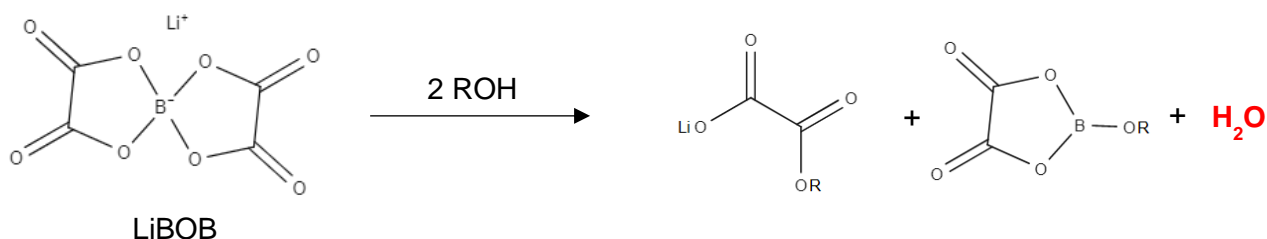


## HYDRANAL™ Laboratory Report L 768

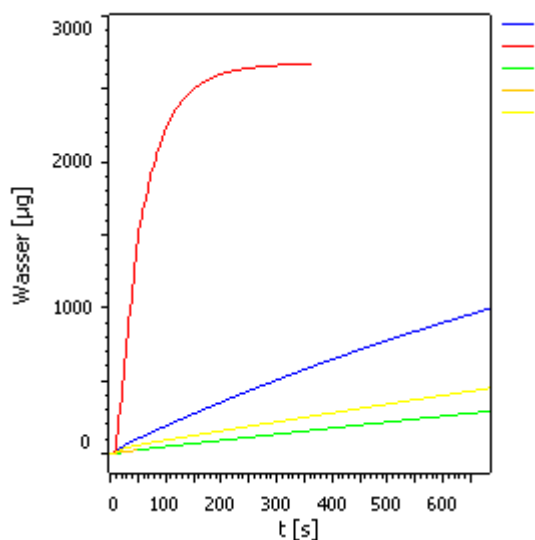
### Karl Fischer (KF) Wasserbestimmung in Lithiumboraten

Lithiumborate wie LiBOB und LiDFOB werden häufig als Additive in Lithium-Ionen-Batterieelektrolyten (LIBs) eingesetzt. Leider reagieren sie mit Alkoholen, wobei Wasser als Nebenprodukt freigesetzt wird.

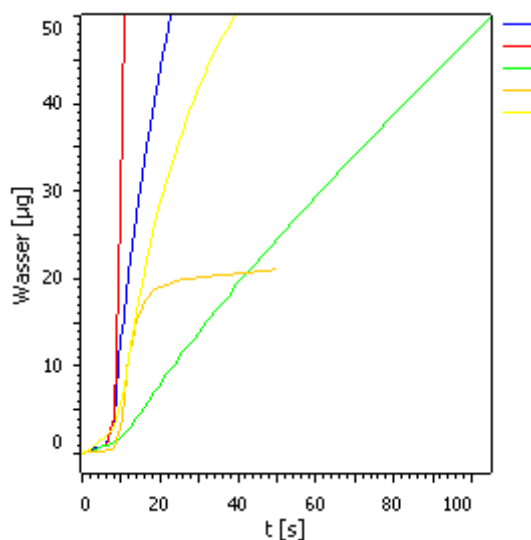


Bei Verwendung von alkoholischen KF-Reagenzien werden dadurch falsche Ergebnisse erhalten, die einen deutlichen Überbefund aufweisen.

#### Beispiele:



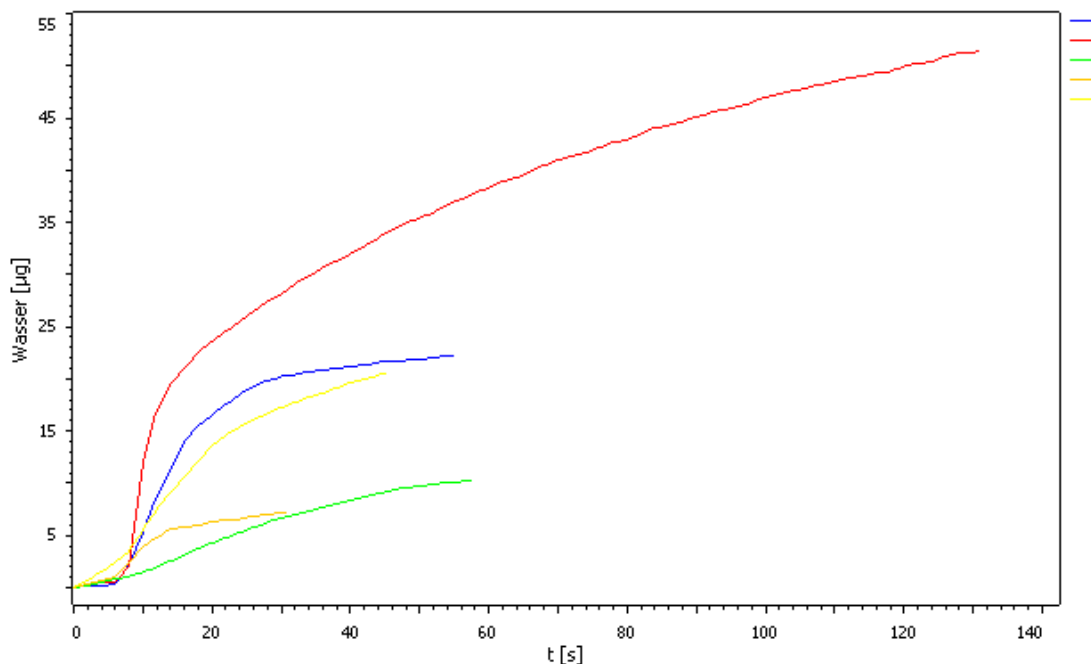
**Abb. 1.** Titration von 1 mL 5% LiBOB + 95% Acetonitril in verschiedenen KF Reagenzien.



