



Application Note AN-T-218

Análisis de materiales de cátodo de batería de iones de litio hechos de Co, Ni y Mn

Determinación totalmente automatizada, incluida la preparación de la muestra mediante el sistema de pipeteo OMNIS

El mercado de las baterías de iones de litio está en continuo crecimiento debido a la enorme demanda de artículos como dispositivos electrónicos de mano, vehículos eléctricos y otros productos de consumo que funcionan con baterías. La calidad de estas baterías mejora continuamente modificando y mejorando los componentes principales (p. ej., cátodo, ánodo, pulpa y separadores).

Los llamados «NCM», una mezcla de óxidos de níquel, cobalto y manganeso, han ido cobrando interés como materiales del cátodo. Estos materiales sustituyen a

los óxidos de cobalto utilizados tradicionalmente en las baterías de iones de litio. Como se demuestra en esta Application Note, la titulación puede servir para realizar análisis de calidad de los materiales postsinterizados o las baterías recicladas. Un análisis totalmente automatizado de los metales correspondientes se puede efectuar con OMNIS y su equipamiento de pipeteado. Para este propósito, solo se necesitan pequeñas cantidades de muestra que se transfieren con precisión a los vasos de precipitados de titulación para su análisis.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE MUESTRA

El método se demuestra utilizando mezclas disueltas

de estándares de iones de Ni, Co y Mn.

EXPERIENCIA

Para la determinación de metales se realizan tres valoraciones. En la primera titulación, el contenido total de metales se determina con una titulación complexométrica en una solución tamponada alcalina utilizando un exceso de EDTA como ligando para los iones metálicos y sulfato de cobre (II) como titulante. Se utilizó un ISE de Cu como sensor potenciométrico. El níquel y el cobalto se pueden determinar con la misma titulación complexométrica, pero en ambientes ligeramente ácidos.

La determinación de Mn y Co se realiza en condiciones alcalinas con un electrodo combinado de anillo de Pt y hexacianoferrato de potasio ($K_3[Fe(CN)_6]$) como valorante. Con estas determinaciones se puede calcular el contenido de metal individual de Ni, Co y Mn.

Si bien es posible trabajar con dos módulos Pick&Place, el rendimiento de la muestra se puede aumentar si se utiliza un sistema con tres módulos Pick&Place.



Figura 1. Sistema OMNIS ejemplar para la determinación totalmente automática de NCM en materiales catódicos de baterías de iones de litio.

RESULTADOS

El análisis demuestra resultados aceptables y curvas de valoración bien definidas. Los resultados y una

curva de valoración de ejemplo se muestran en **Tabla 1** y **Figura 2**, respectivamente.

Tabla 1. Contenido metálico determinado de Ni, Co y Mn en materiales de cátodo de batería de iones de litio.

| Analito | Recuperación en % | DE(rel) en % |
|-----------|-------------------|--------------|
| Ni | 100,66 | 0,38 |
| Co | 101,56 | 1,10 |
| Minnesota | 97,68 | 2,29 |

