

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.

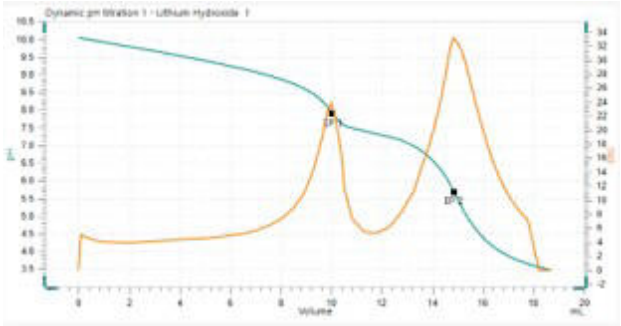


Figure 2. Lithium hydroxide and lithium carbonate endpoints from the second titration.

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 Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)
info@metrohm.it

CONFIGURATION



Modulo principale Pick and Place S

Modulo principale per l'ampliamento di un OMNIS SampleRobot Pick&Place della misura S. Questo modulo include supporto per moduli e rack. È già equipaggiato con il sollevamento principale e una pinza. Per l'ampliamento a un SampleRobot funzionale, oltre a rack dei campioni e dita di presa, sono necessarie anche delle postazioni di lavoro, come il modulo Pick&Place o un modulo pompa. La scelta di questi componenti viene effettuata in base all'applicazione.



Modulo Pick and Place

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro preleva il beaker per campioni per l'analisi. Tra le analisi, i sensori utilizzati vengono puliti o parcheggiati nel beaker di stoccaggio del modulo Pick&Place. Se durante l'analisi è necessaria l'agitazione, per questa stazione di lavoro deve essere utilizzato un agitatore a elica separato.



Modulo pompa peristaltico (4 canali)

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro è dotata di due pompe di lavaggio e di aspirazione. Vengono utilizzate per pulire i sensori in due moduli Pick&Place e per svuotare il beaker per campioni dopo l'analisi prima di rimetterli sul rack.



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitatore con cavo montato fisso (2,5 m) per il collegamento diretto all'OMNIS Sample Robot.



Elica agitatrice 20 mm ETFE

Elica agitatrice 20 mm in ETFE ad altezza variabile per l'utilizzo con agitatore a elica "Titrator" o "Sample Robot"



Dita di presa 43 - 65 mm

Dita di presa per OMNIS Sample Robot Pick&Place per prendere i recipienti del campione con un diametro esterno da 43 a 65 mm.



Testa di titolazione 3xNS14/ 4x6,4mm (P and P)

Testa di titolazione con 3 aperture NS14 e 4x 6,4 mm per l'utilizzo di beaker da 120 mL in moduli Pick&Place dell'OMNIS Sample Robot Pick&Place con 2 punte di dosaggio retratte. Preparata per l'equipaggiamento con tubi di lavaggio e scarico.



Rack dei campioni OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack dei campioni OMNIS per OMNIS Sample Robot Pick&Place adatto a 16 beaker per campioni. Possono essere utilizzati i seguenti beaker per campioni: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Plastica: polipropilene (PP)



Rack dei campioni OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack dei campioni OMNIS per OMNIS Sample Robot Pick&Place adatto a 16 beaker per campioni. Possono essere utilizzati i seguenti beaker per campioni: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Plastica: polipropilene (PP)



Beaker per campioni in vetro trasparente da 120 mL 20 pezzi

Beaker per campioni in vetro trasparente da 120 mL, adatto al rack per campioni OMNIS 602041030, 20 pezzi.



Beaker per campioni in vetro trasparente da 120 mL 20 pezzi

Beaker per campioni in vetro trasparente da 120 mL, adatto al rack per campioni OMNIS 602041030, 20 pezzi.



Tubo in FEP / M6 / 150 cm

Con protezione dalla luce e dalla strozzature



Tubo in FEP / M6 / 150 cm

Con protezione dalla luce e dalla strozzature



Tubo in FEP / M6 / 150 cm

Con protezione dalla luce e dalla strozzature

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licenza OMNIS stand-alone con 2 licenze strumenti

Consente l'utilizzo stand-alone del OMNIS Software su un computer WindowsTM.

Caratteristiche:

- La licenza contiene già due licenze per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.



907 Titrando

Titolatore di fascia alta per la titolazione Karl Fischer potenziometrica e volumetrica con un'interfaccia di misura e unità di dosaggio Dosino.

- fino a quattro sistemi di dosaggio del tipo 800 Dosino
- titolazione dinamica (DET), monotonica (MET) e a punto finale (SET), titolazioni enzimatiche e pH-STAT (STAT), titolazione Karl Fischer (KFT)
- Misura con elettrodi iono-selettivi (MEAS CONC)
- elettrodi intelligenti "iTrode"
- Funzioni di dosaggio con monitoraggio, trasferimento liquidi
- quattro connettori MSB per ulteriori agitatori o sistemi di dosaggio
- connettore USB
- Utilizzo con software OMNIS, software *tiamo* o Touch Control
- Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario



800 Dosino (cavo: 1,5 m)

800 Dosino è un azionamento con hardware di scrittura/lettura per unità di dosaggio intelligenti. Con cavo fisso (lunghezza 1,5 m).



800 Dosino (cavo: 1,5 m)

800 Dosino è un azionamento con hardware di scrittura/lettura per unità di dosaggio intelligenti. Con cavo fisso (lunghezza 1,5 m).



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit con chip dati integrato, con cilindro in vetro da 20 mL e protezione dalla luce, montabile sulla bottiglia del reagente con filettatura in vetro ISO/DIN GL 45. Tubo di connessione in FEP, punta antidiffusione.



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit con chip dati integrato, con cilindro in vetro da 20 mL e protezione dalla luce, montabile sulla bottiglia del reagente con filettatura in vetro ISO/DIN GL 45. Tubo di connessione in FEP, punta antidiffusione.



Cavo per elettrodo 2 m / F

Per la connessione dell'elettrodo con attacco Metrohm G agli strumenti Metrohm (presa F)



Ecotrode plus

Elettrodo per pH combinato per titolazioni acido/basiche acquose. Il diaframma fisso a smeriglio è insensibile allo sporco. Elettrolita di riferimento: c(KCl) = 3 mol/L, conservazione in soluzione di conservazione.



Vassoio di copertura per OMNIS Sample Robot S

Vassoio di copertura per il montaggio sul modulo pompa OMNIS o sulla sovrastruttura a piastre cieche 6.02007.000 nel sistema OMNIS Sample Robot S.



Coperchio Dis-Cover per beaker per campioni OMNIS da 120 mL, 16 pezzi

Coperchio Dis-Cover per beaker per campioni da 120 mL 6.01400.200, 6.01400.300 e 6.01400.303 nel sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.



Coperchio Dis-Cover per beaker per campioni OMNIS da 120 mL, 16 pezzi

Coperchio Dis-Cover per beaker per campioni da 120 mL 6.01400.200, 6.01400.300 e 6.01400.303 nel sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.