



### Herausforderung

Nachweisstarke und genaue Quantifizierung von Verunreinigungen in Anodenmaterial

### Lösung

Das hochauflösende ICP-OES PlasmaQuant 9100 Elite mit branchenführendem optischen System liefert hervorragende Messempfindlichkeit und Matrixtoleranz für die Spurenanalyse in Anodenmaterial

### Zielpublikum

Forschung, Entwicklung und Qualitätssicherung von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien

## Elementanalyse von Anodenmaterial mittels HR Array ICP-OES

### Einleitung

Lithium-Ionen-Batterien bestehen hauptsächlich aus Anodenmaterial, Kathodenmaterial, Separator und Elektrolyt. Das Anodenmaterial ist der Träger von Lithiumionen und Elektronen während des Ladevorgangs der Batterie und hat die Funktion, Energie zu speichern und freizusetzen. Als Verunreinigungen des Anodenmaterials wird alles gewertet, was nicht Teil der Hauptbestandteile der Anode, respektive der Umhüllung und dotierten Elemente, ist. Die chemische Analyse von Graphit und Siliziumoxid spielt eine entscheidende Rolle in der fortlaufenden Entwicklung von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien, die als Schlüsselkomponenten in zahlreichen elektronischen Geräten und Elektrofahrzeugen eingesetzt werden. Forscher und Ingenieure arbeiten daran, das Potenzial verschiedener Anodenmaterialien über Graphit hinaus auszuschöpfen. Anoden auf Siliziumbasis versprechen beispielsweise eine deutlich höhere Leistung, da Silizium mehr Lithiumionen aufnehmen kann. Die Produktion von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien steht vor komplexen Herausforderungen, da die Qualität und

Reinheit dieser Materialien einen direkten Einfluss auf die Leistungsfähigkeit und Sicherheit der Batterien haben. Graphit und Siliziumoxid sind zwei Schlüsselkomponenten, die auf der Anodenseite der Batteriezelle verwendet werden. Verunreinigungen in diesen Materialien können nicht nur die spezifische Kapazität der Batterie beeinträchtigen, sondern auch unerwünschte Nebenreaktionen katalysieren, welche die Lebensdauer und Sicherheit der Batterie negativ beeinflussen können. Die genaue Kenntnis der chemischen Zusammensetzung ist daher von entscheidender Bedeutung für die Qualitätskontrolle und Optimierung des Herstellungsprozesses. In dieser Applikationsschrift wird der Fokus auf die notwendige Analytik bei der Herstellung von Anodenmaterial, insbesondere Graphit und Siliziumoxid, gelegt. Hierfür wird die Bedeutung der ICP-OES (Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma) Methode für die genaue Messung chemischer Elemente in diesen Materialien erörtert.

Die ICP-OES Methode ist ein äußerst effektives Werkzeug für die präzise Messung der chemischen Zusammensetzung von Materialien. Insbesondere in der Analyse von Graphit und Siliziumoxid bietet diese Methode hohe Empfindlichkeit und Präzision. In der chinesischen Normlandschaft haben sich drei bedeutende Standards etabliert, welche die Qualitätskontrolle von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien definieren. GB/T24533-2009 legt den Fokus auf Graphit als erstes kommerziell genutztes Kathodenmaterial, während YS/T825-2012 spezifische Anforderungen an Lithiumtitanat stellt. Der nationale Standard GB/T30836-2014 geht weiter und

behandelt Titanat-Lithium-Ionen-Batterien und deren Kohlenstoffverbund-Kathodenmaterial. Diese Standards bieten klare Richtlinien für die Hersteller und unterstreichen die Notwendigkeit präziser Analysemethoden wie der ICP-OES, um die Einhaltung dieser Standards sicherzustellen und hochwertige Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien zu gewährleisten. In dieser Applikationsschrift wird die Anwendung von ICP-OES Methoden in diesem Kontext diskutiert und deren Bedeutung für die Qualitätssicherung und Weiterentwicklung von Anodenmaterialien hervorgehoben.

## Material und Methoden

### Proben und Reagenzien

- Probenmaterial: Gemisch aus Graphit und Siliziumdioxid
- Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>)
- Flusssäure (HF)
- Multielement-Standardlösung mit 100 mg/l Mo, Zn, Pb, Ni, Cd, Co, Fe, Cr, Cu, Al, Na (National Nonferrous Metals)
- Einzelement-Standardlösungen mit jeweils 1000 mg/l Hg, S und Au (National Nonferrous Metals)

### Kalibrierung

In der folgenden Tabelle 1 sind die Konzentrationen der verwendeten Standardlösungen für die externe Kalibrierung aufgelistet.

