

Application Note AN-T-248

Lithium hydroxide and lithium carbonate in lithium hydroxide according to ISO/AWI 11045-1

Two-step lithium hydroxide titration with OMNIS

Lithium hydroxide monohydrate (LHM) is a preferred source of lithium for some of the high energy density cathode materials available on the market. Lithium carbonate impurities in LHM can lead to handling issues, inefficient processes during battery production, off-gassing effects, and other potential issues. As a result, the expectations and requirements for analytical test methods used to certify the quality of upstream materials have also increased. Titration test methods for lithium hydroxide and lithium carbonate impurity are key for monitoring and characterizing LHM product quality.

A two-step titration for lithium hydroxide and lithium carbonate according to ISO/AWI 11045-1 was performed in this study, resulting in fast, accurate determination of both lithium hydroxide and lithium carbonate in lithium hydroxide samples.

INTRODUCTION

As innovation drives increasing battery performance, purity requirements for upstream materials (such as lithium hydroxide monohydrate) have become more stringent. Lithium carbonate impurities in lithium hydroxide monohydrate can lead to issues with battery production, handling issues, and off-gassing effects. The expectations and requirements of analytical testing methods have increased in recent years. Accurate test methods for lithium hydroxide content and lithium carbonate impurity are essential for characterizing and monitoring the quality of lithium hydroxide monohydrate.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on solid lithium hydroxide samples.

No sample preparation is required.

EXPERIMENTAL

The determinations are carried out on an OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover lids (Figure 1), a nitrogen sparge source, a 907 Titrando, two 800 Dosinos, and an Ecotrode.

A 120 mL OMNIS beaker is sparged manually with nitrogen, then 1 g of sample is weighed into the titration beaker. The beaker is covered with a Dis-Cover cap and placed on the OMNIS Sample Robot S. The system adds 50 mL of nitrogen-sparged ultrapure water and titrates, under nitrogen, to pH 10.5 using 2 mol/L hydrochloric acid. Following this, the system titrates potentiometrically to two endpoints using 0.01 mol/L HCl.



Figure 1. An OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover caps and nitrogen sparging helps to protect the lithium hydroxide samples from carbon dioxide absorption prior to analysis.

RESULTS

Repeatable results within the expected ranges were obtained for all the lithium hydroxide samples analyzed using this method (Table 1).

The first titration was a SET pH titration to pH 10.5 using 2 mol/L HCl. The second titration was a DET pH titration using 0.01 mol/L HCl. The two-step titration approach allows for efficient titration of the high lithium hydroxide content while still allowing for speciation of two endpoints (Figure 2). The first endpoint, plus the endpoint from the SET pH titration, corresponds to the lithium hydroxide content, while the second endpoint corresponds to the lithium carbonate content.

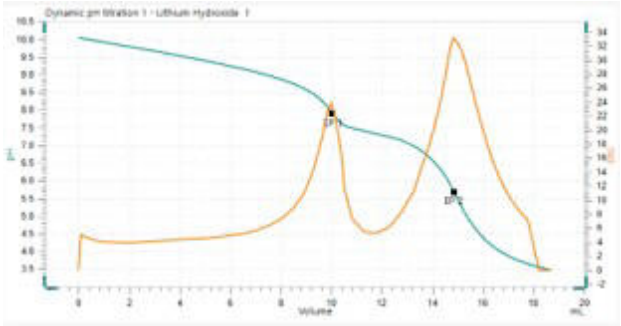


Figure 2. Lithium hydroxide and lithium carbonate endpoints from the second titration.

Table 1. Results of the determination of lithium hydroxide and lithium carbonate concentration in lithium hydroxide samples (n = 15).

Sample (n = 15)	Lithium hydroxide (%)	Lithium carbonate (%)
Mean value	58.36	0.27
SD(abs)	0.10	0.02
SD(rel) in %	0.17	6.15

CONCLUSION

The two-step titration approach using an OMNIS robot with Dis-Cover caps and nitrogen sparging allows for fast and accurate determination of both lithium hydroxide and lithium carbonate in lithium hydroxide samples. The initial SET pH titration with 2 mol/L HCl to reach pH 10.5 saves significant analysis time. The use of 0.01 mol/L HCl for the second titration allows for the speciation needed between the hydroxide and carbonate endpoints.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



Hauptmodul Pick and Place S

Hauptmodul für den Aufbau eines OMNIS Sample Robot Pick&Place in der Grösse S. Dieses Modul beinhaltet Modul- und Rackträger. Es ist bereits mit dem Hauptlift und einem Greifer ausgerüstet. Für den Ausbau zum funktionsfähigen Sample Robot werden neben Sample Racks und Greiferfingern auch Arbeitsstationen wie z.B. Pick&Place-Modul oder ein Pumpenmodul benötigt. Die Auswahl dieser Komponenten erfolgt entsprechend der Applikation.



Pick and Place-Modul

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation nimmt den Probenbecher für die Analyse auf. Zwischen den Analysen werden verwendete Sensoren im Aufbewahrungsbecher des Pick&Place-Modul gereinigt oder geparkt. Soll bei der Analyse gerührt werden, muss bei dieser Arbeitsstation ein separater Stabrührer verwendet werden.



