



Application Note AN-K-076

Vinylene carbonate water determination via coulometric Karl Fischer titration

Water determination in vinylene carbonate by Karl Fischer coulometric titration made simple with alcohol-free reagents

Vinylene carbonate (vc) is commonly used as a battery electrolyte additive in lithium-ion batteries. Its popularity is due to the positive impact it has on anode cyclability and reduction of irreversible capacity. Small amounts of moisture in Li-ion batteries can significantly decrease performance and lifetime. Therefore, moisture levels in electrolyte solutions and

their additives are controlled for use in manufacturing. Until recent years, accurate moisture quantification in vinylene carbonate samples was difficult due to side reactions. With the commercial development of alcohol-free coulometric Karl Fischer reagents, accurate determination is now much more accessible to end-users.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

Vinylene carbonate was used in this study without

any sample preparation steps.

EXPERIMENTAL

This analysis was performed using an 852 Titrando (2.852.0060) instrument, equipped with the

electrodes listed in **Table 1**.

Table 1. Overview of electrodes used in this application.

Equipment	Article number
Generator electrode with diaphragm	6.00348.100
Double Pt-wire electrode for coulometry	6.0341.100

A small volume of vinylene carbonate was aspirated into a gas-tight syringe to coat its interior before being disposed of. Excess vinylene carbonate was then drawn into the gas-tight syringe. The prepared syringe was then tared on a balance with four decimal places.

The titration vessel was pre-titrated during

conditioning to remove any moisture present from both the immediate environment and the reagents themselves. A volume of 0.5 mL of vinylene carbonate was directly injected into the titration vessel equipped with NEXTGEN Coulomat A-FA/C-FA reagents. The mass was measured by difference. Water from the sample was finally titrated in the coulometric vessel.

RESULTS

Results are recorded in **Figure 1** and **Table 2**.

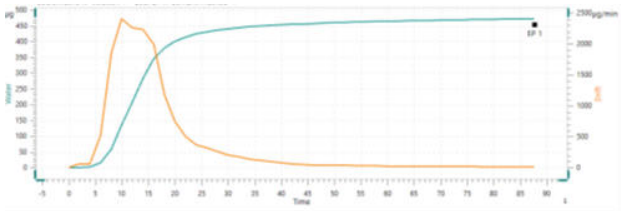


Figure 1. Example coulometric KF titration curve for vinylene carbonate.

Table 2. Results for the vinylene carbonate water content determination (n = 3) as evaluated by direct injection coulometric KF titration.

Result 1 (ppm)	Result 2 (ppm)	Result 3 (ppm)	Mean (ppm)	%RSD
787.73	795.67	788.79	790.73	0.55

CONCLUSION

During battery manufacturing, control of all moisture present is important to guarantee adequate performance in the finished product. More easily quantifying the moisture contribution from additives such as vinylene carbonate makes this a much simpler

task. The introduction of alcohol-free Karl Fischer reagents accomplishes this effectively, allowing the generation of accurate and repeatable moisture data—even for a difficult sample matrix.

CONTACT

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

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



852 Titrande avec Touch Control et électrode génératrice à diaphragme

Coulomètre avec électrode génératrice avec diaphragme, Touch Control, 801 Stirrer et cellule de titrage volumétrique complète.

La coulométrie est la méthode idéale pour déterminer les traces d'eau (10 µg à 10 mg d'eau absolue) dans les liquides, les matières solides et gazeuses. Comme la coulométrie est une méthode absolue, la détermination du titre n'est pas nécessaire.

Gamme de mesure recommandée en coulométrie :
10 µg à 200 mg d'eau absolue

Le **852 Titrande** maîtrise le titrage volumétrique Karl Fischer en plus du titrage coulométrique.

Utilisation avec le logiciel OMNIS, *tiamo* ou le Touch Control. Satisfait aux exigences des BPF/BPL et de la FDA, telles que celles de la réglementation 21 CFR Part 11, le cas échéant.



Électrode génératrice avec diaphragme

Électrode génératrice avec diaphragme pour les titrages coulométriques Karl Fischer, rodage normalisé 29/22. Cette électrode possède un connecteur du câble coudé vers le haut qui simplifie leur protection et le maniement en cas d'utilisation du four OMNIS Sample Robot.

Cette électrode génératrice convient spécialement aux applications suivantes :

- Échantillons à teneur en eau absolue très faible 50 ppm
- Détermination coulométrique de la teneur en eau dans les échantillons huileux
- Applications utilisant des réactifs de cétone
- Applications utilisant des réactifs peu conducteurs (ajout de chloroforme, xylène > 10 %)



Électrode à double fil de platine pour la coulométrie

Électrode indicatrice utilisée pour le titrage coulométrique Karl Fischer.