent ICP Expert ソフトウェアの分析ページでネブライザの圧力のプロットを調べるか、このソフトウェアのネブライザテスト機能を使用します。

安定性の低い測定

電池コンポーネントのサンプルに典型的なことですが、総溶解固形分（TDS）が高いサンプルを測定する場合、安定性が低下することがよくあります。

症状

測定の安定性は、測定精度にとって重要です。機器が安定している場合、同じサンプルを異なる時点で測定しても同じ結果が得られます。つまり、結果が「ドリフト」することはありません。安定性に問題がある場合、通常、サンプルバッチのさまざまなポイント、例えば 50 サンプルごとに測定された継続キャリブレーション検証（CCV）標準などの QC サンプルの結果が異なってきます。安定性に問題がある場合、例えば上下どちらかの方向に結果がずれる傾向を示すことがあります。

内部標準（IS）を使用している場合は、IS の繰り返し分析の %RSD と各溶液の内部標準の比を調べます。IS の濃度が、良好な信号対バックグラウンド比となるのに十分に高く、IS に対して感度の高い波長を選択した場合、IS の %RSD は約 1 % 未満になるはずですが、繰り返しの精度が良ければ、測定される内部標準比は $1 \pm 10\%$ 以内になるはずですが、この結果は、安定性が優れていることを示しています。



アジレントは、標準溶液、一般的な消耗品、電池製造プロセス全体で用いる消耗品をワンストップで提供します。

解決策

高マトリックスサンプルに最適なサンプル導入系を使用します。プラズマに導入するサンプル量を減らすと、安定性が向上します。

- 高マトリックスサンプルに適したアジレントのダブルパススプレーチャンバの使用。アジレントは、HF で分解されたサンプル用にイナートスプレーチャンバを提供しています。これは、高マトリックスサンプルにも最適です。イナートスプレーチャンバは、標準のガラスサイクロニクススプレーチャンバよりも高価ですが、安定性が向上しています。また、洗浄中に落としても壊れません。
- 高溶解固形分を含むサンプル用に設計されたネブライザ、Mira Mist の使用。
- より小さい直径のペリスタルティックポンプチューブの使用。サンプルには黒/黒のチューブ、内部標準にはオレンジ/緑のチューブを使用してください
- 混入ガスがネブライザ内で泡立ち、結果の信頼性が失われることがあります。サンプル脱気技法、サンプル前処理の一環として超音波処理または予熱などを行ってください
- 水冷システムの温度が± 1 °C 以内であることを確認してください。実験室の室温も安定している必要があります。これは、非常に低い濃度 (< 1 ppm) の元素を測定する場合に特に重要です。

Na や K などの元素で見られる高めの分析結果

症状

プラズマ中にリチウムおよびその他の金属イオンが多く含まれると、容易にイオン化する元素 (EIE)、一般に Na、K、Mg、Ca などの I 族および II 族元素の分析に影響を与え、誤って高い結果をもたらすおそれがあります。

