



Application Note AN-T-251

電位差滴定による炭酸リチウム中炭酸塩含有量測定(ISO 10662)

Determination of carbonate in lithium carbonate by potentiometric titration according to draft standard ISO 10662

炭酸リチウムは、リチウムイオン電池に使用される正極材料の主要なリチウム塩の一つです。この原料における正確な炭酸塩含有量および全体的な純度の測定は不可欠です。微量の不純物であっても主要な物理化学的特性に影響を及ぼし、最終的には後工程の用途における電気化学的挙動を左右する可能性があります。これは特にバッテリーグレード材料において重要であり、安定した製造性能、セルの長

期的な安定性、および全体的な安全性を確保するために厳格な組成許容範囲が求められます。本アプリケーションノートでは、Dis-Coverリッドを備えた自動化OMNISシステムによる炭酸リチウム中の炭酸塩含有量の測定について説明します。ISO 10662ドラフト法は、炭酸リチウムの主成分含有量を定量し、材料純度の精密な評価を可能にします。

試料および試料前処理

本法は、濃度が95.00%を超えるバッテリーグレードの炭酸リチウム(Li_2CO_3)に適用できます。試料は

250 ° Cで2時間乾燥させ、放冷してから使用しました。

実験

分析は、dUnitrodeおよびDis-Coverリッドを装備したOMNIS Sample Robotを備えたOMNIS Advanced Titratorで実施します(図1)。ブランク分析は、塩酸の開始体積を用いて実施し、当量点を越えるまで滴定します。
試料は、第2当量点を越えるまで塩酸で滴定します。



