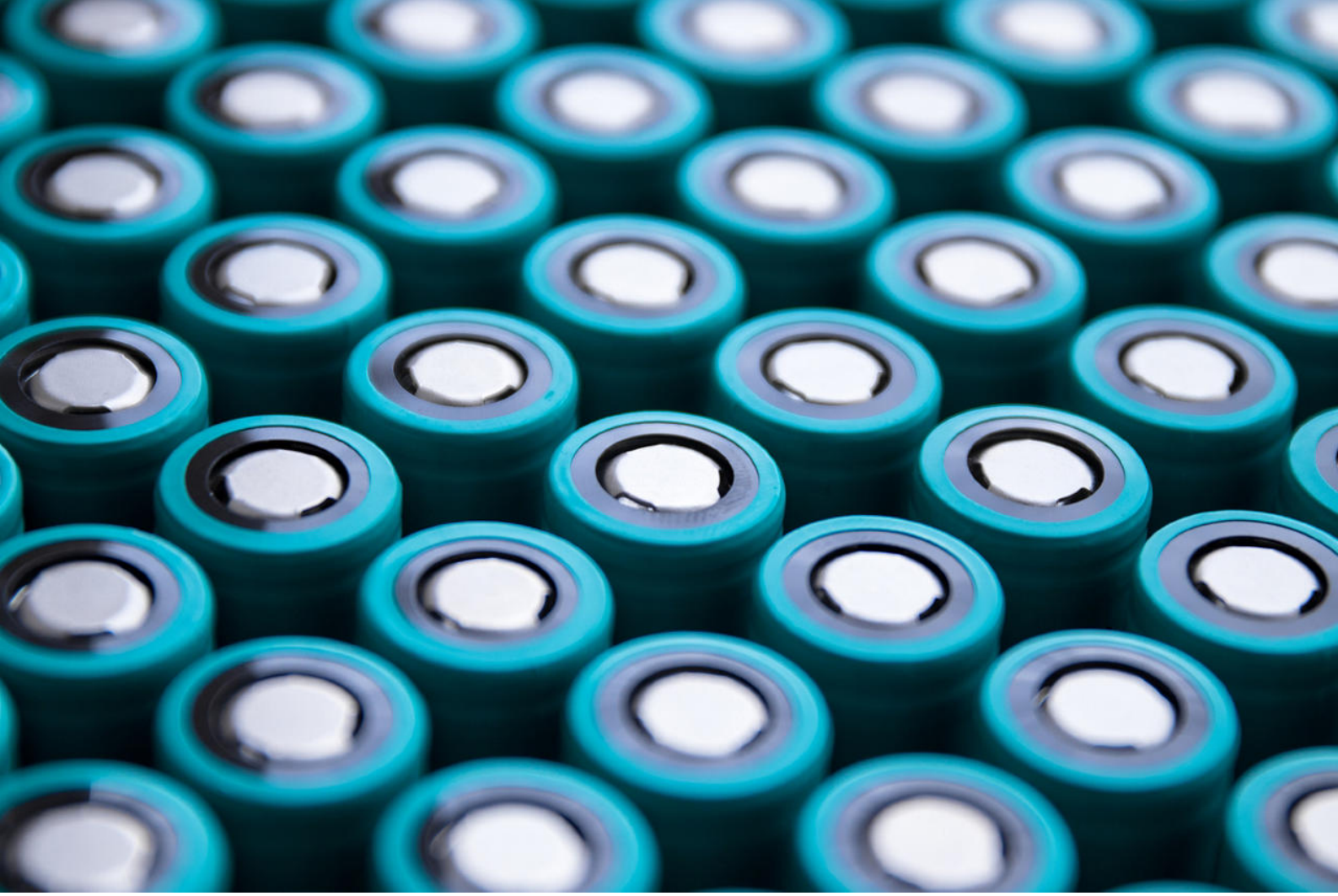


Application Note AN-T-252

Chloride in lithium carbonate by potentiometric titration

Determination of chloride in lithium carbonate by potentiometric titration according to draft standard ISO 12403

Accurate quantification of chloride impurities in lithium carbonate is essential to ensure the material's suitability for high-performance applications, particularly within the battery industry. During lithium-ion battery production, even trace levels of contamination in the raw materials can influence cathode quality, manufacturing consistency, and overall electrochemical behavior.

This Application Note describes a method for determining chloride content in lithium carbonate by potentiometric back-titration according to ISO 12403. Excess silver nitrate (AgNO3) was added to the acid-dissolved sample, and the remaining silver was titrated with sodium chloride (NaCl) to the first equivalence point.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This method is applicable to determine chloride content in lithium carbonate (Li_2CO_3) in the range of 10 mg/kg to 650 mg/kg. The samples are dried at 250 °C for two hours and allowed to cool down before use.

EXPERIMENTAL

The analysis is carried out on an OMNIS Advanced Titrator (Figure 1) equipped with a dAg-ring electrode. Nitric acid is added to acidify the sample, and a known amount of silver nitrate is added prior to analysis.

A blank measurement is performed and titrated with sodium chloride solution until after the equivalence point. An appropriate mass of sample is weighed and titrated with sodium chloride solution until after the equivalence point.