**Abb. 2.** Vergrößerter Ausschnitt von Abb. 1.

**Tabelle 1.** Titration von 1 mL 5% LiBOB + 95% Acetonitril in verschiedenen KF Reagenzien.

Farbe	Reagenz	Wasser [ppm]	Abweichung [%]	Kommentar
Orange	HYDRANAL Coulomat A-FA <sup>1</sup> + Coulomat C-FA <sup>1</sup>	23.7	0	Keine Nebenreaktion; stabiler EP
Grün	HYDRANAL Coulomat AK <sup>2</sup> + Coulomat CG-K <sup>2</sup>	-	kein EP	Fortlaufende Nebenreaktion
Gelb	Reagent MK <sup>2</sup> (Anolyte + Catholyte)	-	kein EP	Fortlaufende Nebenreaktion
Rot	HYDRANAL Coulomat AG <sup>3</sup> + Coulomat CG <sup>3</sup>	3224.8	13507	Abgeschlossen Nebenreaktion
Blau	Reagent M <sup>3</sup> (Anolyte = Catholyte)	-	kein EP	Fortlaufende Nebenreaktion



**Abb. 3.** Titration von 1 mL 5% LiDFOB + 95% Acetonitril in verschiedenen KF Reagenzien.

**Tabelle 2.** Titration von 1 mL 5% LiDFOB + 95% Acetonitril in verschiedenen KF Reagenzien.

Farbe	Reagenz	Wasser [ppm]	Abweichung [%]	Kommentar
Orange	HYDRANAL Coulomat A-FA <sup>1</sup> + Coulomat C-FA <sup>1</sup>	6.1	0	Keine Nebenreaktion; stabiler EP
Grün	HYDRANAL Coulomat AK <sup>2</sup> + Coulomat CG-K <sup>2</sup>	10.2	67	Nebenreaktion; EP zu hoch
Gelb	Reagent MK <sup>2</sup> (Anolyte + Catholyte)	15.9	161	Nebenreaktion; EP zu hoch
Rot	HYDRANAL Coulomat AG <sup>3</sup> + Coulomat CG <sup>3</sup>	53.4	775	Nebenreaktion; EP zu hoch
Blau	Reagent M <sup>3</sup> (Anolyte = Catholyte)	24.8	307	Nebenreaktion; EP zu hoch

### Zusammenfassung:

Die Nebenreaktion von Alkoholen mit LiBOB ist sehr ausgeprägt. Nur alkoholfreie Reagenzien wie Hydranal Coulomat A-FA/C-FA liefern korrekte Ergebnisse.

Methanolfreie Reagenzien wie Hydranal Coulomat AK/CG-K und Reagent MK, welche Alkoholderivate verwenden, sind nicht in der Lage, wasserfreisetzende Nebenreaktionen zu unterdrücken.

Methanolisches Hydranal Coulomat AG/CG liefert zwar stabile Endpunkte (EP), jedoch sind die Ergebnisse falsch, da sie die Wassermenge aus der Probe plus Wasser aus der Nebenreaktion darstellen.

Im Vergleich zu LiBOB-haltigen Proben, sind bei LiDFOB-haltigen Proben wasserfreisetzende Nebenreaktionen weniger stark ausgeprägt. Dennoch können sie durch die Verwendung von methanolfreien Reagenzien nicht vollständig unterbunden werden.

Eine präzise Wasserbestimmung in borathaltigen Proben ist NUR möglich, wenn alkoholfreie KF-Reagenzien verwendet werden.

**Empfohlene Reagenzien:**

34471 HYDRANAL-NEXTGEN Coulomat A-FA (anolyte)  
34470 HYDRANAL-NEXTGEN Coulomat C-FA (catholyte)

**Empfohlene Hilfsmittel:**

34446 HYDRANAL-Water Standard 0.1 PC  
34241 HYDRANAL-Molecular Sieve 0.3 nm

**Artikel und Whitepaper:**

<https://lab.honeywell.com/en/hydranal/nextgen/alcohols-free-for-lib>

**Hydranal-Technical Information Sheets:**



Hydranal Center of Excellence  
Honeywell Research Chemicals

Dr. Roman Neufeld  
Seelze, 03.01.2023