

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.

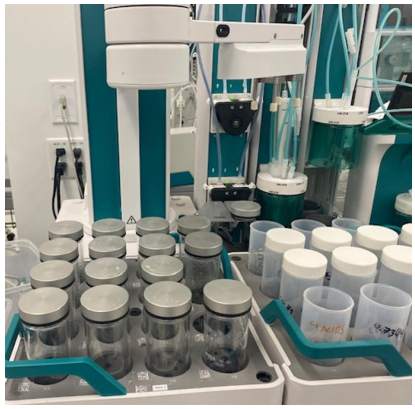


Figure 1. An OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover caps and nitrogen sparging helps to protect the lithium hydroxide samples from carbon dioxide absorption prior to analysis.

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.

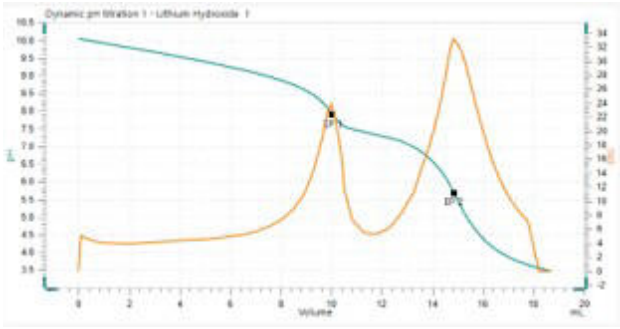


Figure 2. Lithium hydroxide and lithium carbonate endpoints from the second titration.

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

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

CONFIGURATION



Pick and Place S

サイズ S の OMNIS Sample Robot Pick&Place を組み立てるためのメインモジュールです。このモジュールにはモジュールキャリアおよびラックキャリアが含まれます。これには既にメインリフトとグリッパーが装備されています。完全動作する Sample Robot に拡充するためには、サンプルラックとグリッパーフィンガーに加えて、Pick&Place モジュールやポンプモジュールなどのワークステーションが必要となります。このコンポーネントの選択は、アプリケーションに合わせて行われます。



Pick and Place

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションに、分析用のサンプルビーカーが収容されます。分析の合間に、使用されたセンサーはPick&Placeモジュールの保管用ビーカーにて洗浄、または保管されます。分析中に撹拌する場合は、このワークステーションでは別個のプロペラスターラーを使用しなければなりません。



Peristaltik (4)

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションには、洗浄ポンプおよび排液ポンプが各々2つずつ装備されています。これは、2つの Pick&Place モジュール内のセンサーを洗浄したり、分析後のサンプルビーカーをラックに戻す前に空にするために使用されます。



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

固定取り付けケーブル (2.5 m) で OMNIS Sample Robot に直接接続するロッドスターラ。



20 mm ETFE

ロッドスターラー「Titrator」もしくはロッドスターラー「Sample Robot」と併用される、高さ調節が可能なプロペラスターラー 20 mm



43 65 mm

外径が 43 ~ 65 mm のサンプルビーカーを掴むための OMNIS Sample Robot Pick&Place のグリッパーフィンガー。



3xNS14/ 4x6.4mm (P and P)

2つのドージングチップの取り付けられたOMNIS Sample Robot Pick&Place の Pick&Place モジュールにおいて 120 mL のビーカーを使用するための 3 NS14 および 4 x 6.4 mm の開口部を有する滴定ヘッド。洗浄用および吸引用チューブの装備の準備。



OMNIS16 x 120 mL(PP)

16個のサンプルビーカーに適合した OMNISサンプルロボットピック&プレイスのための OMNISサンプルラック。以下のサンプルビーカーの使用が可能です： 6.01400.200、6.01400.300、6.01400.303。

合成樹脂: ポリプロピレン (PP)



OMNIS16 x 120 mL(PP)

16個のサンプルビーカーに適合した OMNISサンプルロボットピック&プレイスのための OMNISサンプルラック。以下のサンプルビーカーの使用が可能です： 6.01400.200、6.01400.300、6.01400.303。

合成樹脂: ポリプロピレン (PP)



120 mL20

透明ガラス製サンプルビーカー 120 mL、OMNISサンプルラック 602041030 に適合、20 個。



120 mL20

透明ガラス製サンプルビーカー 120 mL、OMNISサンプルラック 602041030 に適合、20 個。



FEP tubing / M6 / 150 cm
With light and kink protection



FEP tubing / M6 / 150 cm
With light and kink protection



FEP tubing / M6 / 150 cm
With light and kink protection

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

2OMNIS
WindowsTMコンピューター上のOMNISソフトウェアをスタンドアローン操作することが可能になります。
特徴:

- ライセンスには、既に2つのOMNIS装置ライセンスが含まれています
- メトローム・ライセンシングポータルにて、アクティブ化する必要があります。



907 Titrando

測定インターフェースと Dosino ドージングユニットを備えた、カール フィッシャー電位差滴定、および容量滴定のためのハイエンド滴定装置。

- タイプ 800 Dosino のドージングデバイスシステムが 4 つまで
- 変動滴下量当量点滴定 (DET)、等量滴下当量点滴定 (MET)、終点滴定 (SET)、酵素滴定および pH STAT 滴定 (STAT)、カール フィッシャー滴定 (KFT)
- イオン選択性電極を用いた測定 (MEAS CONC)
- インテリジェント電極「iTrode」
- モニタリング、LQH を備えたドージング機能
- 追加のスターラーまたはドージングデバイスシステムのための 4 つの MSB コネクタ
- USB コネクタ
- OMNIS Software、*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)



800 Dosino1.5 m

800 Dosino は、インテリジェントドージングユニット向けの読み書きハードウェアを搭載した駆動システムです。固定取付けされたケーブル付き (長さ 1.5 m)。



800 Dosino1.5 m

800 Dosino は、インテリジェントドージングユニット向けの読み書きハードウェアを搭載した駆動システムです。固定取付けされたケーブル付き (長さ 1.5 m)。



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit、20 mL ガラスシリンダーおよび遮光機能付き統合型データチップ付き、ISO/DIN ガラスネジ規格 GL 45 で試薬ボトルに取り付け可能。FEP チューブ接続部、反拡散チップ。



807 Dosing Unit 20 mL

807 Dosing Unit、20 mL ガラスシリンダーおよび遮光機能付き統合型データチップ付き、ISO/DIN ガラスネジ規格 GL 45 で試薬ボトルに取り付け可能。FEP チューブ接続部、反拡散チップ。



Electrode Cable 2 m / F

For connecting electrodes with Metrohm plug-in head G to Metrohm instruments (socket F).



Ecotrode plus

水性酸/塩基滴定のための複合pH 電極。固定グランドジョイントダイアフラムは汚れに対して耐性があります。参照内部液: c(KCl) = 3 mol/L、保存液で保管。



OMNISS

OMNISサンプルロボットSシステムにて、OMNISポンプモジュールまたはダミーパネル6.02007.000に設置する蓋ホルダー。



OMNIS120 mLDis-Cover16

OMNISサンプルロボットピック&プレイスシステムの120 mLサンプルビーカー6.01400.200、6.01400.300および6.01400.303用Dis-Cover蓋。



OMNIS120 mLDis-Cover16

OMNISサンプルロボットピック&プレイスシステムの120 mLサンプルビーカー6.01400.200、6.01400.300および6.01400.303用Dis-Cover蓋。