

团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

固体电解质水分含量测定 卡尔·费休法

Solid electrolyte-Determination of water —Karl · fischer method
(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

中国汽车工程学会 发布

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

中国汽车工程学会2341

工程学会2341

工程学会2341

工程学会2341

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试剂或材料 1

 4.1 卡尔·费休试剂 1

 4.2 高纯氮气 1

5 仪器设备 1

6 试验条件 2

7 试验步骤 错误!未定义书签。

 7.1 试验前准备 2

 7.2 试验过程 2

 7.3 数据处理 3

8 试验报告 3

参考文献 3

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由电动汽车产业技术创新战略联盟提出。

本文件由中国汽车工程学会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

固体电解质水分含量测定 卡尔·费休法

1 范围

本文件描述了用卡尔·费休法进行固体电解质水分含量测定的试剂材料、仪器设备、试验条件及测试方法。

本文件适用于不含碘元素的固体电解质。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 45330—2025 锂离子电池正极材料 水分含量的测定 卡尔费休库伦法

GB/T 41232.8—2024 纳米制造 关键控制特性 纳米储能 第8部分：纳米电极材料中水分含量的测定 卡尔·费休库伦滴定法

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

3 术语和定义

GB/T 41232.8-2024界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

固体电解质 solid-state electrolyte

含有可移动离子并具有离子导电性的固体物质。

4 试剂或材料

4.1 卡尔·费休试剂

试剂应符合 GB/T 6283 的规定。

4.2 载气

符合国标 GB/T 6283《化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）》要求，对于空气敏感的固体电解质，如硫化物、卤化物宜使用高纯载气（如氮气），适用的体积纯度不小于 99.999 %。

5 仪器设备

仪器、仪表应符合以下要求：

- 卡尔·费休库仑滴定仪：包含滴定池、铂电极、磁力搅拌装置和控制单元；
- 蒸发器：包含能把测试部位加热至300℃的加热炉、温度控制单元等器件；
- 烘箱：最大加热温度不小于180℃；
- 分析天平：精度0.0001 g；
- 手套箱：水含量小于0.1 mL/m³，氧含量小于0.1 mL/m³（1 mL/m³=1 ppm）；
- 样品瓶：密封玻璃瓶。按照GB/T 45330-2025中6.3，使用前将其彻底清洁后，在(105±5)℃的烘箱中干燥不少于4 h，干燥器中冷却至室温备用。

6 试验条件

除另有规定外，测试应在下列条件下进行：

- 温度：22℃±5℃；
- 卡尔·费休库仑滴定仪及整个测试过程宜在干燥环境中（露点不高于-40℃）进行；
- 气压：86 kPa~106 kPa；
- 水分仪测试中，推荐气体流速为50 mL/min~100 mL/min，具体根据样品水含量进行调节；
- 硫化物、卤化物等对环境要求敏感的材料，制样过程及称重宜在水氧含量可控的手套箱内进行测试。

7 测试方法

7.1 测试前准备

- 7.1.1 试验前确认水分仪内卡氏试剂液位正常且未失效，如已失效，则排出旧试剂后装入新试剂。
- 7.1.2 打开载气气源，调整载气流量，将加热炉通气管末端的玻璃管连接于滴定罐上。
- 7.1.3 取适量粉末或膜类样品于样品瓶中（宜不超过样品瓶体积的1/3），并称重，记录样品重量，样品取样量可参考表1。

表1 不同水分含量的电解质推荐取样质量

水分含量	适宜的加样量
≤200 ppm	1.0 g±20 %
200 ppm~500 ppm	0.5 g±20 %
>500 ppm	0.2 g±20 %

- 7.1.4 取不少于3个干净的空样品瓶作为空白样品测试。

7.2 测试过程

- 7.2.1 设置空白样试验程序，按照表2选择适宜的加热温度（低于材料分解温度），测试截止条件设置为时间不小于5 min，样品漂移值小于10 μg/min。

表2 固体电解质推荐加热温度列表

电解质类别	推荐加热温度
氧化物	150℃
聚合物	150℃
硫化物	120℃

表 2 (续)

电解质类别	推荐加热温度
卤化物	120 ℃

7.2.2 打开加热炉的通气阀，开始加热并等待炉温达到指定温度。

7.2.3 进行空白测试，空白样品瓶（与装样品的瓶存储环境一致），模仿装样品过程后再进行升降穿刺法空白测试，然后将其测得的水质量值作为空白值扣除。

7.2.4 进行样品测试，设置试验程序，加热温度及测试截止条件设置与7.2.1相同。

7.2.5 将样品瓶装入加热炉腔体内指定位置，输入样品量。

7.2.6 开始测试，时间不少于5 min，且达到样品漂移值截止条件，测试停止。

7.2.7 记录测试结果，取出试验样品。

7.3 数据处理

取不少于3个样品的水分含量结果，按公式（1）进行计算：

$$M = \frac{\sum_{i=1}^n M_i}{n} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

M —— 水分含量， ppm；

M_i —— 第 i 个试验对象水分含量， ppm；

n —— 测试次数， $n \geq 3$ 。

8 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

——试样（尺寸、状态描述、送样日期等）；

——测试环境及条件（温度、湿度）；

——仪器设备（编号、有效期）；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。