Application Note AN-K-076

Determinación de carbonato de vinileno en agua mediante titulación coulométrica de Karl Fischer.

Determinación de agua en carbonato de vinileno mediante titulación coulométrica de Karl Fischer simplificada con reactivos libres de alcohol.

El carbonato de vinileno (VC) se utiliza comúnmente como aditivo electrolítico en baterías de iones de litio. Su popularidad se debe al impacto positivo que tiene sobre la ciclabilidad del ánodo y la reducción de la capacidad irreversible. Pequenas cantidades de humedad en las baterías de iones de litio pueden disminuir significativamente su rendimiento y vida útil. Por lo tanto, se controlan los niveles de humedad en las soluciones electrolíticas y sus aditivos para su uso en la fabricación. Hasta hace pocos anos, la cuantificación precisa de la humedad en muestras de carbonato de vinileno resultaba difícil debido a las reacciones secundarias. Gracias al desarrollo comercial de reactivos coulométricos de Karl Fischer libres de alcohol, la determinación precisa es ahora mucho más accesible para los usuarios finales.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

En este estudio se utilizó carbonato de vinileno sin ningún paso de preparación de la muestra.

EXPERIMENTO

Este análisis se realizó utilizando un instrumento 852 Titrando (2.852.0060), equipado con los electrodos enumerados en Tabla 1.

Tabla 1. Descripción general de los electrodos utilizados en esta aplicación.

Equipo	Número de artículo
Electrodo generador con diafragma	6.00348.100
Electrodo doble de hilo de platino para culometría	6.0341.100

Se aspiró un pequeno volumen de carbonato de vinileno en una jeringa hermética para recubrir su interior antes de desecharla. A continuación, se aspiró el exceso de carbonato de vinileno en la jeringa hermética. A continuación, la jeringa preparada se taró en una balanza con cuatro decimales.
El recipiente de titulación se tituló previamente durante el acondicionamiento para eliminar cualquier rastro de humedad presente tanto en el entorno inmediato como en los propios reactivos. Se inyectó directamente un volumen de 0,5 mL de carbonato de vinileno en el recipiente de titulación equipado con los reactivos NEXTGEN Coulomat A-FA/C-FA. La masa se midió por diferencia. Finalmente, el agua de la muestra se tituló en el recipiente coulométrico.

RESULTADOS

Los resultados se registran en Figura 1 y Tabla 2.

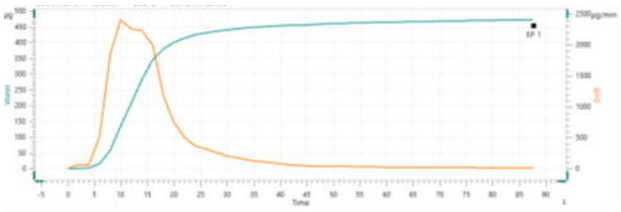

Figure 1. Ejemplo de curva de titulación coulométrica de Karl Fischer para carbonato de vinileno.

Tabla 2 Resultados de la determinación del contenido de agua del carbonato de vinileno (n = 3) evaluado mediante titulación coulométrica de KF por inyección directa.

Resultado 1 (ppm)	Resultado 2 (ppm)	Resultado 3 (ppm)	Significar (ppm)	%RSD
787,73	795,67	788,79	790,73	0,55

CONCLUSIÓN

Durante la fabricación de baterías, es importante controlar la humedad presente para garantizar un rendimiento adecuado en el producto final. Cuantificar con mayor facilidad la contribución de humedad de aditivos como el carbonato de vinileno simplifica enormemente esta tarea. La introducción de reactivos de Karl Fischer sin alcohol logra esto de manera eficaz, permitiendo la generación de datos de humedad precisos y repetibles, incluso para una matriz de muestra difícil.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid
mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN

852 Titrando con Touch Control y electrodo generador con diafragma

Coulómetro, incluido electrodo generador con diafragma, Touch Control, 801 Stirrer y celda de titulación volumétrica completa.

En el caso de la determinación del contenido de agua a nivel de trazas (de 10 µg a 10 mg de agua absoluta), la coulometría es el método ideal para la determinación del contenido de agua en líquidos, materias sólidas y gases. Además, la coulometría es un método absoluto, por lo que la determinación del título no es necesaria.

Gama de medida recomendada para coulometría: 10 µg...200 mg de agua absoluta

Además de la titulación Karl Fischer coulométrica, el 852 Titrando también domina la titulación Karl Fischer volumétrica.

Uso con OMNIS Software, software *tiamo* o Touch Control. Cumple las normativas GMP/GLP y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario.

Electrodo generador con diafragma

Electrodo generador con diafragma para titulaciones Karl Fischer coulométricas, esmerilado normal 29/22. Este electrodo tiene una conexión de cable que está angulada hacia arriba y facilita la guía del cable y el manejo cuando se utiliza con el OMNIS Sample Robot Oven.

Este electrodo generador es especialmente apto para los siguientes casos:

- Muestras con muy bajo contenido absoluto de agua 50 ppm
- Determinación coulométrica del contenido de agua en muestras de aceite
- Aplicaciones con reactivos de cetona
- Aplicaciones en las que se utilizan reactivos poco conductores (adición de cloroformo, xileno > 10%)

Electrodo de doble hilo de platino para coulometría

Electrodo indicador que se utiliza para la titulación Karl Fischer coulométrica.