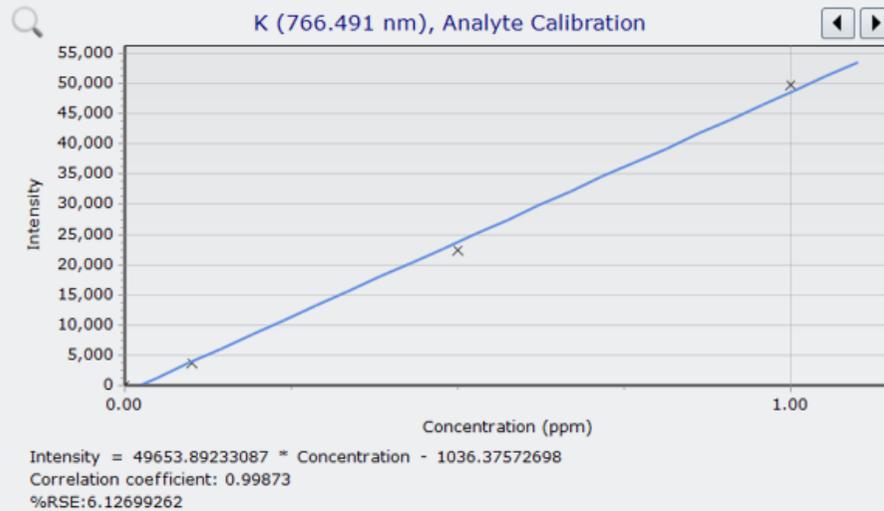
解決策

EIE 干渉を最小化または排除するには、次のようなアプローチを使用できますが、それぞれ複雑さやコストのレベルが異なります。

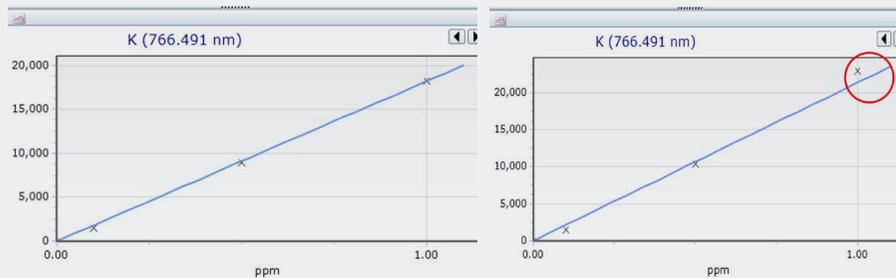
- ラディアル測定を用います。ラディアルビュー測定は、微量元素の分析に必要な感度がないため、EIE が微量濃度で存在する場合、検出下限に影響します。

- プラズマ条件は、EIE 元素の分析に適したものになるように、最適化できます。
- EIE 干渉を最小限に抑えるための検量線を作成するために、マトリックスマッチングした標準を使用することもできます。ただし、電池材料に見られるのと同じマトリックスで標準を取得するのは困難な場合があります。
- セシウムなどのイオン化抑制剤を使用することもでき、ターゲット分析成分元素の精度を向上させることができます。ただしイオン化抑制剤を使用すると、発光波長が変化し、サンプル導入系の摩耗が促進したりする可能性があります。
- 標準添加メソッド (MSA) は、特に干渉のために内部標準の使用が適切でない場合に、EIE 干渉を解決するのに推奨される方法です。マトリックスはすべての溶液に等しく影響を与えると想定されるため、標準添加は、測定からマトリックスの影響を排除するためによく使用されます。標準添加を使用すると、Na と K をアキシャルで測定することが可能になり、すべての元素が単一のビューモードで最高の感度で測定できます。MSA は、マトリックスマッチングの標準の調製を必要とするため、時間がかかる場合があります。
- 内部標準を使用して、標準溶液のマトリックスとサンプルのマトリックス間の変動を補正できます。内部標準を使用すると、リチウムイオン電池の分析によく見られるマトリックスマッチングを実施して、複雑なサンプルを測定する必要がなくなります。内部標準を選択するときは、サンプルに存在せず、サンプル内の元素による干渉がなく、サンプルと化学的に適合する元素を用いてください。同じ濃度の内部標準をすべての分析溶液 (ブランク、標準溶液、サンプル) に添加する必要があります。分析中に同じ濃度であることを保証する最も簡単な方法は、ICP-OES のペリスタルティックポンプを使用してオンラインでサンプルに添加することです。ブランク溶液中の内部標準元素に対して測定された発光強度が、サンプル中の内部標準元素の強度と比較されます。2 つの内部標準測定値の比率を使用して、測定しようとしている元素の強度に対するサンプルマトリックスの影響を補正できます。これは、発生する可能性のある EIE 元素の影響を補正する効果的な方法でもあります。

カリウムの直線性が悪い場合の実施例



問題点： K の検量線の相関係数は 0.99873 であり、0.999 という直線性要件を満たしていませんでした。多元素標準液が使用されていたため、イオン化が容易な元素（EIE）が K の測定値に影響を与える「EIE 効果」が原因である可能性が最も高いと考えられます。これは、単一元素カリウム標準液の検量線を多元素標準液の検量線と比較することによって確認されました（下の図を参照してください）。単一元素標準液での相関係数は 0.99982 であり、多元素では 0.99860 でした。



