



中华人民共和国国家标准

GB/T 41232.8—2024/IEC TS 62607-4-8:2020

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·费休库仑滴定法

Nanomanufacturing—Key control characteristics—

Nano-enabled electrical energy storage—Part 8: Determination of water
content in electrode nanomaterials—Coulometric Karl Fisher titration method

(IEC TS 62607-4-8:2020, Nanomanufacturing—Key control characteristics—
Part 4-8: Nano-enabled electrical energy storage—Determination of water
content in electrode nanomaterials, Karl Fischer method, IDT)

2024-10-26 发布

2025-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试剂	2
5.1 库仑法卡尔·费休试剂	3
5.2 无水甲醇	3
5.3 载气	3
5.4 卡尔·费休库仑滴定标准样品	3
6 仪器	3
6.1 卡尔·费休库仑滴定仪	3
6.2 蒸发器	3
6.3 分析天平	4
6.4 样品容器	4
6.5 微量注射器	4
6.6 露点仪	4
7 样品处理和取样	4
7.1 样品处理	4
7.2 取样	4
8 操作步骤	4
8.1 测试准备	4
8.2 测试步骤	5
8.3 水分含量	5
9 精密度	6
9.1 概述	6
9.2 重复性	6
9.3 再现性	6
10 测试报告	6
附录 A (资料性) 纳米磷酸铁锂样品水分含量测定分析实例	7
参考文献	10

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。

本文件是 GB/T 41232《纳米制造 关键控制特性 纳米储能》的第8部分。GB/T 41232 已经发布以下部分：

- 第2部分：纳米正极材料的密度测试；
- 第3部分：纳米材料接触电阻率和涂层电阻率的测试；
- 第6部分：纳米电极材料中的碳含量测定 红外吸收法；
- 第8部分：纳米电极材料中水分含量的测定 卡尔·费休库仑滴定法。

本文件等同采用 IEC TS 62607-4-8:2020《纳米制造 关键控制特性 第4-8部分：纳米储能 纳米电极材料中水分含量的测定 卡尔·费休法》，文件类型由 IEC 的技术规范调整为我国的国家标准。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

- 为与现有标准协调，将标准名称改为《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·费休库仑滴定法》。

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。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：深圳市德方纳米科技股份有限公司、国家纳米科学中心、宁波锋成先进能源材料研究院有限公司、重庆大学、深圳市标准技术研究院、佛山市德方纳米科技有限公司、深圳市德方创域新能源科技有限公司、瑞士万通中国有限公司、曲靖市德方纳米科技有限公司、山东精工电子科技股份有限公司、深圳市飞墨科技有限公司。

本文件主要起草人：孔令涌、孙言、葛广路、王耀国、蒋耀、高洁、王远航、万远鑫、陈燕玉、樊阳波、裴现一男、李意能、黄少真、刘斌华、钟丽坤、邱志平、金青青、周永辉、钟文、龚昊、龚雁、魏东、李忻达、匡猛。

引 言

与一般材料相比,纳米储能材料表现出了优越的性能,为了加快纳米储能这一新兴产业的健康发展,规范纳米储能材料性能测试方法成为业内亟需完成的工作。在这方面,国际电工委员会电工产品和系统纳米技术委员会(IEC/TC 113)已经发布了八项关于纳米储能材料性能测试的标准化文件,结合国内产业发展需要,拟对相关标准进行采标。GB/T 41232《纳米制造 关键控制特性 纳米储能》是指导纳米储能材料物理性能和化学性能测试的方法标准,拟由八个部分构成。