Pumpenmodul Peristaltik (4-Kanal)

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation ist mit je zwei Spül- und Absaugpumpen ausgestattet. Sie werden verwendet um die Sensoren in zwei Pick&Place-Modulen zu reinigen und den Probenbecher nach der Analyse zu leeren bevor er ins Rack zurück gestellt wird.



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Stabrührer zum direkten Anschluss an den OMNIS Sample Robot mit fix montiertem Kabel (2.5m).



Rührpropeller 20 mm ETFE

Rührpropeller 20 mm mit verstellbarer Höhe für die Verwendung mit Rod Stirrer "Titrator" oder Rod Stirrer "Sample Robot"



Greiferfinger 43 - 65 mm

Greiferfinger zu OMNIS Sample Robot Pick&Place zum Greifen von Probenbechern mit einem Aussendurchmesser von 43 bis 65 mm.



Titrierkopf 3xNS14/ 4x6.4mm (P and P)

Titrierkopf mit 3 NS14 und 4x 6.4 mm Öffnungen für die Verwendung von 120 mL Bechern in Pick&Place-Modulen des OMNIS Sample Robot Pick&Place mit 2 eingezogenen Dosierspitzen. Vorbereitet für die Bestückung mit Spül- und Absaugschläuchen.



OMNIS Probenrack, 16 x 120 mL, (PP)

OMNIS Probenrack zu OMNIS Sample Robot Pick&Place passend für 16 Probenbecher. Folgende Probenbecher können verwendet werden: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Kunststoff: Polypropylen (PP)



OMNIS Probenrack, 16 x 120 mL, (PP)

OMNIS Probenrack zu OMNIS Sample Robot Pick&Place passend für 16 Probenbecher. Folgende Probenbecher können verwendet werden: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.

Kunststoff: Polypropylen (PP)



Probenbecher aus Klarglas 120 mL, 20 Stück

Probenbecher aus Klarglas 120 mL, passend zu OMNIS Probenrack 602041030, 20 Stück.



Probenbecher aus Klarglas 120 mL, 20 Stück

Probenbecher aus Klarglas 120 mL, passend zu OMNIS Probenrack 602041030, 20 Stück.



FEP-Schlauch / M6 / 150 cm

Mit Licht- und Knickschutz.



FEP-Schlauch / M6 / 150 cm

Mit Licht- und Knickschutz.



FEP-Schlauch / M6 / 150 cm

Mit Licht- und Knickschutz.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz mit 2 Gerätelizenzen

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem WindowsTM Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits zwei OMNIS Geräte Lizenzen
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.



907 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische und volumetrische Karl-Fischer-Titration mit einem Messinterface und Dosino-Dosiereinheiten.

- bis zu vier Dosier-Systemen des Typs 800 Dosino
- dynamische (DET), monotone (MET) und Endpunkttitration (SET), enzymatische und pH-STAT-Titrationen (STAT), Karl-Fischer-Titration (KFT)
- Messung mit ionenselektiven Elektroden (MEAS CONC)
- intelligente Elektroden "iTrode"
- Dosierfunktionen mit Überwachung, Liquid Handling
- vier MSB-Anschlüssen für weitere Rührer oder Dosier-Systeme
- USB-Anschluss
- Verwendung mit OMNIS-Software, *tiamo*-Software oder Touch Control
- Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich



800 Dosino (Kabel: 1.5 m)

Der 800 Dosino ist ein Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 1.5 m).



800 Dosino (Kabel: 1.5 m)

Der 800 Dosino ist ein Antrieb mit Schreib-/Lesehardware für intelligente Dosiereinheiten. Mit fest montiertem Kabel (Länge 1.5 m).



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 20 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit mit integriertem Datenchip mit 20 mL Glaszylinder und Lichtschutz, montierbar auf Reagenzflasche mit ISO/DIN-Glasgewinde GL 45. FEP-Schlauchverbindung, Antidiffusionsspitze.



Elektrodenkabel / 2 m / F

Für die Verbindung von Elektroden mit Metrohm-Steckkopf G an Metrohm-Geräte (Buchse F).



Ecotrode plus

Kombinierte pH-Elektrode für wässrige Säure/Base-Titrationen. Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich. Referenzelektrolyt: c(KCl) = 3 mol/L, Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung.



Deckelablage zu OMNIS Sample Robot S

Deckelablage zur Montage an OMNIS Pumpenmodul oder Blindplattenaufbau 6.02007.000 im OMNIS Sample Robot S System.



Dis-Cover Deckel für OMNIS Probenbecher 120 mL, 16 Stück

Dis-Cover Deckel für 120 mL Probenbecher 6.01400.200, 6.01400.300 und 6.01400.303 im OMNIS Sample Robot Pick&Place System.



Dis-Cover Deckel für OMNIS Probenbecher 120 mL, 16 Stück

Dis-Cover Deckel für 120 mL Probenbecher 6.01400.200, 6.01400.300 und 6.01400.303 im OMNIS Sample Robot Pick&Place System.