多元素標準液の検量線（右）は、最大濃度（赤丸）でリニアではありませんが、単一元素標準液（左）はすべての濃度でリニアです。

解決策： EIE 効果を克服するための 4 つの異なる方法を試しました。

- ラディアル測定
- 内部標準の使用（200 ppm Rb）
- イオン化抑制剤の使用（アキシャルビューおよび 1000 ppm Cs 溶液）
- アキシャルビュー、プラズマフロー 12 L/min、補助フロー 1 L/min、RF 電力 0.9 kW、ネブライザフロー 1.2 L/min によるメソッドの最適化

詳細を下の表に示します。

メソッド	相関係数	備考
ラディアル	0.99973	直線性は良好ですが、信号ルートのバックグラウンド比（SRBR）が低く、検出下限に悪影響を及ぼします。
内部標準	0.99998	優れた結果が得られ、設定も簡単ですが、Rb 標準のコストが分析に追加されます。また、他の元素（Na および Li）の測定も改善され、一般的に複雑なマトリックスを持つ実際のサンプルの品質データが向上します。
イオン化抑制剤とアキシャル	0.99983	直線性は良好ですが、Cs 溶液のコストが分析に追加されます。
アキシャルメソッドの最適化	0.99922	直線性は良好ですが、元素ごとに異なる設定を行う必要があります。例えば、K やその他の 1 族元素にはより低温のプラズマが必要ですが、As、Cd などの元素には高温のプラズマが必要です。

内部標準を使用した推奨解決策は、「Y」ピースを使用して内部標準溶液をオンラインで導入することで簡単に自動化できます（図を参照）。あるいは、Agilent AVS 7 などのスイッチングバルブを使用することもできます。



バックグラウンド信号の大きさ

電池材料サンプルは、高いバックグラウンド信号を示すことがよくあります。マトリックスはサンプルごとに異なることがあるため、バックグラウンド補正ポイントを手動で選択するのは複雑な作業になります。サンプルマトリックスに依存せず、バックグラウンド補正を高速、シンプル、かつ正確に行う手段が必要です。

症状

電池材料のマトリックスから生じる複雑なバックグラウンド信号は、最終的なサンプル結果を決定する際に補正する必要があります。図 1 では、サンプルマトリックス中の強い広帯域発光によりベースラインが傾斜しているため、発光ピーク (C) が高くなっています。これにより、実際のサンプルよりも高い結果となる可能性があります。

解決策

Agilent バックグラウンド補正 (FBC) 技法などのベースライン補正手法を使用して、ベースラインの傾斜の影響を取り除くことができます。Agilent バックグラウンド補正機能は、データの精度を向上させるだけでなく、検出下限を改善し、オフピークバックグラウンド補正手法を使用する場合によく起こる過補正を低減できます。

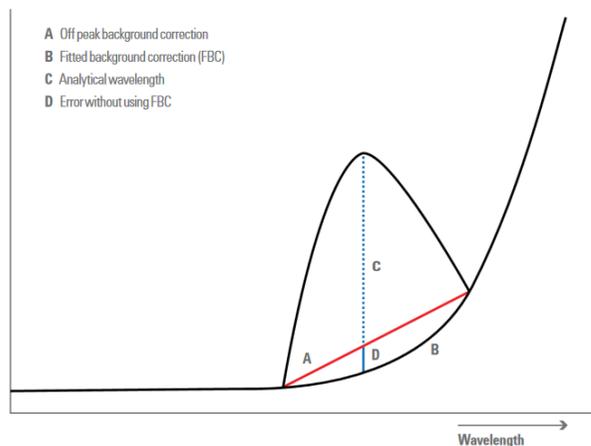


図 1. バックグラウンド補正

バックグラウンドマーカの配置の難しさ

電池コンポーネントには多くの場合、さまざまな元素がさまざまな量で含まれています。一部の高濃度の元素と低濃度の他の元素が組み合わせることにより、複雑なバックグラウンド信号が生じる可能性があります。分析対象物の波長ではない波長からのバックグラウンド発光は、使用したい分析対象物の波長に隣接している可能性があります。そのような場合、分析の真のバックグラウンドを決定することが難しくなり、結果に誤差が生じるおそれがあります。

