



Application Note AN-K-076

Determinação de água em carbonato de vinileno por titulação Karl Fischer coulométrica

Determinação de água em carbonato de vinileno por titulação coulométrica de Karl Fischer facilitada com reagentes livres de álcool

O carbonato de vinileno (VC) é comumente utilizado como aditivo de eletrólito em baterias de íon-lítio. Sua popularidade se deve ao impacto positivo que exerce na ciclabilidade do ânodo e na redução da capacidade irreversível. Pequenas quantidades de umidade em baterias de íon-lítio podem reduzir significativamente o desempenho e a vida útil. Por isso, os níveis de umidade em soluções de eletrólito e

seus aditivos são controlados durante a fabricação. Até poucos anos atrás, a quantificação precisa de umidade em amostras de carbonato de vinileno era difícil devido a reações paralelas. Com o desenvolvimento comercial de reagentes coulométricos de Karl Fischer livres de álcool, a determinação precisa agora está muito mais acessível aos usuários finais.

AMOSTRA E PREPARO DA AMOSTRA

Carbonato de vinileno foi utilizado neste estudo sem

qualquer etapa de preparo de amostra.

EXPERIMENTAL

Esta análise foi realizada utilizando um instrumento 852 Titrando (2.852.0060), equipado com os

eletrodos listados na **Tabela 1**.

Tabela 1. Visão geral dos eletrodos utilizados nesta aplicação.

Equipamento	Número do artigo
Eletrodo gerador com diafragma	6.00348.100
Eletrodo duplo de fio de Pt para coulometria	6.0341.100

Um pequeno volume de carbonato de vinileno foi aspirado em uma seringa hermética para revestir seu interior antes de ser descartado. O excesso de carbonato de vinileno foi então recolhido na seringa hermética. A seringa preparada foi então tarada em uma balança com quatro casas decimais. O vaso de titulação foi pré-titulado durante o condicionamento para remover qualquer umidade

presente tanto do ambiente imediato quanto dos próprios reagentes. Um volume de 0,5 mL de carbonato de vinileno foi injetado diretamente no vaso de titulação equipado com reagentes NEXTGEN Coulomat A-FA/C-FA. A massa foi medida por diferença. A água da amostra foi finalmente titulada no vaso coulométrico.

RESULTADOS

Os resultados estão registrados na **Figura 1** e na **Tabela 2**.

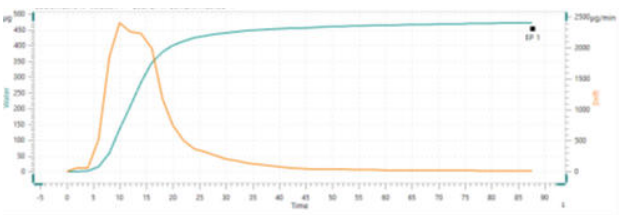


Figure 1. Curva exemplo de titulação coulométrica de KF para o carbonato de vinileno.

Tabela 2. Resultados da determinação do teor de água do carbonato de vinileno (n = 3) avaliados por titulação coulométrica de KF por injeção direta.

Resultado 1 (ppm)	Resultado 2 (ppm)	Resultado 3 (ppm)	Média (ppm)	%RSD
787,73	795,67	788,79	790,73	0,55

CONCLUSÃO

Durante a fabricação de baterias, o controle de toda a umidade presente é importante para garantir o desempenho adequado no produto final. Quantificar com mais facilidade a contribuição de umidade proveniente de aditivos como o carbonato de vinileno

torna essa tarefa muito mais simples. A introdução de reagentes de Karl Fischer livres de álcool viabiliza isso de forma eficaz, permitindo a geração de dados de umidade precisos e repetíveis — mesmo para uma matriz de amostra difícil.

CONTACT

Metrohm Portugal
R. Frei Luis de Granada 14G
1500-680 Lisboa

vendas@metrohm.pt

CONFIGURAÇÃO



852 Titrando with Touch Control and generator electrode with diaphragm

Coulometer including generator electrode with diaphragm, Touch Control, 801 Magnetic Stirrer, and complete volumetric titration cell.

Coulometry is the ideal method for water content determination in liquids, solids, and gases when it comes to water content determination in the trace range (10 µg to 10 mg absolute water). In addition, coulometry is an absolute method and thus no titer determination is necessary.

Recommended coulometry measuring range: 10 µg - 200 mg absolute water

The **852 Titrando** controls not only coulometric, but also volumetric Karl Fischer titration.

For use with OMNIS Software, *tiamo* software, or Touch Control unit. Compliance with GMP/GLP and FDA regulations such as 21 CFR Part 11, if required.



Generator electrode with diaphragm

Generator electrode with diaphragm for coulometric Karl Fischer titrations, SGJ 29/22. This electrode has a cable connection angled upwards, which simplifies cable guiding and operation when used with the OMNIS Sample Robot Oven.

This generator electrode is well-suited for:

- Samples with very low absolute water content 50 ppm
- Coulometric water content determination in oil samples
- Applications where ketone reagents are used
- Applications where low-conducting reagents are used (addition of chloroform, xylene >10%)



Double Pt-wire electrode for coulometry

Indicator electrode used for coulometric Karl Fischer titration.