

ICS 29.050
Q 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 30835—2014

锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料

Lithium iron phosphate-carbon composite cathode materials for lithium ion battery

2014-06-24 发布

2015-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

| | |
|---|----|
| 前言 | I |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 分类和代号 | 2 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 6 试验方法 | 3 |
| 7 检验规则 | 5 |
| 8 包装、标志 | 6 |
| 9 贮存和运输 | 6 |
| 附录 A (规范性附录) 锂含量(除含碳量之外)的测定方法 | 7 |
| 附录 B (规范性附录) 铁含量(除含碳量之外)的测定方法 | 10 |
| 附录 C (规范性附录) 磷含量(除含碳量之外)的测定方法 | 13 |
| 附录 D (规范性附录) 晶体结构的测定方法 | 17 |
| 附录 E (规范性附录) 铁离子溶出率的测定方法 | 19 |
| 附录 F (规范性附录) 首次库仑效率、首次可逆比容量、倍率性能的测定方法 | 22 |
| 附录 G (规范性附录) 电导率的测定方法 | 26 |

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:深圳市贝特瑞新能源材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:岳敏、黄友元、梁奇、程林、贺雪琴、王政、刘修明、陈南敏、吴强、栗晓静、宋才波、郭锲明、王玉辉。

锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料

1 范围

本标准规定了锂离子电池炭复合磷酸铁锂正极材料的术语和定义、分类和代号、技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、贮存和运输。

本标准适用于锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191 包装储运图示标志
- GB/T 5162 金属粉末 振实密度的测定
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
- GB/T 13732 粒度均匀散料抽样检验通则
- GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则
- GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积
- GB/T 20123 钢铁 总碳硫含量的测定 高频感应炉燃烧后红外吸收法(常规方法)
- GB/T 24533—2009 锂离子电池石墨类负极材料
- JCPDS(01-077-0179) 磷酸铁锂 X 射线粉末衍射标准图谱

IEC 62321 电子电气产品中限用的六种物质(铅、镉、汞、六价铬、多溴联苯、多溴二苯醚)浓度的测定程序[Electrotechnical products—Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)]

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

炭复合磷酸铁锂正极材料 **lithium iron phosphate-carbon composite cathode materials**

具有橄榄石型结构的磷酸铁锂和碳复合而成的锂离子电池正极材料,磷酸铁锂属于正交晶系,具有一维嵌锂通道,锂离子可在晶格内进行可逆脱嵌。材料的理论比容量 170 mA·h/g。

注:本标准涉及 LFP@C 均表示炭复合磷酸铁锂正极材料。

4 分类和代号

4.1 产品分类

炭复合磷酸铁锂正极材料按照充放电特性和使用要求分为能量型和功率型,分别用 LFP@C-E 和 LFP@C-P 表示,其中 LFP 表示磷酸铁锂、@表示两种材料的复合、C 表示碳、E 表示能量型、P 表示功率型:

- 能量型炭复合磷酸铁锂正极材料(LFP@C-E)分为三个类别,依次用 LFP@C-E-I、LFP@C-E-II、LFP@C-E-III 表示,其具体性能要求详见表 2;
- 功率型炭复合磷酸铁锂正极材料(LFP@C-P)分为三个类别,依次用 LFP@C-P-I、LFP@C-P-II、LFP@C-P-III 表示,其具体性能要求详见表 2。

注:能量型 LFP@C-E 一般应用在高能量密度的电池中,功率型 LFP@C-P 一般应用在高功率的电池中。

4.2 产品代号

产品代号由类别和首次可逆比容量等依次排列组成,具体示例见表 1。

表 1 产品代号示例及其表示的含义

| 示例 | 表示的含义 |
|---------------|--|
| LFP@C-E-I-160 | 首次可逆比容量 $\geq 160 \text{ mA} \cdot \text{h/g}$ 的 I 类能量型炭复合磷酸铁锂正极材料 |

5 技术要求

5.1 外观

产品外观应为颜色均一的灰色、黑色或褐色粉末,无结块。

5.2 性能要求

锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料的理化性能、电化学性能及限用物质含量应符合表 2 的规定。产品指标必须满足该类产品的所有指标,否则不归于该类别。不能归于表 2 中产品类别或有特殊要求的产品由供需双方协商确定性能要求。