症状

正確な結果を得るには、複雑なバックグラウンド信号を補正する必要があります。図 2 では、リン (P) の 213.618 nm における発光ピークが、他の元素のより高いピークに囲まれています。バックグラウンドピークマーカを配置する場所を決定するのが難しいため、P の結果が不正確になります。

解決策

Agilent バックグラウンド補正 (FBC) など、数学的アルゴリズムを適用して複雑なサンプルのバックグラウンドを自動的に補正するベースライン補正手法を使用します。バックグラウンドマーカを手動で配置することによる推測やエラーを排除し、データの精度と検出下限が改善されます。

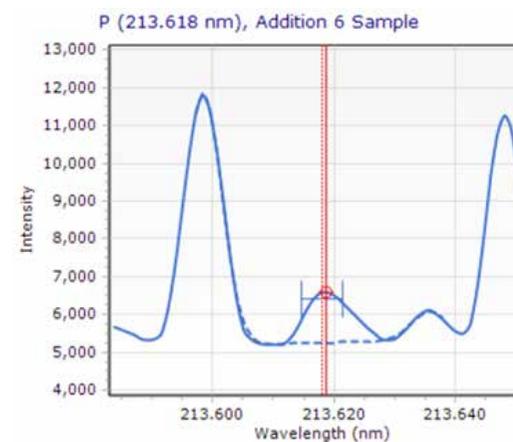


図 2. 電池カソード材料の P 213.618 nm のスペクトル。バックグラウンド補正が適用され、複雑で傾斜したバックグラウンドで正確な補正が保証されます。

サンプル導入系の交換

トーチ、ネプライザ、ポンプチューブなどを頻繁に交換する必要があると、時間と費用がかかります。分析ごとに適切なコンポーネントを選択することが重要です。

症状

リチウムは、トーチに負担をかけることで知られています。トーチを頻繁に交換する必要がある場合は、サンプル中のリチウムの影響が原因であることが考えられます。

フッ酸を使用してサンプルを分解すると、ガラス製サンプル導入系がすべて劣化して性能が大幅に低下し、ごく短期間での交換が必要になります。

有機化合物を含む電解液の測定では、従来のポンプチューブが損傷を受ける可能性があります。チューブは劣化すると、伸びて硬くなり、弾性がなくなります。チューブの状態が変化すると、分析中に結果の精度が低下したり、ドリフトが発生したりするおそれがあります。

解決策

リチウムを分析する場合は、一体型トーチではなく、フルデマンタブルトーチを使用してください。フルデマンタブルトーチを使用すれば、全部ではなく、損傷したコンポーネントのみを交換するだけで済みます。ラジアルの外部チューブを、フルデマンタブルトーチに取り付けます。この場合、短いアウターチューブが長持ちします。



図3. リチウムマトリックスが豊富なサンプルを分析する場合は、フルデマンタブルトーチを使用してください。これにより、リチウムによって損傷を受けたコンポーネントのみを簡単に交換できます。

分解にフッ酸 (HF) を使用している場合は、イナート (耐フッ酸対応) 試料導入システムキットを使用してください。このキットのコンポーネントは高性能で長寿命であることを保証する耐フッ酸材料で作られています。



図4. アジレントのイナートスプレーチャンバとOneNebネプライザは、HFで分解されたサンプルの分析に最適です。

大部分の電池コンポーネントの分析には標準のポンプチューブで問題ありませんが、電解質の分析には有機化合物に耐性のあるチューブを使用してください。アジレントの溶媒フレキシブルチューブ (Solvaflex) は、有機溶剤に適しています。

ICP-OES にスイッチングバルブを取り付けると、損傷を与える溶液とサンプル導入系が接触する時間が短縮され、コンポーネントの寿命が向上し、コストの削減になります。スイッチングバルブは、サンプル間の時間を短縮できるので、サンプルスループットも向上させます。