### Probenvorbereitung

Da ein offener Aufschluss auf einer Heizplatte zu Verlusten leicht flüchtiger Elemente (z.B. Hg) führen kann, wurde ein geschlossener Mikrowellenaufschluss durchgeführt. Hierfür wurden 0,2 g jeder Probe genau eingewogen und jeweils 2 ml konz. Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>) sowie 4 ml Flusssäure (HF) zugesetzt. Nach Abklingen der unmittelbaren Reaktion wurde schrittweise auf 180 °C aufgeheizt (120 °C, 160 °C, 180 °C) und die finale Temperatur 20 Minuten lang gehalten. Nach Abkühlen der Aufschlussgefäße auf Raumtemperatur wurden die Lösungen jeweils in ein graduiertes 50 ml PP-Zentrifugenröhrchen überführt und auf 50 ml mit deionisiertem Wasser aufgefüllt. Da die resultierenden Lösungen noch schwarze Kohlenstoffpartikel aufwiesen, wurde im Anschluss eine Filtration mit einem 0,45 µm Membranfilter durchgeführt.

Tabelle 1: Konzentrationen der Kalibrierstandards

Standard	Konzentration [mg/l]		
	Hg, Mo, Zn, Pb, Ni, Cd, Co, Cu, Al	Na	S
Kal0	0	0	0
Std. 1	0,01	0,5	0,1
Std. 2	0,05	1	0,3
Std. 3	0,15	2	0,5
Std. 4	0,2		1

### Geräteparameter

Für die Analyse kam ein PlasmaQuant 9100 Elite ICP-OES zum Einsatz, der mit einem flusssäureresistenten Probeneintragssystem (HF-Kit) ausgestattet war. Die verwendeten Einstellungen und Geräteparameter sind in Tabelle 2 aufgeführt. Die Auswerteparameter für die Analyse sind in Tabelle 3 aufgelistet.

Tabelle 2: Gerätekonfiguration und -einstellungen

Parameter	Spezifikation
Leistung	1200 W
Plasmagasfluss	15 l/min
Hilfsgasfluss	0,5 l/min
Zerstäubergasfluss	0,5 l/min
Zerstäuber	PFA; 1 ml/min
Sprühkammer	Zyklonsprühkammer, PTFE, 50 ml
Äußeres Rohr/Inneres Rohr	Syalon/Aluminiumoxid
Injektor	Keramik, ID 2 mm
Pumpschlauch	PVC
Pumprate	1,0 ml/min
Fackelposition	0 mm

Tabelle 3: Methodenparameter

Element	Linie [nm]	Plasma-beobachtung	Integration	Messzeit [s]	Auswertung			
					Ausw.-pixel	Grundlinien-anpassung	Polynom	Korrektur
S	182,565	axial	Peak	2	3	ABC	auto	-
Hg	194,159	axial	Peak	2	3	ABC	auto	-
Mo	202,030	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Zn	206,200	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Pb	220,353	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Ni	221,648	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Cd	228,802	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Co	228,615	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Fe	259,940	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Cr	267,716	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Cu	324,754	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Al	396,152	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-
Na	589,592	axial	Peak	1	3	ABC	auto	-

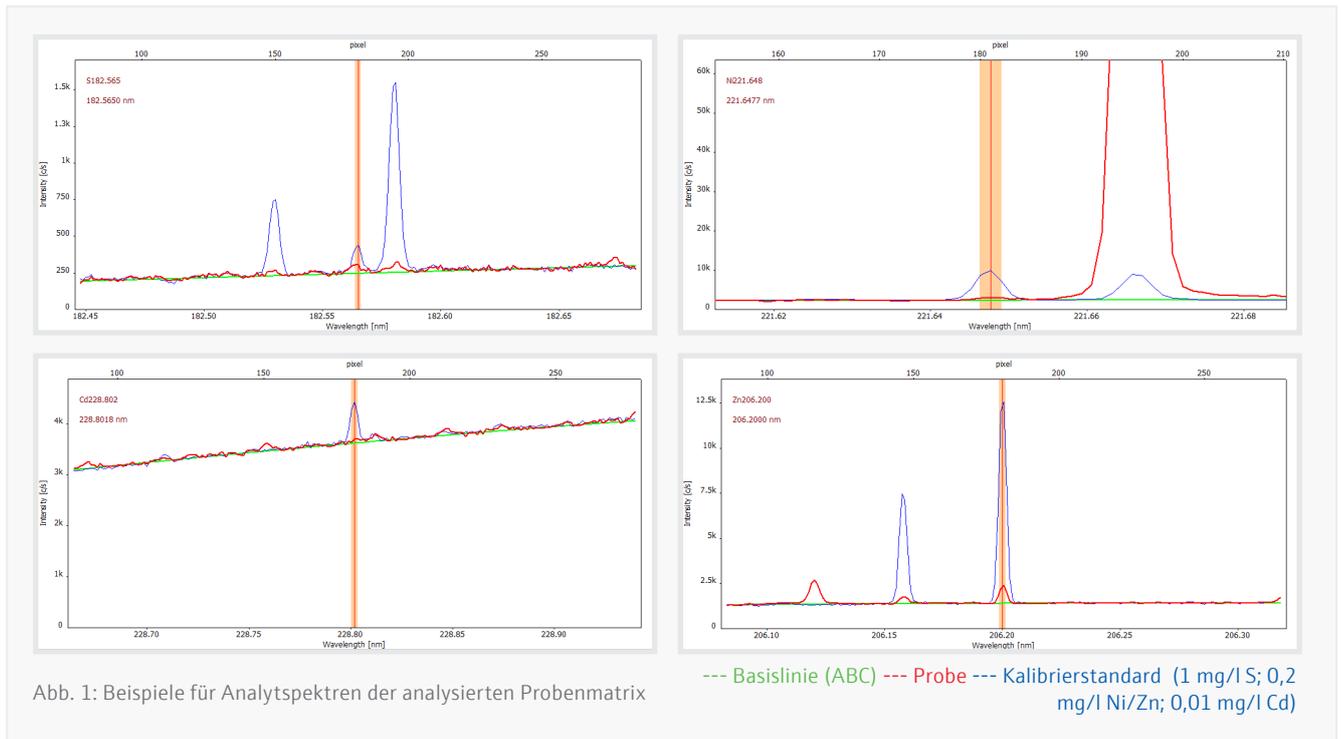
ABC: Automatische Untergrundkorrektur (Automatic Baseline Correction)

