

团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

硫化物固体电解质化学分析方法 第2部分：磷和硫含量的测定 重量法

Chemical analysis methods for sulfide solid electrolytes
part 2: determination of phosphorus and sulfur content
gravimetric method

(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

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 试剂及规定	1
4.1 一般规定	1
4.2 试剂	1
5 样品制备	2
5.1 试样称量	2
5.2 平行试验	2
5.3 空白试验	2
5.4 试液配制	2
6 磷含量的测定	2
6.1 方法提要	错误！未定义书签。
6.2 仪器	2
6.3 试验步骤	3
6.4 结果计算	3
7 硫含量的测定	3
7.1 方法提要	错误！未定义书签。
7.2 仪器	3
7.3 试验步骤	4
7.4 结果计算	4
8 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2部分：磷和硫含量的测定

重量法

1 范围

本文件规定了硫化物固体电解质中磷和硫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磷和硫含量的测定。磷的测试范围是7.00 %~12.00 %；硫的测定范围是30.00 %~63.00 %。

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 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 试剂及规定

4.1 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。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

4.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

4.2.3 过氧化氢（30 wt%）。

4.2.3 氨水（25 wt%）。

4.2.5 过氧化氢溶液（体积比 1:5，由 4.3 稀释制得）。

4.2.6 氨水溶液（体积比 1:2，由 4.4 稀释制得）。

4.2.7 氯化钡溶液（10 g/L）。

4.2.8 硝酸银溶液（10 g/L）。

4.2.9 甲基红指示剂（1 g/L）。

4.2.10 丙酮。

4.2.11 喹钼柠酮试剂。

按以下步骤配置喹钼柠酮试剂：

a) 称取 70 g 钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于 150 mL 水中，制得溶液 a；

b) 称取 60 g 柠檬酸溶解于 85 mL 浓盐酸和 150 mL 水的混合液中，冷却，制得溶液 b；

c) 在不断搅拌下，慢慢地将溶液 a 加入到溶液 b 中，制得溶液 c；

d) 量取 5 mL 喹啉试剂，加入到 35 mL 浓盐酸和 100 mL 水的混合液中，冷却后，在不断搅拌下，缓慢地加到溶液 c 中，放置 24 h，过滤，滤液中加入 280 mL 丙酮，用水稀释至 1000 mL，混匀，贮存于聚乙烯瓶中，避光、避热。

也可采用市售有证试剂。

5 样品制备

5.1 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。

5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 试液配制

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（4.2.5）和 50 mL 氨水溶液（4.2.6），混匀，待用；在干燥环境下，将试样（5.1）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，盖上瓶塞，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（4.2.1），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。

6 磷含量的测定

6.1 方法提要

试样用过氧化氢和氨水的混合液溶解。在酸性介质中，正磷酸根与喹钼柠酮生成黄色磷钼酸喹啉沉淀。过滤、洗涤、干燥、称量所得沉淀。

6.2 仪器

试验所用仪器设备应符合以下要求：

- a) 鼓风烘箱：25℃～300℃。
- b) 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径5 μm～15 μm，容积30 mL。
- c) 分析天平：精度0.0001 g。
- d) 电加热板：25℃～300℃。

6.3 试验步骤

按以下步骤进行试验：

- a) 移取 10.00 mL 试液 c(5.4)，置于 400 mL 高型烧杯中，加入 10 mL 硝酸溶液(4.2.2)和 50 mL 水，盖上表面皿，加热至沸腾。加入 35 mL 喹钼柠酮试剂（4.2.11），摇动，加热煮沸 1 min，冷却至室温；
- b) 用干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚抽滤，水洗沉淀 5 次，每次用水约 20 mL；
- c) 将玻璃砂芯坩埚连同沉淀物置于恒温鼓风烘燥箱中，180℃干燥至恒重，取出放在干燥器中冷却至室温，称量。

6.4 结果计算

被测元素磷的质量分数 w_p 按式（1）计算：

$$w_p = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.01400}{m} \times 25 \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_p ——待测元素磷的含量，%；
- m_1 ——抽滤后烘至恒重的玻璃砂芯坩埚和磷钼酸喹啉的的质量的数值，单位为克（g）；
- m_2 ——烘至恒重的玻璃砂芯坩埚质量的数值，单位为克（g）；
- m_3 ——抽滤后烘至恒重的玻璃砂芯坩埚和空白的的质量的数值，单位为克（g）；
- m_4 ——烘至恒重的空白的玻璃砂芯坩埚质量的数值，单位为克（g）；
- m ——分取试料的的质量的数值，单位为克（g）；

注：0.01400 为磷钼酸喹啉换算为磷的系数；25 为稀释倍数。

计算结果应按GB/T 8170的规定修约至小数点后两位。

7 硫含量的测定

7.1 方法提要

试样用过氧化氢和氨水的混合液溶解。在酸性介质中，硫酸根离子与氯化钡反应，生成硫酸钡沉淀。过滤、洗涤、灼烧、称量所得的沉淀。

7.2 仪器

试验所用仪器设备应符合以下要求：

- a) 恒温水浴：能控制温度60℃±2℃。
- b) 高温炉：能控制温度800℃±50℃。

- c) 瓷坩埚：容量30 mL。
- d) 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径5 μm~15 μm，容积30 mL。
- e) 鼓风烘箱：25 °C~300 °C。
- f) 电加热板：25 °C~350 °C。
- g) 分析天平：精度0.0001 g。

7.3 试验步骤

按以下步骤进行试验：

7.3.1 移取25.00 mL试液c（5.4），置于500 mL烧杯中，加入3~4滴甲基红指示液，用氨水（4.2.4）中和至溶液呈黄色，加入3 mL盐酸（4.2.1）和300 mL水，加热煮沸，以5 mL/min~8 mL/min的速度滴加煮至近沸的75 mL氯化钡溶液（4.2.7），加热至沸，在60 °C±2 °C的恒温水浴中静置20 h~24 h；

7.3.2 按以下任一方式得到沉淀质量：

方式一：

a) 趁热用慢速定量滤纸过滤，用热水洗涤沉淀，以硝酸银溶液（4.2.8）滴定检验，直至无氯离子存在为止；

b) 把滤纸连同沉淀置于预先灼烧至恒量的瓷坩埚中，在800 °C的高温炉中灼烧15 min，灰化滤纸，取出稍冷，移入干燥器中冷却至室温后，称重。

方式二：

c) 趁热用干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚抽滤，水洗沉淀5次，每次用水约20 mL；

d) 将玻璃砂芯坩埚连同沉淀物置于恒温鼓风干燥箱中，180 °C干燥至恒重，取出放在干燥器中冷却至室温，称量。

7.4 结果计算

被测元素硫的质量分数 w_s 按式（2）计算：

$$w_s = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1373}{m} \times 10 \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

式中：

w_s ——待测元素硫的含量，%；

m_1 ——灼烧后瓷坩埚和沉淀的质量的数值（方式一），或烘干后玻璃砂芯漏斗和沉淀的质量的数值（方式二），单位为克（g）；

m_2 ——灼烧前干燥至恒重的瓷坩埚的质量的数值（方式一）或烘干前玻璃砂芯漏斗的质量的数值（方式二）单位为克（g）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（g）；

注：0.1373 为硫酸钡换算为硫的系数；10 为稀释倍数。

计算结果应按GB/T 8170的规定修约至小数点后两位。

8 试验报告

试验报告应包含以下内容：

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

T/CSAE_{xx}—20_{xx}

- 样品名称及批次；
- 试验日期；
- 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。

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675

刘挺8675