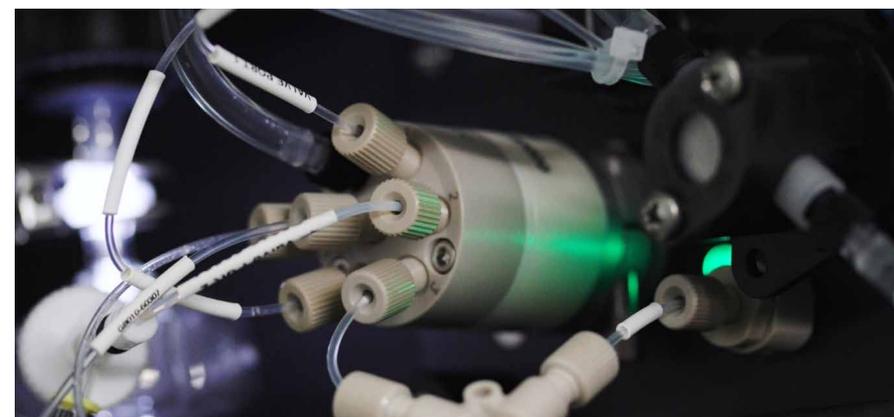


図5. AVS 7 スwitchングバルブは、サンプル導入系が腐食性溶液と接触する時間を短縮します。

測定精度の低さ

測定が不正確になる原因として、次のようなことが考えられます。

- スペクトル干渉
- 汚染
- マトリックスの影響
- 検量線の問題

症状

既知の濃度の元素について、間違った結果が報告されている。

解決策

現在、リチウム電池業界で利用できる認定標準物質（CRM）はほとんどありません。CRMとは、リチウム鉱石など特定の種類の代表的なサンプルのことで、CRMに含まれる元素の認証濃度値が提供されます。得られた結果を認証値と比較することによってメソッドの精度を確認するために、CRMが使用されます。サンプルを代表するCRMが利用できない場合は、サンプルにスパイクすることによりメソッドの精度を確認します。既知の量の元素が添加された（スパイクと呼ばれます）サンプルを、スパイクのないサンプルと比較すると、その差がスパイクに起因する濃度になります。

スペクトル干渉

ICP-OESにおいて、特に問題となる誤差の原因の1つは、スペクトル干渉です。

測定全波長範囲で、数万の元素発光線があります。図6に示すように、サンプル中の異なる元素から互いに近い波長で発光が発生することもあります。

未知の元素が存在する場合や、元素が高濃度で存在する場合に、それが測定に使用した発光線と重なると、目的元素の測定結果が誤って大きくなることがあります（図7参照）。

このような状況では、Agilent IntelliQuant スクリーニングも有用です。この機能を使用すると、サンプルを短時間でスクリーニングして、サンプル中の元素とその量を知ることができます。その後、メソッドを作成して別の波長を選択できます。別の波長が利用できない場合は、干渉補正アルゴリズムを適用して、スペクトルの重なりによる干渉を排除できます。

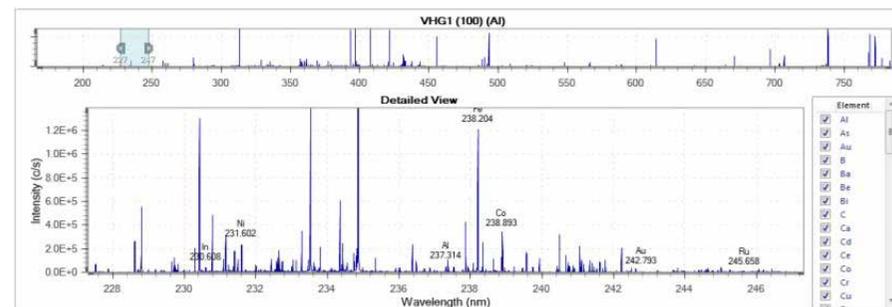


図6. 測定全波長範囲（約160～450 nm）全体に数万の元素発光線が存在します。この図では、225 nm～250 nm までのわずか 25 nm の領域の発光線を示しています。