- 第1部分:纳米正极材料的电化学性能测试 两电极电池法。目的在于确立采用两电极电池法测试纳米正极材料电化学性能的相关规定。
- 第2部分:纳米正极材料的密度测试。目的在于确立测试纳米正极材料密度的相关规定。
- 第3部分:纳米材料接触电阻率和涂层电阻率的测试。目的在于确立测量纳米电极材料接触电阻率和涂层电阻率的相关规定。
- 第4部分:纳米材料的热性能测试 针刺法。目的在于确立采用针刺法测试纳米储能器件热失控水平的相关规定。
- 第5部分:纳米正极材料的电化学性能测试 三电极电池法。目的在于确立采用三电极电池法测试纳米正极材料电化学性能的相关规定。
- 第6部分:纳米电极材料中的碳含量测定 红外吸收法。目的在于确立采用红外光谱吸收法测定纳米电极材料碳含量的相关规定。
- 第7部分:纳米正极材料中磁性杂质的测定 ICP-OES法。目的在于确立使用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定纳米正极材料中磁性杂质的相关规定。
- 第8部分:纳米电极材料中水分含量的测定 卡尔·费休库仑滴定法。目的在于确立采用卡尔·费休库仑滴定法测定纳米电极材料中水分含量的相关规定。

纳米储能技术已广泛应用于便携式电子设备、电动汽车和储能系统等诸多领域。这些应用的持续发展对纳米储能器件的性能提出了更高的要求。储能器件的性能主要取决于纳米电极材料。

纳米电极材料的水分含量是一个重要的质量控制指标。水分会显著影响纳米储能器件的电气性能、循环性能和安全性能。电极材料中水分含量过高会对活性材料和电池都有重要影响,并可能影响其性能或安全特性。

测定水分含量的方法有很多种。卡尔·费休法是适用于气体、液体或固体样品中水分含量的直接测定法,分为卡尔·费休容量滴定法和卡尔·费休库仑滴定法两种。其中,卡尔·费休库仑滴定法是一种绝对法,根据测试过程中消耗的电量来确定水分含量,该方法能检测低至0.000 1%的水分含量,适用于纳米电极材料的微量水分含量测定。

本文件旨在比较不含任何添加剂[例如,炭黑(CB)、碳纳米管或碳纤维等碳纳米材料]或有机黏合剂[例如,聚偏二氟乙烯(PVDF)或丁苯橡胶(SBR)]的原材料[例如,钴酸锂(LCO)、镍钴铝酸锂(NCA)、镍钴锰酸锂(NCM)、磷酸铁锂(LFP)和磷酸锰铁锂(LFMP)]的特性,指导这些原材料的选择,并作为全配方电极材料的质量控制方法,而不适用于评价终端产品中的电极材料。

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·费休库仑滴定法

1 范围

本文件描述了一种采用卡尔·费休库仑滴定法测定纳米储能器件中纳米电极材料水分含量的方法。

本文件包含样品准备、测定纳米电极材料特性的试验过程、数据分析方法。

注：此方法的精度高至 0.000 1%。适用的最佳测量范围是 0.01%~1%。

本文件不适用于能与卡尔·费休试剂的主要成分发生反应产生水的样品或能与碘单质或碘离子发生反应的样品。

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。

ISO 760 水的测定 卡尔·费休法（通用方法）[Determination of water—Karl Fischer method (General method)]

注：GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）(ISO 760:1978, NEQ)

ISO 12492 生橡胶 采用卡尔·费休法测定水分含量 (Rubber, raw—Determination of water content by Karl Fischer method)

注：GB/T 37191—2018 生橡胶 水分含量的测定 卡尔费休法 (ISO 12492:2012, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 维护的用于标准化的术语数据库网址如下：

——IEC 电工百科：<https://www.electropedia.org/>

——ISO 在线浏览平台：<https://www.iso.org/obp>

3.1

纳米尺度 nanoscale

处于 1 nm 至 100 nm 之间的尺寸范围。

注：本尺寸范围通常，但非专有地表现出不能由较大尺寸外推得到的特性。

[来源：GB/T 30544.1—2014, 2.1, 有修改]

3.2

纳米材料 nanomaterial

任一外部维度、内部或表面结构处于纳米尺度的材料。