表 2 锂离子电池炭用复合磷酸铁锂正极材料的性能要求

| 技术指标 | | 产品代号 | | | | | |
|------|------------------------------------|---------------|----|-----|---------------|----|-----|
| | | LFP@C-E | | | LFP@C-P | | |
| | | I | II | III | I | II | III |
| 理化性能 | 粒径 $D_{50} / \mu\text{m}$ | 0.5~20 | | | 0.5~20 | | |
| | 水分含量/(mg/kg) | $\leq 1\ 000$ | | | $\leq 1\ 000$ | | |
| | pH 值 | 7.0~10.0 | | | 7.0~10.0 | | |
| | BET 比表面积/(m^2/g) | ≤ 30.0 | | | ≤ 30.0 | | |
| | 振实密度/(g/cm^3) | ≥ 0.6 | | | ≥ 0.6 | | |
| | 粉末压实密度/(g/cm^3) | ≥ 1.5 | | | ≥ 1.5 | | |

表 2(续)

| 技术指标 | | 产品代号 | | | | | |
|--------|-----------------------------|---------------------------|--------|--------|---------------------------|--------|--------|
| | | LFP@C-E | | | LFP@C-P | | |
| | | I | II | III | I | II | III |
| 理化性能 | 碳含量/% | ≤5.0 | | | ≤10.0 | | |
| | 锂含量(除碳含量之外)/% | 4.4±1.0 | | | 4.4±1.0 | | |
| | 铁含量(除碳含量之外)/% | 35.0±2.0 | | | 35.0±2.0 | | |
| | 磷含量(除碳含量之外)/% | 20.0±1.0 | | | 20.0±1.0 | | |
| | 铁离子溶出率/(mg/kg) | ≤2 000 | | | ≤2 000 | | |
| | 晶体结构 | 符合 JCPDS 卡 01-077-0179 | | | 符合 JCPDS 卡 01-077-0179 | | |
| 电化学性能 | 0.1 C 首次库仑效率/% | ≥95.0 | | | ≥95.0 | | |
| | 0.1 C 首次可逆比容量/ (mA·h/g) | ≥160.0 | ≥155.0 | ≥150.0 | ≥155.0 | ≥150.0 | ≥145.0 |
| | 倍率性能 (1 C/0.1 C 保持率)/% | ≥94.0 | ≥92.0 | ≥90.0 | ≥96.0 | ≥94.0 | ≥92.0 |
| | 电导率/(10 ⁻⁴ S/cm) | ≥10 | ≥5 | ≥1 | ≥50 | ≥25 | ≥10 |
| 限用物质含量 | 镉及其化合物/(mg/kg) | ≤5 | | | ≤5 | | |
| | 铅及其化合物/(mg/kg) | ≤100 | | | ≤100 | | |
| | 汞及其化合物/(mg/kg) | ≤100 | | | ≤100 | | |
| | 六价铬及其化合物/(mg/kg) | ≤100 | | | ≤100 | | |

6 试验方法

6.1 外观

自然光条件下目视观察。

6.2 粒径 D_{50}

按照 GB/T 19077.1 中规定的测定方法进行测定。

6.3 水分含量

按照 GB/T 6283 中规定直接电位滴定法测定水分含量的测定方法进行测定。

6.4 pH 值

先后称取 1.000 g±0.001 g(精确到 0.000 1 g)试样和 50.00 g±0.01 g(精确到 0.000 1 g)水于 100 mL 烧杯中,搅拌后,超声 10 min,静置待测。参考 GB/T 9724 中规定的测定方法对待测溶液进行测定,测定结果即为试样 pH 值。

6.5 BET 比表面积

按照 GB/T 19587 中规定容量法测定粉末 BET 比表面积的测定方法进行测定。

6.6 振实密度

按照 GB/T 5162 中规定的测定方法进行测定。

6.7 粉末压实密度

按照 GB/T 24533—2009 中附录 L 规定的测定方法进行测定。

6.8 碳含量

按照 GB/T 20123 中规定的测定方法进行测定。

6.9 锂含量(除碳含量之外)

按照附录 A 中规定的测定方法进行测定。

6.10 铁含量(除碳含量之外)

按照附录 B 中规定的测定方法进行测定。

6.11 磷含量(除碳含量之外)

