

ICS 19.120

CCS G04

团体标准

T/CASE XX—20XX

固体电解质粒度分布测定 激光衍射法

Test methods of particle size distribution in solid state electrolytes - Laser diffraction method

(征求意见稿)

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 术语、定义和符号	1
2.1 术语和定义	1
2.2 符号	1
3 仪器和试剂	1
3.1 仪器设备	1
3.2 试剂	1
4 环境条件	1
5 测试步骤	1
5.1 取样	2
5.2 测试准备	2
5.3 测试过程	2
6 结果处理	2
7 试验报告	2

前言

中国汽车工程学会2341

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：

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

固体电解质粒度分布测定 激光衍射法

1 范围

本文件描述了一种测定固体电解质粒度分布的测试步骤、结果处理及试验报告。
本文件适用于固体电解质粒度分布的测定，尤其是环境敏感型的硫化物、卤化物等固体电解质。

2 术语、定义和符号

2.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1.1

惰性环境 inert atmosphere

氧含量（O₂）不高于 0.1 ppm、水含量（H₂O）不高于 0.1 ppm 的封闭操作空间。

2.2 符号

下列符号适用于本文件。

$D_{50,3}$ ：下累积分布等于 50%时对应的颗粒直径（以体积计）；

$D_{10,3}$ ：下累积分布等于 10%时对应的颗粒直径（以体积计）；

$D_{90,3}$ ：下累积分布等于 90%时对应的颗粒直径（以体积计）。

3 仪器和试剂

3.1 仪器设备

3.1.1 激光粒度分析仪：配备干法进样系统，支持 Mie 理论模型与 Fraunhofer 理论模型；

3.1.2 分析天平：精度 0.0001 g；

3.1.3 惰性气体手套箱：H₂O 不高于 0.1 ppm，O₂ 不高于 0.1 ppm；

3.1.4 筛网：孔径根据样品粒径选择，用于分散处理。

3.2 试剂

分散气体：高纯氮气（N₂不低于99.999%）或高纯氩气（Ar不低于99.999%）

4 环境条件

除另有规定外，试验应在以下条件下进行：

a) 试验室温度：22℃±5℃；

b) 所有样品暴露操作（称量、装管、进样）应在惰性环境中完成；

c) 激光粒度仪主机宜置于干燥洁净室（露点宜不高于-40℃），避免光学窗口结露；

d) 分散气体应经深度干燥与过滤（0.01 μm）。

5 测试步骤

5.1 取样

5.1.1 取样环境

取样应在手套箱内或露点不高于-40℃的洁净间（根据样品特性选取合适环境）内进行。

5.1.2 取样步骤

根据测试需求与实际情况进行样品称量，宜精确至 0.0001 g。确认样品是否充分分散，如需进行过滤处理可在手套箱内使用合适筛网轻柔过筛，避免样品受到机械性破碎，并记录过滤掉的样品量或百分比。将样品缓慢加入洁净干燥的样品管中，避免扬散。将样品管密封，备用。

5.2 测试准备

5.2.1 测试开始前应先对测试仪器的样品池及光学部件进行清洁，确保其上不存在足以影响测量信号或与样品反应的其他杂质。如果使用水或酒精等溶剂请等待其完全挥发无残留之后再行测试；

5.2.2 进行背景信号测量，背景信号测量应保持与正常测试相同的条件，取得良好的背景信号后方可开始测试样品；

5.2.3 根据材料硬度设置分散压力，避免过度破碎分散压力。根据样品流动性合适的频率及占空比。

5.2.4 根据样品情况选择 Mie 理论模型或 Fraunhofer 理论模型。选择理论模型时应充分考虑样品粒径与激光波长之间的关系，通常大小均匀、各向同性的颗粒可以考虑用 Mie 理论模型进行，尺寸大于激光波长的颗粒可以考虑选择 Fraunhofer 理论模型。

5.3 测试过程

5.3.1 将样品管在惰性环境中打开，将样品加入到设备进样器中，保样品在分散气体中充分分散并出现合适的遮光度。当达到合适的遮光度范围并保持稳定即可进行样品测量，遮光度通常不超过 20%；

5.3.2 测试过程结束后及时回收样品，清洁样品池、进样器及文丘里管并作及时处理样品残余。

6 结果处理

6.1.1 记录测试结果的 $D_{50,3}$ 值，记录 $D_{10,3}$ 值与 $D_{90,3}$ 值（需要时）。

6.1.2 应至少连续进行 3 次测量，3 次测量 $D_{50,3}$ 值误差宜不超过 5%。

6.1.3 若分布曲线出现异常多峰或拖尾严重，应检查是否存在未进行充分分散或存在杂质等情况，若 $D_{50,3}$ 值波动大，应检查分散压力是否合适或样品是否均匀。

7 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 标准编号；
- b) 样品信息：名称、批号、来源；
- c) 取样方法与预处理（如过筛）；
- d) 仪器型号、激光波长；
- e) 分散介质、分散压力、遮光率；
- f) 光学模型及参数（折射率、吸收系数）；
- g) $D_{50,3}$ 、 $D_{10,3}$ 、 $D_{90,3}$ 值及分布曲线；
- h) 平行测量次数与偏差；
- i) 试验日期、地点及操作人员。