



Application Note AN-K-076

カールフィッシャー電量滴定による ビニレンカーボネート中の水分測定

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

炭酸ビニレン(vc)は、リチウムイオン電池の電解液添加剤として一般的に使用されています。その人気は、負極のサイクル特性に好影響を与え、不可逆容量を低減することによるものです。リチウムイオン電池内のわずかな水分でも、性能と寿命を大幅に低下させる可能性があります。そのため、電解液およびその添加剤中の水分量は、製造に使用する際に管

理されています。近年まで、副反応のため、炭酸ビニレン試料中の水分を正確に定量することは困難でした。アルコールフリーのクーロメトリー用カールフィッシャー試薬が商業的に開発されたことで、現在ではエンドユーザーにとって、正確な測定がはるかに容易になっています。

試料と試料調製

本研究では、炭酸ビニレンは試料調製の工程を一切

行わずに使用しました。

実験

この分析は、表1に記載の電極を備えた852 Titrand(2.852.0060)装置を使用して行いました。

表1. 本アプリケーションで使用した電極の概要。

機器	品番
隔膜付き発生電極	6.00348.100
クーロメトリー用二重Pt線電極	6.0341.100

少量の炭酸ビニレンを気密シリンジに吸引してシリンジ内部を共洗いし、その後廃棄しました。続いて、余分な炭酸ビニレンを気密シリンジに吸引しました。準備したシリンジを、小数点以下4桁の天びんで風袋引きしました。
滴定容器は、コンディショニング中に前滴定を行い

、周囲の環境および試薬自体に含まれる水分を除去しました。0.5 mLの炭酸ビニレンを、NEXTGEN Coulomat A-FA/C-FA試薬を入れた滴定容器に直接注入しました。質量は差量法で測定しました。最後に、クーロメトリー容器内で試料中の水分を滴定しました。

結果

結果は図1および表2に記録されています。

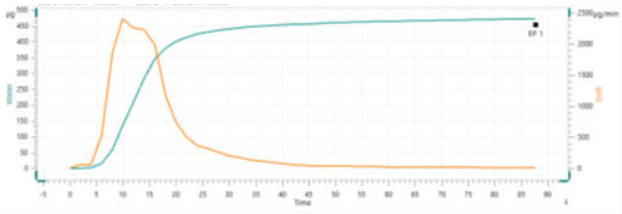


図 1. 炭酸ビニレンのクーロメトリー-KF滴定曲線の例です。

表2. 直接注入クーロメトリー-KF滴定により評価した、炭酸ビニレンの水分含有量測定結果(n = 3)。

結果1 (ppm)	結果2 (ppm)	結果3 (ppm)	平均値 (ppm)	%RSD
787.73	795.67	788.79	790.73	0.55

まとめ

電池の製造においては、完成品の性能を十分に確保するために、存在するすべての水分を管理することが重要です。炭酸ビニレンなどの添加剤に由来する水分の寄与をより簡単に定量できるようになったことで、この作業ははるかに簡単になりました。アル

コールフリーのカールフischer試薬の導入によってこれが効果的に実現され、困難な試料マトリックスであっても、正確で再現性のある水分データを得ることができます。

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

構成



852 TitrandoTouch Control2

クーロメーター(2液型電極、Touch Control、801 Stirrer、完全な容量滴定セル付き)。

トレースレベル(水の絶対量10 μg ~10 mg)の水分測定において、クーロメトリーは液体、固体、気体中での水分測定に理想的なメソッドです。更にクーロメトリーは絶対メソッドなので、試薬ファクター測定の必要がありません。

クーロメトリーで推奨される測定範囲: 水の絶対量 10 μg ~200 mg

852 Titrandoでは電量滴定の他に容量滴定によるカールフischer滴定も可能です。

OMNISソフトウェア、*tiamo*ソフトウェアもしくはTouch Controlを適用。GMP/GLP基準およびFDA基準21 CFR Part 11の要件を満たしています(必要な場合)。



(2)

カール フィッシャー 電量滴定用の発生電極 (2 液型 電極付き)、すり合わせ 29/22。この電極は、OMNIS Sample Robot Oven との使用時にケーブル配線と操作を簡単にする、上向きに角度の付いたケーブルコネクタを有しています。

この発生電極は特に以下の用途に適しています:

- 絶対水分 50 ppm の非常に低いサンプル
- オイルサンプルにおける 電量法水分測定
- ケトン試薬を用いるアプリケーション
- 低導電性試薬が用いられる用途 (10% を超えるクロロホルム、キシレンの追加 >10%)



Pt

カール フィッシャー 電量滴定に用いられる指示電極。