按照附录 C 中规定的测定方法进行测定。

6.12 晶体结构

按照附录 D 中规定的测定方法进行测定。

6.13 铁离子溶出率

按照附录 E 中规定的测定方法进行测定。

6.14 首次库仑效率

按照附录 F 中规定的测定方法进行测定。

6.15 首次可逆比容量

按照附录 F 中规定的测定方法进行测定。

6.16 倍率性能

按照附录 F 中规定的测定方法进行测定。

6.17 电导率

按照附录 G 中规定的测定方法进行测定。

6.18 限用物质含量

按照 IEC 62321 中规定的测定方法进行测定。

7 检验规则

7.1 采样方法

7.1.1 取样

7.1.1.1 袋装锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料按 GB/T 13732 进行取样。在干燥环境下打开要采集的炭复合磷酸铁锂正极材料袋口,用洁净的不锈钢取样钎沿轴线插入袋子中,插入深度不得小于取样袋深度的 4/5,在袋子内物料中心轴线周围 20 mm 范围内取样。

7.1.1.2 为使采集的样品能代表该批产品的质量,将采集好的全部样品合并,放在一个有足够强度和适当大小的正方形薄膜或者牢固柔软的干洁纸上,用翻滚法反复混合均匀(翻滚 15 次以上),混合后组成的样品应不小于 500 g。缩取 250 g 的试样两份,一份试验用,一份备用。

7.1.2 样品标签

样品盛入 PVC 样品罐后,立即在外壁贴上标签。标签包括下列内容:

- a) 样品类别及编号;
- b) 总体物料批号及数量;
- c) 样品量;
- d) 采样日期;
- e) 采样者姓名。

7.1.3 样品的保存

7.1.3.1 样品应密封保存,并贮存在防破包、防雨、防潮等环境下。

7.1.3.2 备用样品有效贮存期为 12 个月。

7.2 检验

7.2.1 出厂检验

对每批次样品的粒度、碳含量、水分含量、BET 比表面积、振实密度、电化学性能、铁离子溶出量、电导率等指标进行检验,检验合格后方可出货。

7.2.2 型式检验

对本标准中规定的技术要求全部进行检验。在有下列情况之一时进行型式检验:

- a) 原材料型号、供货厂家等有变更时;
- b) 生产工艺流程有变化时;
- c) 生产设备停产半年以上,再开始第一次生产时;
- d) 客户有特殊要求时。

7.3 验收规则

7.3.1 产品符合表 2 中某一类别要求的全部技术指标为合格品。若有一项指标达不到该类别要求,应从同批次产品的取样袋中加倍取样对不合格项复检,以复检结果作为最终结果。不能归于表 2 中产品类别或有特殊要求的产品由供需双方协商要求判断是否合格。

7.3.2 生产厂的检验部门应保证出厂的产品符合本标准规定的要求,并在每批产品出厂同时给收货方寄送产品质量检验报告。

7.3.3 收货方有权按本标准对产品进行验收,有权拒收不符合本标准要求的产品。

7.3.4 收货方在收到产品一个月内应对产品进行验收检验,如有异议时,应以备用样重新检验,如仍有争议由上级质量监督部门仲裁。

8 包装、标志

8.1 按每包 25 kg 的净重进行包装。特殊要求的包装由供需双方商定。

8.2 包装在干燥环境下进行,先将产品装入防水包装,特殊的包装要求由供需双方商定。

8.3 包装好后的产品再用复合袋或塑料桶、纸桶等包装。

8.4 锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料的标志应符合 GB/T 191 中的要求。产品的每个包装袋正面应有醒目的标志,标志包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 型号及规格;
- c) 所执行标准的编号;
- d) 净重;
- e) 生产厂名;
- f) 制造日期、生产批号或出厂日期、编号;
- g) 警示说明;
- h) 其他标识。

也可根据客户需求进行标识。

9 贮存和运输

9.1 产品运输标识应符合 GB/T 6388 中运输包装收发货标志的规定。

9.2 产品应贮存在通风、干燥的仓库内。

9.3 产品堆放应整齐、清洁,注册商标、生产批号、生产日期等标志应清晰易辨认。

9.4 避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存、混运。

9.5 贮存和运输过程中应保证产品的包装清洁无破损,凡漏出包外的产品,不得返入包内。

9.6 供方应提供本产品的安全技术说明书(MSDS)和安全标签。

附录 A

(规范性附录)

锂含量(除含碳量之外)的测定方法

A.1 适用范围

本附录适用于电感耦合等离子体发射光谱法测定试样中的锂含量(除含碳量之外)。

A.2 方法提要

试样用盐酸溶解,在盐酸介质中,按仪器优化后的工作条件,采用工作曲线法,利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定锂离子含量。

