

团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

硫化物固体电解质化学分析方法 第3部分：钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、 锌、铬、铅、镍、锰元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods for sulfide solid electrolytes
part 3: determination of potassium, sodium, calcium, iron, copper, aluminum,
magnesium, zinc, chromium, lead, nickel, and manganese element content
inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy

(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

刘挺8675

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 方法提要	错误！未定义书签。
5 试剂及规定	2
5.1 一般规定	2
5.2 试剂	2
6 条件及仪器设备	2
7 试验步骤	3
7.1 试样称量	3
7.2 平行试验	3
7.3 空白试验	3
7.4 各元素含量测定	3
8 试验数据处理	4
9 试验报告	4

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：

硫化物固体电解质化学分析方法 第3部分 钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了硫化物固体电解质中钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰元素含量测定的环境条件、仪器设备、试验步骤、数据处理、实验报告等内容。

本文件适用于硫化物固体电解质中钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰元素含量的测定，测定范围见表1。

表1 各元素测试范围

元素	测定范围 w/%	元素	测定范围 w/%
钾	≤0.05	镁	≤0.05
钠	≤0.05	锌	≤0.05
钙	≤0.05	铬	≤0.05
铁	≤0.05	铅	≤0.05
铜	≤0.05	镍	≤0.05
铝	≤0.05	锰	≤0.05

2 规范性引用文件

本文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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- T/CSAE 434-2025 全固态电池判定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 固体电解质 solid electrolyte

含有可移动离子并具有离子导电性的固体物质。

[来源：T/CSAE 434-2025，3.1]

3.2

硫化物固体电解质 sulfide solid electrolyte

通常由锂、硫等元素构成的无机固体电解质，其中阴离子以硫离子为主要成分。

4 方法提要

试样在干燥环境下用过氧化氢和氨水混合溶液溶解后，于加热板煮沸，再加入盐酸，继续煮沸，冷却后定容。采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于各元素选定的波长处测定发射强度，按标准工作曲线计算钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰元素的质量分数。

5 试剂及规定

5.1 一般规定

本文件中所有用水应符合GB/T 6682中一级水的要求。试验中所用杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均应按GB/T 603的规定制备。

5.2 试剂

5.2.1 盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.2.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.2.3 过氧化氢 (30 wt%)。

5.2.4 氨水 (25 wt%)。

5.2.5 过氧化氢溶液 (体积比 1:5, 由 5.2.3 稀释制得)。

5.2.6 氨水溶液 (体积比 1:2, 由 5.2.4 稀释制得)。

5.2.7 钾标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.8 钠标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.9 钙标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.10 铁标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.11 铜标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.12 铝标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.13 镁标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.14 锌标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.15 铬标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.16 铅标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.17 镍标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.18 锰标准储存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)，采用有证书的单元素标准贮存溶液。

5.2.19 混合标准溶液 A: 分别移取 5.00 mL 钾标准贮存溶液 (5.2.7)、钠标准贮存溶液 (5.2.8)、钙标准贮存溶液 (5.2.9)、铁标准贮存溶液 (5.2.10)、铜标准贮存溶液 (5.2.11)、铝标准贮存溶液 (5.2.12)、镁标准贮存溶液 (5.2.13)、锌标准贮存溶液 (5.2.14)、铬标准贮存溶液 (5.2.15)、铅标准贮存溶液 (5.2.16)、镍标准贮存溶液 (5.2.17)、锰标准贮存溶液 (5.2.18) 置于 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰。

5.2.20 混合标准溶液 B: 移取 40.00 mL 混合标准溶液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰。

5.2.21 混合标准溶液 C: 移取 10.00 mL 混合标准溶液 B，置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰。

6 条件及仪器设备

试验条件及所用仪器设备应符合以下要求:

- a) 干燥环境: 露点不大于-40 °C。
- b) 鼓风烘箱: 25 °C~300 °C。
- c) 电加热板: 25 °C~300 °C。
- d) 分析天平: 精度 0.0001 g。
- e) 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

各元素的推荐分析谱线见表2。

表 2 各元素的推荐分析谱线

元素	波长/nm
钾	766.491
钠	588.995
钙	396.847
铁	259.940
铜	324.754
铝	396.152
镁	280.270
锌	206.200
铬	267.716
铅	220.353
镍	231.604
锰	260.568

7 试验步骤

7.1 试样称量

称取0.4 g~0.6 g试样, 精确至0.0001 g, 在干燥环境进行。

7.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 各元素含量测定

7.4.1 试液配置

本试验中所使用的器皿, 在试验前应使用烘箱彻底烘干。

按以下步骤配置试液:

- a) 于 200 mL 四氟乙烯烧杯中, 加入 100 mL 过氧化氢溶液 (5.2.5) 和 50 mL 氨水溶液 (5.2.6), 混匀, 待用; 在干燥环境下, 将试样 (7.1) 迅速置于 500 mL 锥形瓶中, 确保所有试样分布于瓶底。然后加入过氧化氢溶液和氨水溶液的混合液, 盖土瓶塞, 轻轻摇动, 以免物料粘壁, 静置 0.5 h~1 h 后, 制得试液 a;

- b) 将试液 a 转移至通风橱中，盖上表面皿，于加热板上煮沸不少于 15 min，使过量氨水挥发。将锥形瓶从加热板上取下，再加入 15 mL 盐酸（5.2.1），再次煮沸 25 min，冷却至室温，制得试液 b；
- c) 将试液 b 移入 250 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，制得试液 c。

7.4.2 钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰工作曲线的绘制

于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL 标准溶液 C（5.2.21），5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 标准溶液 B（5.2.20），加入 5.00 mL 硝酸（5.2.2），用水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的分析谱线处，以系列标准溶液测定钾、钠、钙、铁、铜、铝、镁、锌、铬、铅、镍、锰的发射光强度，以被测各元素的质量浓度为横坐标，发射光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.4.3 测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液 c（7.4.1）及随同试料空白溶液（7.3）中各元素的发射强度，从工作曲线上查得各元素的质量浓度。

8 试验数据处理

被测各元素 X 的质量分数 w_x 按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_M - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- w_x ——待测元素 X 的含量，%；
- ρ_M ——被测各元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- ρ_0 ——空白溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果应按 GB/T 8170 的规定修约至小数点后两位。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 样品名称及批次；
- 验日期；
- 使用的方法；
- 试验结果；
- 测定中观察到的异常现象；
- 本文件编号。