

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.

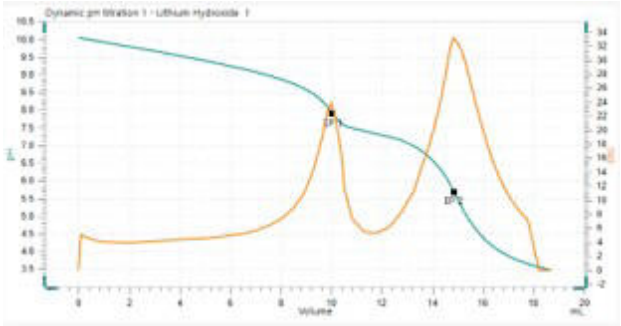


Figure 2. Lithium hydroxide and lithium carbonate endpoints from the second titration.

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 France
13, avenue du Québec - CS 90038
91978 VILLEBON COURTABOEUF CEDEX
info@metrohm.fr

CONFIGURATION



Module principal Pick and Place S

Module principal pour l'installation d'un OMNIS Sample Robot Pick&Place de la taille S. Ce module comprend le support de module et le porte-rack. Il est déjà équipé de l'élévateur et d'une pince. Pour l'extension en un Sample Robot opérationnel, des postes de travail comme le module Pick&Place ou un module de pompe sont nécessaires, en plus des racks d'échantillons et des doigts de pince. Ces composants sont choisis en fonction de l'application.



Module Pick and Place

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail accueille le bécher d'échantillon pour l'analyse. Entre les analyses, les capteurs utilisés sont nettoyés ou rangés dans le bécher de rangement du module Pick&Place. Si pendant l'analyse, il est nécessaire d'agiter, un agitateur à hélice séparé est utilisé sur ce poste de travail.



Module de pompe péristaltique (4 canaux)

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail est équipé de deux pompes de rincage et de deux pompes d'aspiration. Elles sont utilisées pour nettoyer les capteurs dans deux modules Pick&Place et vider le bécher d'échantillon après l'analyse, avant qu'il ne soit replacé dans le rack.



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitateur à tige pour le raccordement direct à l'OMNIS Sample Robot avec câble à montage fixe (2,5 m).



Tige d’agitation 20 mm en ETFE

Tige d’agitation de 20 mm, avec hauteur adaptable, pour l'utilisation avec un Rod Stirrer « Titrator » ou Rod Stirrer « Sample Robot »



Doigts de préhenseur 43 - 65 mm

Doigts de préhenseur pour OMNIS Sample Robot Pick&Place pour saisir les béchers d'échantillon d'un diamètre extérieur de 43 à 65 mm.



Tête de titrage 3xNS14 / 4x6,4 mm (P and P)

Tête de titrage avec 3 orifices NS14 et 4 orifices de 6,4 mm pour utiliser des béchers de 120 mL dans des modules Pick&Place de l'OMNIS Sample Robot Pick&Place avec 2 pointes de dosage rétractées. Préparée pour être équipée de tuyaux de rincage et d'aspiration.



Rack d'échantillons OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack d'échantillons OMNIS pour le OMNIS Sample Robot Pick&Place pour 16 béchers d'échantillon. Vous pouvez utiliser les béchers d'échantillon suivants : 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Plastique : polypropylène (PP)



Rack d'échantillons OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack d'échantillons OMNIS pour le OMNIS Sample Robot Pick&Place pour 16 béchers d'échantillon. Vous pouvez utiliser les béchers d'échantillon suivants : 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Plastique : polypropylène (PP)



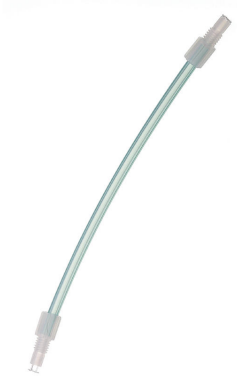
Bécher d'échantillon en verre clair 120 mL, 20 pc

Bécher d'échantillon en verre clair 120 mL, adapté au rack d'échantillons OMNIS 602041030, 20 pièces.