A.3 试剂与材料

无特殊说明,本标准中试验所用水均指达到 GB/T 6682 中三级水要求,试验所用试剂均为分析纯。

A.3.1 浓盐酸

ρ 1.19 g/mL。

A.3.2 氩气

体积分数不低于 99.999%。

A.3.3 锂标准溶液

浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,为国家有证标准样品,可保存 1 年。

A.3.4 储备标准溶液的配制

取 5.00 mL 锂标准溶液(见 A.3.3)于 100 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 浓盐酸(见 A.3.1),加水定容至刻度,摇匀,配制成锂离子浓度为 50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的储备标准溶液。

A.3.5 系列标准溶液的配制

分别准确量取锂离子的储备标准溶液(见 A.3.4)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 置于 5 个 100 mL 容量瓶中,各加入 2.00 mL 浓盐酸(见 A.3.1),加水定容至刻度,摇匀,配制成锂离子浓度为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标样空白及系列标准溶液,待测溶液中离子含量应在所作的标准曲线范围之内。

A.4 仪器与设备

A.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

A.4.2 微波消解仪(含样品罐)或等同性能的消解装置。

A.4.3 电子天平(感量:0.000 1 g)。

A.5 分析步骤

A.5.1 测定次数

取两个样品进行平行样测试,取其算术平均值。

A.5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

A.5.3 标准曲线

线性相关系数 $\geq 0.999\ 5$ 。

A.5.4 待测样品溶液制备

称取 $0.10\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ (精确到 $0.000\ 1\text{ g}$) 试样于清洗干净的样品罐中,加入 9.00 mL 浓盐酸(见 A.3.1),置于微波消解仪(见 A.4.2)中。消解完全后,冷却至室温,过滤定容。对定容好的样品溶液进行适当的稀释(参考储备标准溶液的配制操作方法进行稀释),确保待测样品溶液中锂离子浓度在标准曲线以内。

A.5.5 测定

在仪器运行稳定后按照表 A.1 条件,将标样空白、系列标准溶液(见 A.3.6)依次进样测定,绘制曲线,然后再将试样空白及待测样品溶液(见 A.5.4)以同样的方法测定,采用扣除空白进行结果校正。

表 A.1 锂的测定参数

| 工作条件 | 参数 |
|----------------|---------|
| 波长/nm | 610.362 |
| 等离子体流量/(L/min) | 15.0 |
| 辅助流量/(L/min) | 0.2 |
| 雾化器流量/(L/min) | 0.8 |
| 射频功率/W | 1 300 |
| 试样流量/(mL/min) | 1.5 |
| 测量时间/s | 30 |
| 重复次数 | 3 |
| 观测方向 | 轴向 |

注:测定时,应根据不同仪器对上述参数作适当的调整,以达到锂离子的最佳测定条件。

A.6 结果计算与数据处理

以质量分数来表示最后结果,结果保留小数点后两位,计算公式见式(A.1):

$$w_{\text{Li}} = \frac{k(c_{\text{Li}} - c_0)V}{m(1 - w_c)} \times 10^{-6} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

w_{Li} ——试样中锂元素质量分数;

k ——稀释倍数(未稀释时, k 取 1);

c_{Li} ——自工作曲线上测定的待测样品溶液中锂离子的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——自工作曲线上测定的试样空白溶液中锂离子的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——称样的质量,单位为克(g);

w_c ——试样中碳元素质量分数。

A.7 精密度要求

在重复性条件下,获得的两次测量结果的绝对值之差应不超过其算术平均值的 5%。

在再现性条件下,获得的两次测量结果的绝对值之差应不超过其算术平均值的 5%。

A.8 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、测试时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等;
- b) 分析结果及表示方法;
- c) 在测定中观察到的异常现象;
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 B
(规范性附录)
铁含量(除含碳量之外)的测定方法

B.1 适用范围

本附录适用于重铬酸钾标准溶液滴定法测定试样中的总铁含量(除含碳量之外)。

B.2 方法提要

试样用高氯酸溶解后,以 CuSO_4 -靛红为指示剂,用二氯化锡和三氯化钛还原三价铁至二价。以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液进行滴定测试。

