

卡尔费休库伦法测定微型聚合物锂电池中水分的含量

周冲, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 使用 T931 全自动水分测定仪测定微型聚合物锂电池中的水分含量, 重复多次试验, 测得微型聚合物锂电池中的水分含量 1.478mg/g。试验结果表明: T931 全自动水分测定仪测定微型聚合物锂电池中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 微型聚合物锂电池; 水分

1 仪器与试剂

1.1 仪器

T931 全自动水分测定仪, 卡式炉

1.2 试剂

醛酮专用卡尔.费休阳极电解液和阴极电解液。

2 样品测试

样品水分含量测定

- 打开“卡式炉”, 流速调整至 50 mL/min, 加热温度调整至 150 °C;
- 打开“T931 全自动水分测定仪”, 进行预滴定, 待预滴定结束后, 进行下一步骤:
 - 进样 (差量法):
 - 将样品瓶放在分析天平上, 点击“清零”按钮;
 - 将样品迅速加入样品瓶中, 称质量为 m;
 - 立即将样品瓶密封;
 - 在卡式炉样品放置区域, 放置空白瓶, 打开“卡式炉”, 流速调整至 50 mL/min, 加热温度调整至 150 °C;
 - 打开“T931 全自动水分测定仪”, 进行预滴定, 待预滴定结束后, 进行下一步骤;
 - 待温度冷却后, 将样品瓶放置在卡式炉样品放置区域, 重复进行步骤 (2)、(3)。

3 实验结果

样品 (极片+玻璃纤维黑膜) 水分含量 (卡式炉+T931 全自动水分测定仪) 测试结果如下表一:

序号	检测项目	样品名称	进样质量 g	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	测试方法
1		空白	-	297.0	-	
2	水分	微型聚合物锂电池（扁）	0.5793	897.2	1036.07	卡尔·费休 库仑法
3		微型聚合物锂电池（扁）	0.6110	1010.0	1166.93	
4		微型聚合物锂电池（扁）	0.5962	1020.0	1212.68	
5		微型聚合物锂电池（扁）	0.6122	966.0	1092.78	
6		微型聚合物锂电池（扁）	0.6084	938.3	1054.07	

样品（极片+玻璃纤维黑膜）水分含量（卡式炉+T931 全自动水分测定仪）测试结果如下表二：

序号	名称	5 min		10 min		15 min	
		总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)
1	空白	290.6	-	388.3	-	474.1	-
2	微型聚合物锂电池（最长圆柱）	7020.0	1115.32	7810.0	1230.06	8180.0	1277.16

序号	名称	20 min		25 min		30 min	
		总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)
1	空白	547.5	-	623.9	-	700	-
2	微型聚合物锂电池（最长圆柱）	8520.0	1321.35	8800.0	1355.09	9070.0	1387.23

序号	名称	35 min		40 min		45 min	
		总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)
1	空白	800	-	908.4	-	1020	-
2	微型聚合物锂电池（最长圆柱）	9320.0	1412.09	9560.0	1433.903	9790.0	1453.52

序号	名称	50 min		55 min		60 min	
		总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)
1	空白	1120	-	1230	-	1330	-
2	微型聚合物锂电池（最长圆柱）	10030.0	1476.73	10250.0	1494.96	10370.0	1498.27

样品（极片+玻璃纤维黑膜）水分含量（卡式炉+T931 全自动水分测定仪）测试结果如下表三：

序号	检测项目	样品名称	进样质量 g	总水量 (μg)	水分含量 (ppm)	测试方法
1		空白	-	390.1	-	
2		极片	0.0516	415.5	492.25	
3	水分	极片	0.0277	430.1	1444.04	卡尔·费休库仑法
4		玻璃纤维黑膜	0.2727	1045.0	2401.54	
5		玻璃纤维黑膜	0.1729	1190.0	4626.37	

卡式炉参数如下表：

仪器名称	流量 mL/min	加热温度 $^{\circ}\text{C}$
卡式炉	50	150

4 讨论

(1) 微型聚合物锂电池测试过程中，若不将极片与玻璃纤维黑膜分开，直接测试如表一和表二所示，其中通过表二发现，不同时间段样品的水分含量不同，至少 35 min 达到稳定。此处建议使用惰性气体（氮气、氩气等）为载体，进行实验。

(2) 表三中，电极放在实验室（湿度 $\geq 75\%$ ）的环境下放置一夜，分开测试芯片与玻璃纤维黑膜，测试值因取样量过低，导致非常不稳定。

(3) 根据样品的预估含水量，添加合适质量的样品。如预估 500 ppm 含水量，样品建议添加量 2 g。若水分含量为 1500 ppm，则建议加样量为 0.6 g。