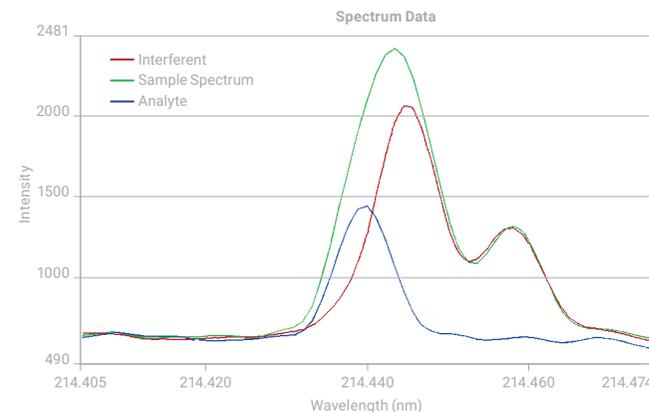


図7. この図はスペクトル干渉がどのように生じるかを説明しています。目的元素（青色）の発光線は、別の元素（赤色）の発光線と非常に近接しています。この2つの発光線を複合したものが、対象元素の発光線として測定されます。

汚染

汚染は、通常非常に低濃度で存在する元素の結果に影響を与える可能性があります。汚染は、ガラス製品を適切に洗浄していないなど、不適切なラボの慣行によって発生する可能性があります。以前に分析されたサンプルも、ホウ素、モリブデン、タングステンなどの吸着性の高い元素や「粘性のある」元素のキャリアオーバーによる汚染を引き起こすおそれがあります。これらの元素は、サンプル導入系に吸着します。このような状況が、その後のサンプル分析に影響を与えます。

検量線

電池コンポーネントのサンプルを測定する場合、検量線が分析結果の誤差の主な原因になる可能性があります。検量線の直線性が優れているからといって、結果が正確であるとは限りません。元素と他のマトリックスコンポーネント間の相互作用が、結果の精度に影響を与える可能性もあります。検量線精度を向上させる最も簡単な方法は、内部標準（ISTD）を使用することです。検量線で使用されるISTDの例について、10ページに掲載のメソッドを参照してください。

手動サンプリング

各サンプルを手作業で装置に導入すると、エラーが発生し生産性が低下するおそれがあります。オペレータが誤って間違ったサンプルを選んだり、サンプル間で十分な時間洗浄を行わなかったりする可能性があります。オートサンプラを使用してサンプルの選択を自動化すれば、エラーのリスクが軽減されます。スイッチングバルブと組み合わせてオートサンプラを使用すると、サンプルからサンプルまでの時間を短縮できるので、一定時間内にほぼすべてのサンプルを測定できます。また、オペレータが装置の前になくてもサンプルを測定できるため、オペレータのリソースをラボ操作の他の場所で活用できます。

さまざまな種類のリチウム電池中の金属含有量

電池の種類	電池中の金属	Ni 含有量	Co 含有量	Mn 含有量	Li 含有量	希土類
ニッケル水素 (NiMH) 電池	Ni, Co	35 %	4 %	1 %	–	8 %
コバルト酸リチウム電池	Li, Co	–	18 %	–	2 %	–
リン酸鉄リチウム電池	Li	–	–	–	1.1 %	–
マンガン酸リチウム電池	Li, Mn	–	–	10.7 %	1.4 %	–
三元電池	Li, Ni, Mn, Co	12 %	5 %	7 %	1.2 %	–

電池および電池材料の規制と標準



電池と電池材料の規制および標準に取り組んでいる規制機関がいくつかあります。これらの機関には、IEC、ISO、SAC（中国の国家規格）などがあります。また、電池の製造・使用・寿命に影響を与える環境・健康・安全に関する規制もあります。

既存の規制および標準の例としては、次のものがあります。

IEC

- IEC/SC21A アルカリまたはその他の非酸性電解質を含む二次電池および電池
- IEC/TC 35 一次電池および電池
- IEC/TC21 & TC 69 二次電池および電池
- IEC 62660 電気自動車推進用リチウムイオン二次電池

ISO

- ISO - ISO/TC 333 - リチウム
- ISO TC22/SC37 電気推進車両
- ISO/TC 79 軽金属およびその合金
- ISO/TC 82 鋳業
- ISO/TC 188 スモールクラフト

