



## Application Note AN-V-239

# Iron speciation in $\text{LiFePO}_4$ batteries

## Simultaneous determination of $\text{Fe(II)}$ and $\text{Fe(III)}$ in lithium iron phosphate with the Multi-Mode Electrode pro

Lithium iron phosphate (also known as  $\text{LiFePO}_4$  or lfp) batteries last for over 2000 charges and are safer because of their lower risk of overheating.  $\text{LiFePO}_4$  batteries have a slightly lower energy density compared to lithium-ion batteries. However, high discharge rates of lfp batteries make them ideal for electric vehicles, renewable energy storage, and backup power systems. Lithium iron(II) phosphate is used as a cathode material in lithium iron phosphate batteries. Characterization of lfp and monitoring the oxidation state of iron in lfp batteries is relevant to battery performance in terms of durability, capacity,

and safety. Additionally, analyzing chemical composition can be useful for battery research and can aid eco-friendly recycling practices. This is essential for driving battery technology forward and promoting clean energy solutions.

Polarographic speciation of  $\text{Fe(II)}$  and  $\text{Fe(III)}$  can be used to evaluate the purity of  $\text{LiFePO}_4$  and its usability as a cathode material in lithium iron phosphate batteries. It can further be used to study the concentrations of  $\text{Fe(II)}$  and  $\text{Fe(III)}$  in the cathode material after several charging and discharging cycles to evaluate the aging behavior.

# SAMPLE

Pure  $\text{LiFePO}_4$

# EXPERIMENTAL

The lfp sample is weighed, mixed with degassed diluted sulfuric acid, heated at 85 °C for 15 minutes, and then cooled. Afterward, the digested sample solution is added to the measuring vessel that contains 20 mL degassed electrolyte. Quantification is done using two standard additions with separate Fe(II) and Fe(III) solutions.



**Figure 1.** 884 Professional VA manual for MME.

**Table 1.** Parameters

| Parameter              | Setting |
|------------------------|---------|
| Mode                   | DME     |
| Start potential        | 0.0 V   |
| End potential          | -1.5 V  |
| Sweep rate             | 30 mV/s |
| Peak potential Fe(II)  | -0.25 V |
| Peak potential Fe(III) | -0.8 V  |

# ELECTRODES

- Multi-Mode Electrode pro

## RESULTS



The viva software delivers unmatched versatility and flexibility by automating data conversion and displaying data in different formats to save time and reduce the risk of errors. **Table 2** shows how viva effortlessly translates concentrations from g/L to mg/g of tested material, enhancing understanding of the results for inexperienced users.

**Figure 2.** Determination of Fe(II) and Fe(III) in digested lithium iron phosphate with the Multi-Mode Electrode pro.

**Table 2.** Result

| Sample                     | Fe(II) (g/L) | Fe(III) (g/L) |
|----------------------------|--------------|---------------|
| Digested $\text{LiFePO}_4$ | 2.8          | 0.09          |

**Table 2.** Result

| Sample                     | Fe(II) (g/L)  | Fe(III) (g/L)  |
|----------------------------|---------------|----------------|
| Digested $\text{LiFePO}_4$ | 2.8           | 0.09           |
| Sample                     | Fe(II) (mg/g) | Fe(III) (mg/g) |
| $\text{LiFePO}_4$          | 350           | 11             |

## CONTACT

Metrohm France  
13, avenue du Québec - CS  
90038  
91978 VILLEBON  
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

## CONFIGURATION



### 884 Professional VA manual pour électrode Multi Mode (MME)

Le 884 Professional VA manual pour électrode Multi Mode (MME) représente l'appareil d'entrée de gamme pour les analyses de traces high-end avec la voltampérométrie et la polarographie à l'aide de l'électrode Multi Mode pro, du scTRACE Gold ou de l'électrode goutte à goutte au bismuth. La technique éprouvée des électrodes de Metrohm associée à un potentiostat/galvanostat performant et le logiciel viva extrêmement flexible fait entrevoir de nouvelles perspectives pour la détermination des métaux lourds. Le potentiostat avec un calibrateur certifié se réajuste avant chaque mesure automatiquement et garantit la plus grande exactitude possible.

Cet appareil permet également des déterminations à l'aide d'électrodes à disque tournantes, par exemple des déterminations d'additifs organiques dans des bains galvaniques avec la voltampérométrie cyclique inverse (Cyclic Voltammetric Stripping = CVS), la voltampérométrie cyclique inverse pulsée (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping = CPVS) et la chronopotentiométrie (CP). La tête de mesure amovible permet de passer rapidement d'une application à l'autre avec différentes électrodes.

Le logiciel **viva** est nécessaire pour contrôler, collecter et évaluer les données.

Le 884 Professional VA manual pour MME est livré avec de nombreux accessoires et une tête de mesure pour l'électrode Multi Mode pro. Le jeu d'électrodes et la licence **viva** doivent être commandés séparément.