Figure 1. OMNIS Advanced Titrator equipped with a dAg-ring electrode.

RESULTS

The samples were tested in duplicate on one day, and once again on the following day. Results are displayed in Table 1. Figure 2 shows an example titration curve for the analysis.

Table 1. Results of the chloride determination in lithium carbonate samples. Sample ID number relates to the expected chloride impurity in mg/kg.

Sample ID (n = 3)	Content mean value Cl (mg/kg)	SD(rel) in %
10	0.00	0.00
50	60.04	3.97
115	141.36	1.93

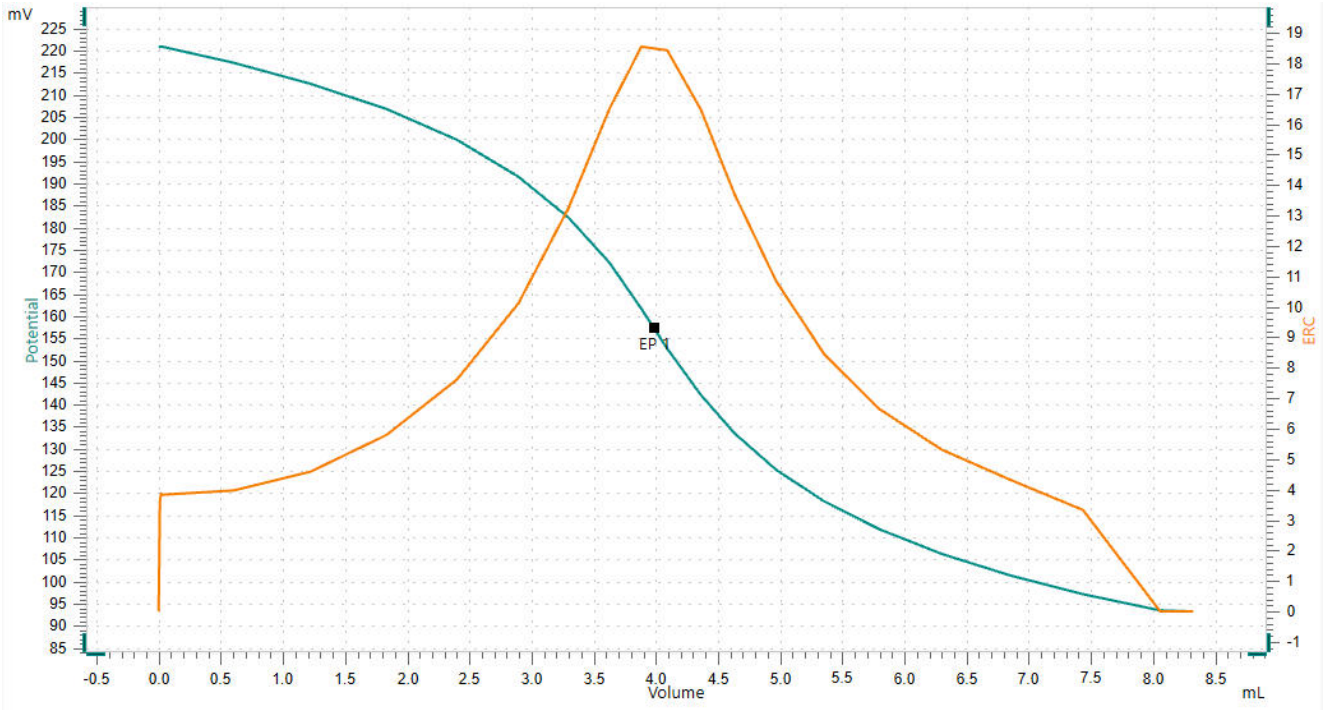


Figure 2. Titration curve of the chloride content in lithium carbonate.

CONCLUSION

The OMNIS Titrator provides a fast and reliable determination of chloride in lithium carbonate according to draft standard ISO 12403. The OMNIS system can be expanded to other titration applications as required.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator mit Magnetrührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Stabrührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional" für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrössen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic"
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced"
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional"



Zylindereinheit OMNIS 20 mL

Intelligente Zylindereinheit 20 mL für einen OMNIS Titrator, Titration Module oder Dosing Module. Inklusive Dosierschläuchen und Antidiffusionsbürettenspitze.



Messmodul digital

Digitaler Messkanal für einen OMNIS Titrator oder Titration Module für den Anschluss von digitalen Elektroden "dTrodes".



dAg-Ringelektrode

Digitale, kombinierte Silberringelektrode für OMNIS mit einem Festschliffdiaphragma.
Diese Elektrode eignet sich für Fällungstitrationen bei variierendem pH-Wert (Titriermittel Silbernitrat) von z.B.

- Chlorid, Bromid, Iodid
- Sulfiden
- Schwefelwasserstoff
- Mercaptane
- Cyanide

Das Festschliffdiaphragma ist gegenüber Verschmutzung unempfindlich. Als Referenzelektrolyt und zur Aufbewahrung wird c(KNO_3) = 1 mol/ L verwendet.
dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.