EU

- 電池規制（EU）No 2019/1020（2022年1月1日発効）、2023年7月1日からEU電池指令2006/66/ECに取って代わります。
- 車両用電池では $Hg \leq 0.1\%$ および $Cd \leq 0.01\%$ （均質材料に関してカウント）、他の電池では $Hg \leq 0.0005\%$ および $Cd \leq 0.002\%$ （個々のセルに関してカウント）。
- REACH 規則附属書XVII中の禁止・制限物質。

電池原材料試験に関する ISO 標準

分析対象物	サンプルマトリックス	標準 #	標準のタイトル	分析手法	ステータス
金属イオン含有物	ヘキサフルオロリン酸リチウム	ISO/WD 10655	ヘキサフルオロリン酸リチウムの分析メソッド — 誘導結合プラズマ発光分光分析 (ICP-OES) による金属イオン含有量の測定	ICP-OES	ワーキングドラフト (WD) の検討開始
Al、B、Ca、Co、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、S、Zn	炭酸リチウム	ISO/AWI 11757	炭酸リチウム — ICP-OES による元素不純物の測定	ICP-OES	新規プロジェクトを TC/SC ワークプログラムに登録
不純物	塩化リチウム	ISO/AWI 16398	塩化リチウム — 不純物の測定 — ICP-OES メソッド	ICP-OES	
不純物	水酸化リチウム一水和物	ISO/AWI 16423	水酸化物リチウム一水和物 — 不純物の測定 — ICP-OES メソッド	ICP-OES	
化学分析	NMC	ISO/AWI 12467-1	リチウム複合酸化物の化学分析 — パート 1：主成分の同定		
不純物	炭酸リチウム	ISO/AWI 12386	炭酸リチウム — ICP-OES による金属磁性不純物の測定	ICP-OES	

