



Application Note AN-K-076

Determinazione dell'acqua nel carbonato di vinilene mediante titolazione coulometrica Karl Fischer

Determinazione del contenuto d'acqua nel vinilene carbonato mediante titolazione coulombometrica Karl Fischer: una procedura semplificata con reagenti privi di alcol

Il carbonato di vinilene (VC) è comunemente utilizzato come additivo per elettroliti nelle batterie agli ioni di litio. La sua diffusione è dovuta all'effetto positivo che esercita sulla ciclabilità dell'anodo e sulla riduzione della perdita di capacità irreversibile. La presenza di anche minime quantità di umidità nelle batterie agli ioni di litio può comprometterne significativamente le prestazioni e la durata operativa; pertanto, i livelli di umidità nelle soluzioni elettrolitiche e nei relativi

additivi vengono monitorati durante il processo di produzione. Fino a tempi recenti, la quantificazione precisa dell'umidità nei campioni di vinilene carbonato risultava complessa a causa di reazioni collaterali; tuttavia, grazie allo sviluppo commerciale di reagenti coulometrici Karl Fischer privi di alcoli, tale determinazione è oggi molto più accessibile agli utenti finali.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Il carbonato di vinilene è stato utilizzato in questo studio senza alcuna fase di preparazione del

campione.

ANALISI

Questa analisi è stata eseguita utilizzando uno strumento 852 Titrand (2.852.0060) dotato degli

elettrodi elencati nella **Tabella 1**.

Tabella 1. Panoramica degli elettrodi utilizzati in questa applicazione.

Strumentazione	Codice articolo
Elettrodo generatore con diaframma	6.00348.100
Elettrodo a doppio filo di platino per coulometria	6.0341.100

Una piccola quantità di vinilene carbonato è stata aspirata in una siringa a tenuta di gas per rivestirne la superficie interna, prima di essere eliminata. Successivamente, è stata prelevata nella siringa una quantità in eccesso di vinilene carbonato. La siringa così preparata è stata quindi tarata su una bilancia con quattro cifre decimali.

Il recipiente di titolazione è stato sottoposto a pre-titolazione durante la fase di condizionamento, al fine

di eliminare l'umidità eventualmente presente sia nell'ambiente circostante che nei reagenti stessi. Un volume di 0,5 mL di vinilene carbonato è stato iniettato direttamente nel recipiente di titolazione, contenente i reagenti NEXTGEN Coulomat A-FA/C-FA. La massa è stata determinata per differenza. Infine, l'acqua contenuta nel campione è stata titolata nella cella coulometrica.

RISULTATI

I risultati sono riportati nella **Figura 1** e nella **Tabella 2**.

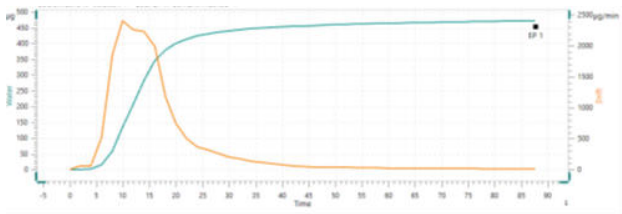


Figure 1. Esempio di curva di titolazione coulometrica Karl Fischer per il carbonato di vinilene.

Tabella 2. Risultati della determinazione del contenuto d'acqua nel carbonato di vinilene (n = 3) mediante titolazione coulometrica Karl Fischer a iniezione diretta.

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

CONCLUSIONE

Durante la produzione delle batterie, il controllo dell'umidità presente è fondamentale per garantire prestazioni adeguate nel prodotto finito. La possibilità di quantificare più agevolmente l'apporto di umidità derivante da additivi come il vinilene carbonato rende questo compito molto più semplice. L'introduzione di

reagenti Karl Fischer privi di alcol consente di raggiungere tale obiettivo in modo efficace, permettendo di ottenere dati sull'umidità accurati e riproducibili, anche nel caso di matrici di campioni complesse.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



852 Titrando con Touch Control ed elettrodo generatore con diaframma

Coulombometro comprensivo di elettrodo generatore con diaframma, Touch Control, agitatore magnetico 801 Stirrer e cella di titolazione volumetrica completa.

Per la determinazione della presenza d'acqua in tracce (da 10 µg a 10 mg di acqua assoluta), la coulometria è il metodo ideale per la determinazione della quantità d'acqua in liquidi, solidi e gas. Inoltre la coulometria è un metodo assoluto e pertanto consente di fare a meno della determinazione del titolo.

Intervallo di misura consigliato per la coulombometria: da 10 µg a 200 mg acqua assoluta

L'**852 Titrando**, oltre alla titolazione coulometrica, è in grado di effettuare anche la titolazione volumetrica Karl Fischer.

Utilizzo con OMNIS Software, software *tiamo* o Touch Control. Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario.



Elettrodo generatore con diaframma

Elettrodo generatore con diaframma per titolazioni Karl Fischer coulometriche, giunto conico 29/22. Questo elettrodo prevede un attacco del cavo piegato verso l'alto che facilita la copertura cavo e il comando quando utilizzato con OMNIS Sample Robot Oven.

Questo elettrodo generatore è indicato in particolare per:

- Campioni con contenuto assoluto di acqua molto basso 50 ppm
- Determinazione coulometrica del contenuto d'acqua in campioni di olio
- Applicazioni per cui vengono utilizzati reagenti chetonici
- Applicazioni per cui vengono utilizzati reagenti cattivi conduttori (aggiunta di cloroformio, xilene >10%)



Elettrodo a doppio filo di platino per coulometria

Elettrodo indicatore utilizzato per la titolazione Karl Fischer coulometrica.