

ICS 19.120

CCS G04

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

# 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



## 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

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 ( $O_2$ ) 不高于 0.1 ppm、水含量 ( $H_2O$ ) 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： $H_2O$  不高于 0.1 ppm,  $O_2$  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 ( $N_2$  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：

- 试验室温度： $22\text{ }^\circ\text{C}\pm5\text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 所有样品暴露操作（称量、装管、进样）应在惰性环境中完成；
- 激光粒度仪主机宜置于干燥洁净室（露点宜不高于  $-40\text{ }^\circ\text{C}$ ），避免光学窗口结露；
- 分散气体应经深度干燥与过滤（ $0.01\text{ }\mu\text{m}$ ）。

## 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 °C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，如需进行过筛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被测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进行测试；

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。