図 1. dUnitrodeおよびDis-Coverリッドを装備したOMNIS Sample RobotとOMNIS Advanced Titrator

結果

試料は1日目に2回、翌日にもう一度測定しました。

結果を表1に示します。

表1. 炭酸リチウム試料の炭酸塩測定結果

試料(n = 3)	含有量平均値(%)	SD(rel)(%)
A	100.37	0.18
B	98.62	0.42
C	99.87	0.96

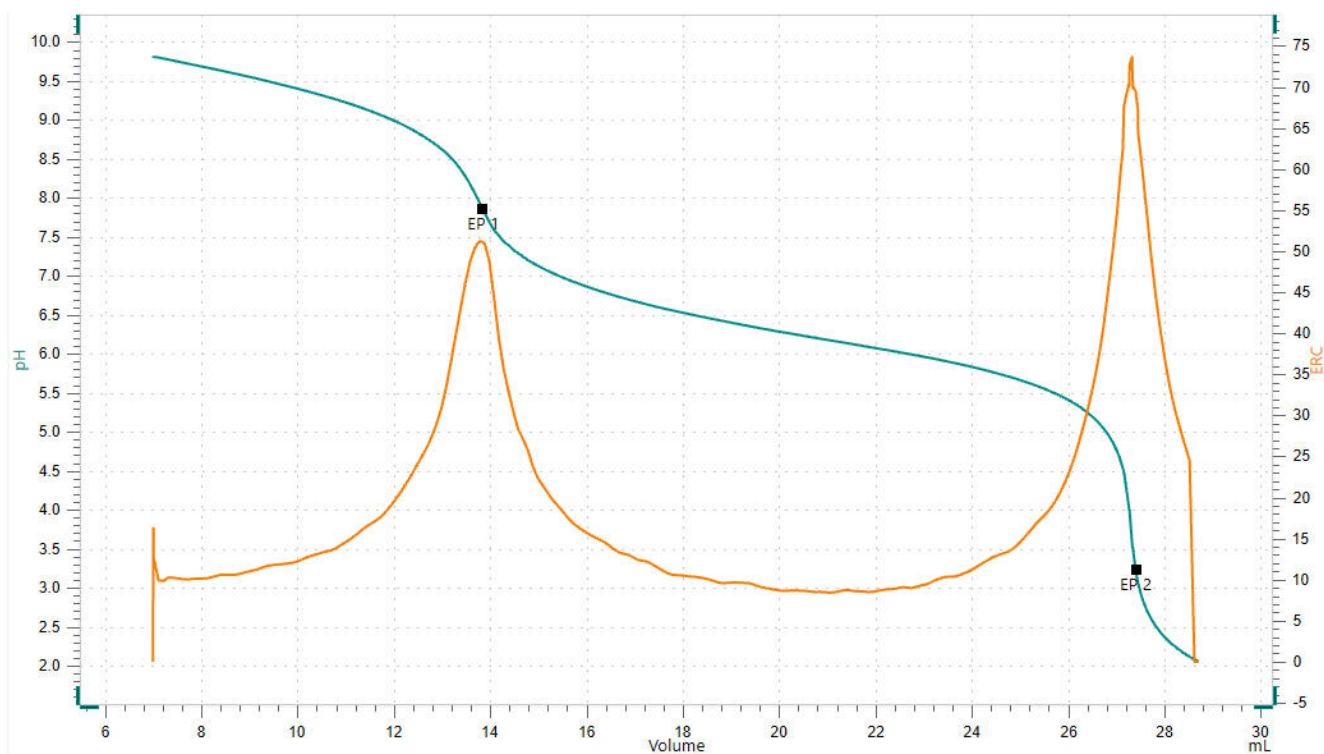


図 2. 炭酸リチウム中の炭酸塩含有量の滴定曲線

結論

Dis-Coverリッドを備えたOMNIS TitratorおよびOMNIS Sample Robotは、ドラフト規格ISO 10662に準拠した炭酸リチウム中の炭酸塩の迅速かつ

信頼性の高い測定を可能にします。OMNISシステムは、必要に応じて他の滴定用途にも拡張できます。

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



OMNIS Professional Titrator

スタンドアローン稼働または OMNIS 滴定システムのメインパートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための電位差 OMNIS Titrator です。3S リキッドアダプタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることができ、必要に応じてロッドスターラで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはドージングモジュールによる並行滴定のための機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューターまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールまたはドージングモジュールを 4 つまで接続可能
- ロッドスターラの接続可
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3S テクノロジーによる OMNIS Liquid Adapter: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動転送

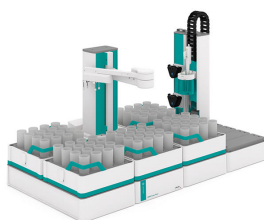
測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アドバンス)」
- 5 つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS

追加の滴定スタンド、滴定/ドージング用追加ビュレット、および2つまでの測定モジュール (アナログまたはデジタル) によって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのマグネチックスターラ付き滴定モジュールです。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS Sample Robot M Pick and Place

ポンプモジュール「Peristaltik」(4 チャンネル)、Pick&Place モジュール、および全自動滴定を直に導入するための多種の付属品のついた OMNIS Sample Robot M。このシステムでは、5つのサンプルラックに120 mLのサンプルビーカー 80 個分のスペースが設けられており、

ご要望に応じて、システムには更に最高4つまでのペリスタリックポンプおよび追加で3つのPick&Place モジュールを装備することができ、スループットを4倍に増やすことができます。Sample Robot でより多くのサンプルが使用される場合、この Sample Robot はLサイズのOMNIS Sample Robot まで拡張することで4つのPick&Place モジュールにて112のサンプルを並行して処理することができ、長時間にわたる中断のない稼働が保証されます。



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。



OMNIS 50 mL

OMNIS 滴定装置、滴定モジュール、もしくはドージングモジュールのためのインテリジェントなシリンダーユニット 50 mL。ドージングチューブ、拡散防止ビュレットチップを含む。



OMNIS 50 mL

OMNIS 滴定装置、滴定モジュール、もしくはドージングモジュールのためのインテリジェントなシリンダーユニット 50 mL。ドージングチューブ、拡散防止ビュレットチップを含む。



デジタル電極「dTrodes」と接続するための OMNIS 滴定装置もしくは滴定モジュールのデジタル計測チャンネル。



(PP) 120 mL20

プラスチック (ポリプロピレン、PP) 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。



OMNIS120 mL Dis-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。



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



Pt1000 dUnitrode

Pt1000 温度センサー内蔵のデジタル複合 pH 電極。これらは、特に以下に適しています：

- 困難な、または粘性の高い、あるいはアルカリ性のサンプルでの pH 測定および滴定
- 高温時
- 長期測定

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。

参照電解液(さんしょうでんかいえき): $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 、保存液で保管。

あるいは: $T > 80^\circ \text{C}$ での測定用参照内部液: Idrolyte、Idrolyte で保管。

dTrode は OMNIS Titrator にて使用できます。