

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.

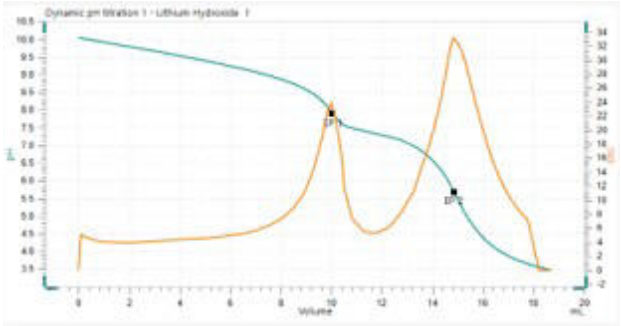


Figure 2. Lithium hydroxide and lithium carbonate endpoints from the second titration.

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 Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid
mh@metrohm.es

CONFIGURATION



Módulo principal Pick and Place S

Módulo principal para el montaje de un OMNIS Sample Robot Pick&Place del tamano S. Este módulo contiene el soporte de módulo y de gradilla. Está equipado con un elevador principal y un agarre. Para la ampliación a un Sample Robot funcional se necesitan además de las gradillas de muestra y los dedos de pinza, puesto de trabajo como el módulo Pick&Place o el módulo de bombeo. La selección de estos componentes se realiza de acuerdo con su aplicación.



Módulo Pick and Place

Módulo para el montaje en el soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo acoge el vaso de muestra para el análisis. Entre un análisis y otro se limpian y ubican los sensores utilizados en un vaso de almacenamiento del módulo Pick&Place. Si se debe agitar durante el análisis, se debe utilizar en esa estación de trabajo un agitador de varilla independiente.



Módulo de bombeo peristáltico (4 canales)

Módulo para el montaje en el soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo está compuesta por una bomba de lavado y otra de succión. Se usan para purgar los sensores en dos módulos Pick&Place y para vaciar el vaso de muestra después del análisis, antes de que vuelva a ser colocado en la gradilla.



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitador de varilla para la conexión directa al OMNIS Sample Robot con cable de montaje fijo (2,5 m).



Hélice de agitador de 20 mm ETFE

Hélice de agitador de 20 mm con altura regulable para la utilización con Rod Stirrer "titulador" o Rod Stirrer "Sample Robot"



Dedos de pinza de 43 - 65 mm

Dedos de pinza para el OMNIS Sample Robot Pick&Place para agarrar vasos de muestra con un diámetro exterior de 43 a 65 mm.



Cabezal de titulación 3 x EN14 / 4 x 6,4 mm (P and P)

Cabezal de titulación con 3 orificios EN14 y 4 x 6,4 mm para la utilización de vasos de 120 mL en módulos Pick&Place del OMNIS Sample Robot Pick&Place con 2 puntas de dosificación extraíbles. Preparado para el equipamiento con tubos de aspiración y lavado.



Gradilla de muestras OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Gradilla de muestras OMNIS para la función Pick&Place del OMNIS Sample Robot apta para 16 vasos de muestra. Se pueden utilizar los siguientes vasos de muestra: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.

Plástico: polipropileno (PP)



Gradilla de muestras OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Gradilla de muestras OMNIS para la función Pick&Place del OMNIS Sample Robot apta para 16 vasos de muestra. Se pueden utilizar los siguientes vasos de muestra: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.

Plástico: polipropileno (PP)



Vaso de muestra de vidrio transparente de 120 mL, 20 unidades

Vaso de muestra de vidrio transparente de 120 mL, apto para gradilla OMNIS 602041030, 20 unidades.



Vaso de muestra de vidrio transparente de 120 mL, 20 unidades

Vaso de muestra de vidrio transparente de 120 mL, apto para gradilla OMNIS 602041030, 20 unidades.



Tubo de FEP / M6 / 150 cm

Con protección contra luz y doblado.



Tubo de FEP / M6 / 150 cm

Con protección contra luz y doblado.



Tubo de FEP / M6 / 150 cm

Con protección contra luz y doblado.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS con 2 licencias de aparatos

Habilita el modo "Stand-Alone" del OMNIS Software en un ordenador con WindowsTM.

Características:

- La licencia ya incluye dos licencias de los aparatos OMNIS.
- Debe activarse en el portal de licencias de Metrohm.



907 Titrando

Titulador de gama alta para la titulación potenciométrica y la titulación Karl Fischer volumétrica con una interfaz de medida y unidades de dosificación Dosino.

- hasta cuatro sistemas de dosificación de tipo 800 Dosino
- titulación dinámica a punto de equivalencia (DET) y monótona a punto de equivalencia (MET), titulación a punto final (SET), titulaciones enzimáticas y pH-STAT (STAT), titulación Karl Fischer (KFT)
- medida con electrodos ion-selectivos (MEAS CONC)
- electrodos inteligentes "iTrode"
- funciones de dosificación con monitorización, Liquid Handling
- cuatro conectores MSB para más agitadores o sistemas de dosificación
- Conector USB
- Uso con OMNIS Software, el software *tiamo* o Touch Control
- Cumple las normativas PCF/PCL y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario



800 Dosino (con cable de 1,5 m)

El 800 Dosino es un accionamiento con hardware de escritura/lectura para unidades de dosificación inteligentes. Con cable fijo (longitud: 1,5 m).



800 Dosino (con cable de 1,5 m)

El 800 Dosino es un accionamiento con hardware de escritura/lectura para unidades de dosificación inteligentes. Con cable fijo (longitud: 1,5 m).



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit con chip de datos integrado con cilindro de vidrio de 20 mL y protección contra la luz, montable en una botella de reactivo con rosca de vidrio ISO/DIN GL 45. Conexión de tubo de FEP, punta antidifusión.



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit con chip de datos integrado con cilindro de vidrio de 20 mL y protección contra la luz, montable en una botella de reactivo con rosca de vidrio ISO/DIN GL 45. Conexión de tubo de FEP, punta antidifusión.



Cable de electrodo / 2 m / F

Para conexión de electrodos con cabezal enchufable Metrohm G a aparatos Metrohm con conector F.



Ecotrode plus

Electrodo pH combinado para todas las titulaciones ácido-base acuosas. El diafragma esmerilado fijo es resistente a la contaminación. Electrolito de referencia: c(KCl) = 3 mol/L, almacenamiento en una solución de conservación.



Soporte de tapas para OMNIS Sample Robot S

Soporte de tapas para el montaje en el módulo de bombeo OMNIS o conjuntos de placas ciegas 6.02007.000 en el sistema OMNIS Sample Robot S.



Tapa Dis-Cover para vaso de muestra OMNIS de 120 mL, 16 unidades

Tapa Dis-Cover para vaso de muestra de 120 mL 6.01400.200, 6.01400.300 y 6.01400.303 en el sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.



Tapa Dis-Cover para vaso de muestra OMNIS de 120 mL, 16 unidades

Tapa Dis-Cover para vaso de muestra de 120 mL 6.01400.200, 6.01400.300 y 6.01400.303 en el sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.