リチウム電池材料に関する中国標準

下の表に示すように、現在リチウム電池の標準的なメソッドは中国が最も充実しています。

サンプル	仕様	標準 #	標準のタイトル	分析手法
グラファイト負極材料	Fe、Na、Cr、Cu、Ni、Al、Mo、S (< 5 ~ 50 ppm) : 磁性体 (Fe + Cr + Ni + Zn + Co) < 0.1 ppm : Cd、Pb、Hg、Cr ^{VI} 、PBB、PBDE (それぞれ < 5 ppm) : F ⁻ 、Cl ⁻ 、Br ⁻ 、NO ₃ ⁻ 、SO ₄ ²⁻ (< 10 ~ 50 ppm) : アセトン、イソプロパノール、トルエン、エチルベンゼン、キシレン、ベンゼン、エタノール (各 1 ppm 以下)	GB/T 24533-2019	リチウムイオン電池用グラファイト負極材	Fe、Na、Cr、Cu、Ni、Al、Mo、Co、Zn、S および磁性体 (Fe + Co + Cr + Ni + Zn) は ICP-OES : Cd、Pb、Hg は ICP、AAS、ICP-MS : PBB、PBDE は GC-MS : Cr ⁶⁺ は UV : VOC用 は GC、GC-MS : 陰イオンは IC
チタン酸リチウムおよびその炭素複合アノード材料	Li、Fe、磁性体 (Fe + Cr + Ni)、Cd、Pb、Hg、Cr ⁶⁺ 、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	GB/T 30836-2014	リチウムイオン電池用チタン酸リチウムおよびその炭素複合アノード材料	Li、Fe には ICP-OES : Cd、Pb、Hg には ICP-OES、AAS または ICP-MS : Cr ⁶⁺ には UV
リチウムイオン電池用リン酸鉄リチウム-炭素複合カソード材料	Li、Fe、P、Fe イオン溶解速度 : Cd、Pb、Hg、Cr ⁶⁺	GB/T 30835-2014	リチウムイオン電池用リン酸鉄リチウム-炭素複合カソード材料	Li、Fe イオン溶解速度用には ICP-OES : Cd、Pb 用には ICP-OES、AAS または ICP-MS : Cr ⁶⁺ には UV
ヘキサフルオロリン酸リチウム	Al、Fe、K、Ca、Cd、Cr、Cu、Hg、Mg、Ni、Pb、Zn、As、Cl それぞれで ≤ 1 ppm : Na ≤ 2 ppm : SO ₂ ≤ 5 ppm	HG/T 4067-2015	ヘキサフルオロリン酸リチウムのセル溶液	金属は ICP-OES
水酸化リチウム一水和物	Na、K、Fe、Ca、Cu、Mg、Mn、Si、B、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 、CO ₃ ²⁻	GB/T 26008-2020	電池グレード水酸化リチウム一水和物	Na、K、Fe、Ca、Cu、Mg、Mn、B は ICP-OES : Si、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 、CO ₃ ²⁻ は UV/Vis
ニッケルコバルトマンガン複合水酸化物	Ni、Co、Mn、Ca、Cu、Fe、Mn、Na、Zn、Pb、Al、SO ₄ ²⁻	GB/T 26300-2020	ニッケルコバルトマンガン複合水酸化物	Ni、Co、Mn、Fe、Ca、Mg、Cu、Zn、Al、Na には ICP : Ni + Co + Mn、Pb、SO ₄ ²⁻ については、売主・買主双方が合意したメソッドを採用
コバルト酸リチウム	Co、Li、K、Na、Ca、Fe、Cu、Cr、Cd、Pb	GB/T 20252-2014	コバルト酸リチウム	ICP-OES (GB/T 23367 のフォローアップ)
ニッケル酸リチウム	Ni、Co、Li、K、Fe、Na、Ca、Cu、Cr	GB/T 26031-2010	ニッケル酸リチウム	売主・買主双方が合意したメソッドを使用
炭酸リチウム	Na、Fe、Ca、Mg、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	GB/T 11075-2013	炭酸リチウム	GB/T 11064 のフォローアップ
リチウムニッケルコバルトマンガン酸化物	Ni、Co、Mn、Li、Na、Mg、Ca、Fe、Zn、Cu、Si、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	YS/T 798-2012	リチウムニッケルコバルトマンガン酸化物	売主・買主双方が合意したメソッドを使用
マンガン酸リチウム	Mn、Li、K、Na、Ca、Fe、Cu、S、磁性体	YS/T 677-2016	マンガン酸リチウム	売主・買主双方が合意したメソッドを使用
炭酸リチウム	Na、Mg、Ca、K、Fe、Zn、Cu、Pb、Si、Al、Mn、Ni、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	YS/T 582-2013	電池グレードの炭酸リチウム	製品構成について GB/T 11064 をフォローアップ。有害物質に関する IEC 62321 のフォローアップ。磁性体は ICP-OES
塩化リチウム	Na、K、Ca、Fe、Ba、Mg、Cu、SO ₄ ²⁻	YS/T 744-2010	電池グレードの無水塩化リチウム	GB/T 11064 をフォローアップ、または売主・買主双方が合意した方法を使用
リン酸二水素リチウム	Na、K、Ca、Fe、Pb、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	YS/T 967-2014	電池グレードのリン酸二水素リチウム	売主・買主双方が合意したメソッドを使用
酸化リチウム	Li ₂ CO ₃ 、Ca、Na、Mg、Cu、Cr、Si、Zn、Ni、Fe	YS/T 968-2014	電池グレードの酸化リチウム	サプライヤのメソッドを使用。裁定については、売主・買主双方が合意した方法を使用。
フッ化リチウム	Na、K、Ca、Mg、Fe、Al、Pb、Ni、Cu、Si、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻	YS/T 661-2016	電池グレードのフッ化リチウム	GB/T 22660 のフォローアップ
汚染物質の排出	排水で 15 仕様。大気で 12 仕様	GB 30484-2013	電池産業の汚染物質の排出基準	ICP-OES、ICP-MS、FAAS、GFAA、GC、UV/Vis、IC

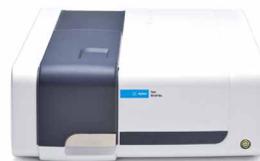
リチウム電池業界向けの アジレントのソリューション



5800 ICP-OES



7850 ICP-MS



Cary 60 UV-Vis



Cary 630 FTIR



8890 GC



990 マイクロ GC



6545 LC/Q-TOF

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE44039542

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 4, 2023

5994-5489JAJP