Bécher d'échantillon en verre clair 120 mL, 20 pc

Bécher d'échantillon en verre clair 120 mL, adapté au rack d'échantillons OMNIS 602041030, 20 pièces.



Tuyau en FEP / M6 / 150 cm

Avec protection contre la lumière et le flambage



Tuyau en FEP / M6 / 150 cm

Avec protection contre la lumière et le flambage



Tuyau en FEP / M6 / 150 cm

Avec protection contre la lumière et le flambage

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licence OMNIS autonome avec 2 licences appareil

Elle permet l'utilisation du mode autonome du logiciel OMNIS sur un ordinateur WindowsTM.

Caractéristiques :

- La licence comprend déjà deux licences pour appareils OMNIS.
- Elle doit être activée via le portail d'octroi de licences Metrohm.



907 Titrando

Titreur haut de gamme pour le titrage potentiométrique et volumétrique Karl Fischer avec une interface de mesure et des unités de dosage Dosino.

- jusqu'à quatre systèmes de dosage du type 800 Dosino
- titrage dynamique à point d'équivalence (DET), titrage monotone à point d'équivalence (MET) et titrage à point final (SET), titrages enzymatiques et pH-STAT (STAT), titrage Karl Fischer (KFT)
- mesure avec des électrodes ioniques spécifiques (MEAS CONC)
- électrodes intelligentes « iTrode »
- fonctions de dosage avec contrôle, manipulation des liquides
- quatre connecteurs MSB pour des agitateurs ou des systèmes de dosage supplémentaires
- connecteur USB
- 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



800 Dosino (câble : 1,5 m)

Le 800 Dosino est un entrainement par matériel d'écriture/de lecture pour les unités de dosage intelligentes. Avec câble intégré (longueur 1,5 m).



800 Dosino (câble : 1,5 m)

Le 800 Dosino est un entrainement par matériel d'écriture/de lecture pour les unités de dosage intelligentes. Avec câble intégré (longueur 1,5 m).



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit avec puce électronique de données intégrée avec cylindre en verre de 20 mL et protection contre la lumière, pouvant être installée sur une bouteille à réactifs avec filetage en verre ISO/DIN GL 45, connexion tubulaire FEP, pointe anti-diffusion. Connexion tubulaire FEP, pointe anti-diffusion.



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit avec puce électronique de données intégrée avec cylindre en verre de 20 mL et protection contre la lumière, pouvant être installée sur une bouteille à réactifs avec filetage en verre ISO/DIN GL 45, connexion tubulaire FEP, pointe anti-diffusion. Connexion tubulaire FEP, pointe anti-diffusion.



Câble d'électrode 2 m / F

Pour la connexion d'électrodes avec tête enfichable Metrohm G aux appareils Metrohm avec douille type F.



Ecotrode plus

Électrode pH combinée pour les titrages acide-base en milieu aqueux. Le diaphragme rodé fixe est insensible à la contamination. Électrolyte de référence : c(KCl) = 3 mol/L, conservation dans une solution de conservation.



Support couvercle pour OMNIS Sample Robot S

Support couvercle à installer sur le module de pompe OMNIS ou la pièce superposée de la plaque obturatrice 6.02007.000 dans le système OMNIS Sample Robot S.



Couvercle Dis-Cover pour béchers d'échantillon OMNIS de 120 mL, 16 unités

Couvercle Dis-Cover pour béchers d'échantillon de 120 mL, 6.01400.200, 6.01400.300 et 6.01400.303, dans le système OMNIS Sample Robot Pick&Place.



Couvercle Dis-Cover pour béchers d'échantillon OMNIS de 120 mL, 16 unités

Couvercle Dis-Cover pour béchers d'échantillon de 120 mL, 6.01400.200, 6.01400.300 et 6.01400.303, dans le système OMNIS Sample Robot Pick&Place.