## Ergebnisse und Diskussion

Die Messergebnisse für die beiden analysierten Proben sind in der folgenden Tabelle 4 aufgeführt. Zusätzlich wurde eine Probenlösung mit einer Analytkonzentration von jeweils 0,1 mg/l aufgestockt, um einen Einfluss der Probenmatrix auf die Signalintensitäten und die Richtigkeit der Messergebnisse zu überprüfen. Wiederfindungsraten von 90-110 % deuten auf eine ungestörte Analyse hin. Die Analytlinien zeigen keine spektralen Überlagerungen durch weitere Matrixkomponenten, sodass auch von einer spektral ungestörten Analyse ausgegangen werden kann. Beispiele für Analytspektren sind in Abbildung 1 dargestellt.

Tabelle 4: Messergebnisse für die beiden analysierten Proben und Wiederfindungsrate der Aufstockung

Element	Probe 1	Probe 2	
	Gemessene Konzentration [mg/kg]	Gemessene Konzentration [mg/kg]	Wiederfindung der Aufstockung (0.1 mg/l) [%]
S	26,3	23,8	91,2
Hg	< NWG	< NWG	110
Mo	< NWG	< NWG	99,0
Zn	2,85	1,63	105
Pb	< NWG	< NWG	106
Ni	3,89	3,82	101
Cd	< BG	< NWG	104
Co	< NWG	< BG	96,2
Fe	16,1	12,4	90,4
Cr	2,53	2,18	95,8
Cu	0,49	0,52	99,6
Al	19,97	17,8	93,6
Na	8,48	8,43	90,3



## Zusammenfassung

Die Untersuchung von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien stellt einen essentiellen Prozess im Herstellungsverfahren von Batterien dar. In diesem Kontext erweist sich der PlasmaQuant 9100 Elite als ein robustes und zugleich einfach zu handhabendes Messgerät mit einem einzigartigen Spektrometer, welches sich hervorragend für die Analyse von Anodenmaterialien eignet.

Das Spektrometer zeichnet sich durch eine hohe spektrale Auflösung von 2 pm bei 200 nm aus, was eine präzise Untersuchung der Analytpeaks ermöglicht. In Verbindung mit dem ABC-Softwaretool (Automatic Baseline Correction) können exakte und zuverlässige Messwerte ohne aufwendige manuelle Spektreenauswertung erzielt werden. Besonders hervorzuheben ist die Verwendung der empfindlichsten Emissionslinien für die Spurenanalytik, selbst in komplexen Matrices. Dies garantiert höchste Empfindlichkeit bei der Bestimmung der Elementzusammensetzung. Der Einsatz des PlasmaQuant 9100 Elite und des ABC-Softwaretools ist somit ein entscheidender Schritt bei der Produktion von Anodenmaterialien für Lithium-Ionen-Batterien, da er eine präzise Charakterisierung der Elemente ermöglicht.



## Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 5: Übersicht über Geräte, Zubehör und Verbrauchsmaterial

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
PlasmaQuant 9100 Elite	818-09101-2	Hochauflösendes ICP-OES
Teledyne Cetac ASX 560	810-88015-0	Der ASX-560 von Teledyne CETAC Technologies mit integrierter Spülfunktion
HF-Kit	810-88007-0	Probeneintragssystem für flusssäurehaltige Proben
Verbrauchsmaterial Set HF Kit ICP-OES	810-88042-0	Verbrauchsmaterial-Set für HF-Kit

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.

Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

### Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Straße 1  
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70  
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com  
www.analytik-jena.com

Version 1.0 - Autor: YaDo, KaKI  
de - 02/2024

© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bilder ©: Adobe Stock/Alexander