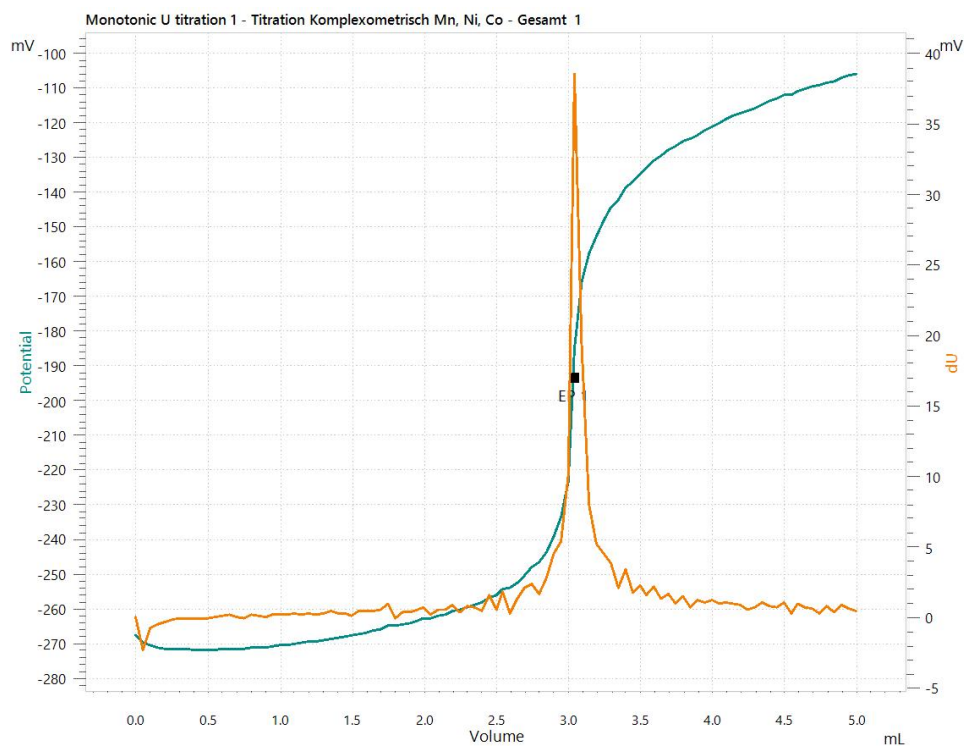


Figura 2. Curva de valoración de ejemplo para el contenido de metal total en materiales de cátodo determinado por complexometría.

CONCLUSIÓN

Con el sistema de pipeteo automatizado OMNIS, los NCM se pueden determinar de forma rápida y precisa con un consumo mínimo de muestra (< 1 ml). El método es preciso y no solo se puede usar para

elementos individuales, sino también para mezclas de muestras que consisten en níquel, cobalto y manganeso.

Internal reference: AW TI-CH1-1313-082020

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



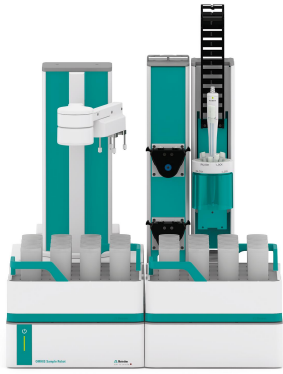
OMNIS Professional Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo "Stand alone" o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se puede añadir un agitador de varilla. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación y dosificación adicionales.

- Control a través de PC o red local
- Posibilidad de conexión de hasta cuatro módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- Adaptador líquido con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modo de medida y opciones de software:

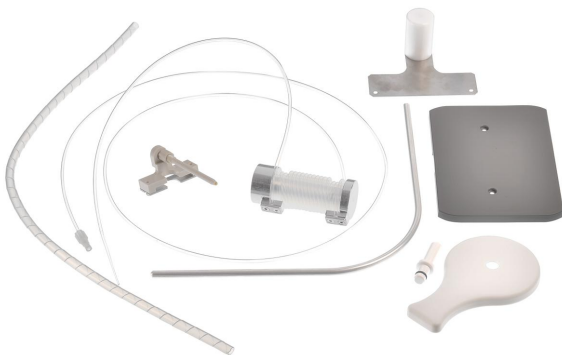
- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot con un módulo de bombeo "peristáltico" (2 canales) y un módulo Pick&Place, además de accesorios variados para un acceso directo a la titulación totalmente automatizada. El sistema ofrece en dos gradillas de muestras espacio para 32 vasos de muestra de 120 mL. Este sistema modular se suministra totalmente montado y puede ser puesto en funcionamiento en poco tiempo.

Si se desea, el sistema puede ampliarse con dos bombas peristálticas y otro módulo Pick&Place, para así duplicar el rendimiento. Si fueran necesarias otras puesto de trabajo, este Sample Robot puede ampliarse a un OMNIS Sample Robot del tamaño L, de modo que se podrían trabajar paralelamente muestras de siete gradillas en hasta cuatro módulos Pick&Place y cuadruplicar así el rendimiento de la muestras.



Juego de accesorios de pipeteado OMNIS

Juego completo de accesorios para convertir el OMNIS Sample Robot Pick&Place en una versión con opciones de pipeteado. El conjunto se puede montar en todas las versiones del OMNIS Sample Robot (S, M y L).



Electrodo ion-selectivo, Cu

Electrodo selectivo de cobre con membrana de cristal.

Este electrodo ion-selectivo debe utilizarse en combinación con un electrodo de referencia y es adecuado para:

- Medidas de iones de Cu^{2+} (10^{-8} hasta $0,1$ mol/L)
- Medidas de iones en volúmenes de muestra muy pequeños (profundidad de inmersión mínima = 1 mm)
- Titulaciones complexométricas con CuEDTA

Gracias a un eje de plástico EP robusto y a prueba de roturas, este sensor puede soportar altas cargas mecánicas.

El kit de pulido suministrado facilita la limpieza y la regeneración de la superficie del electrodo.



Electrodo de anillo de platino combinado

Electrodo de anillo de platino combinado con un diafragma de varilla cerámica.

Este electrodo es apto para titulaciones redox con un valor de pH variable, por ejemplo:

- Contenido de oxígeno según Winkler
- Determinación de peróxido de hidrógeno con KMnO_4
- Titulaciones de diazotación

Como electrolito de referencia y para su conservación se utiliza $c(\text{KCl}) = 3$ mol/L.