B.3 试剂与材料

无特殊说明,本标准试验所用水均指达到 GB/T 6682 中规定的三级水,试验所用试剂均为分析纯。

B.3.1 高氯酸, ρ 1.76 g/mL

优级纯。

B.3.2 盐酸, 1:1

用盐酸(ρ 1.19 g/mL)与水体积比为 1:1 稀释。

B.3.3 15%硫酸/磷酸混酸

将 150 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)加入 500 mL 水中,冷却后缓慢加入 150 mL 磷酸(ρ 1.69 g/mL),待冷却后用水稀释至 1 L,混匀。

B.3.4 二氯化锡溶液, 50 g/L

称取 5 g 二氯化锡溶于 10 mL 盐酸(见 B.3.2)中,用水稀释至 100 mL(若溶液浑浊则需过滤)备用。

B.3.5 二苯胺磺酸钠指示剂

称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠溶于水,用水稀释至 100 mL 水中,混匀备用。

B.3.6 三氯化钛溶液, 20 g/L

量取 10 mL 20%的 TiCl_3 加 20 mL 盐酸(见 B.3.2),以水稀至 100 mL,加少量锌粒。

B.3.7 CuSO_4 -靛红指示剂

称取 0.5 g 靛红,滴加 0.5 mL 硫酸(1+4),加水定溶于 100 mL 0.1%的硫酸铜溶液中。

B.3.8 硫酸亚铁铵溶液, 45 g/L

称取 6.2 g 六水合硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于硫酸(5+95)溶液中并稀释至

100 mL,混匀。

B.3.9 重铬酸钾标准溶液 [$c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.050 0 \text{ mol/L}$]

称取 2.451 8 g 预先在 150 °C 烘干 1 h 的重铬酸钾(基准试剂),以少量水溶解后移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

B.4 仪器与设备

B.4.1 电加热器

工作范围:10 °C~300 °C。

B.4.2 电子天平

感量:0.000 1 g。

B.4.3 滴定管

容量 50 mL,符合 GB/T 12805 中 A 类标准。

B.5 分析步骤

B.5.1 称取 1.000 g±0.005 g(精确到 0.000 1 g)试样于 100 mL 烧杯中,加入高氯酸(见 B.3.1),置于电加热板上加热至完全溶解,取下冷却至室温。

B.5.2 将冷却后溶液加水定容在 100 mL 容量瓶中待用。

B.5.3 用移液管移取 20 mL 上述溶液,加 30 mL 水、5 mL 盐酸(见 B.3.2)后放在电加热板上加热至微沸,趁热滴加二氯化锡溶液(见 B.3.4)至淡黄色,滴加 2 滴 CuSO_4 -靛红指示剂(见 B.3.7)变绿色,滴加 TiCl_3 溶液(见 B.3.6)至绿色消失,过量半滴,放置溶液变为蓝色。

B.5.4 加入 20 mL 15%硫酸/磷酸混酸(见 B.3.3)、4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(见 B.3.5),用重铬酸钾标准溶液(见 B.3.9)滴定,溶液由绿色转变成紫红色为终点,消耗体积记录为 V 。

B.5.5 用移液管移取 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(见 B.3.8)代替试样,采用与测定完全相同的试剂和用量,按照相同的分析步骤,进行平行操作。以重铬酸钾标准溶液(见 B.3.9)滴定至终点,消耗体积记录为 V_1 ;再加入 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(见 B.3.8),以重铬酸钾标准溶液(见 B.3.9)滴定至终点,消耗体积记录为 V_2 。

B.6 结果计算与数据处理

以质量分数来表示最后结果,结果保留小数点后两位,计算公式见式(B.1):

$$w_{\text{Fe}} = \frac{c[V - (V_1 - V_2)]M_1}{m(1 - w_c) \times \frac{20}{100} \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_{Fe} —— 样品中全铁的质量分数;

c —— 重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

- V —— 滴定所消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 试样空白溶液第一次滴定所消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 试样空白溶液第二次滴定所消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M_1 —— 铁的摩尔质量,为 55.84 g/mol;
- m —— 试样的质量,单位为克(g);
- w_c —— 试样中碳元素质量分数。

B.7 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、测试时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等;
- b) 分析结果及表示方法;
- c) 在测定中观察到的异常现象;
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



附录 C
(规范性附录)
磷含量(除含碳量之外)的测定方法

C.1 适用范围

本附录适用于磷钼酸铵容量法测定试样中的磷含量(除含碳量之外)。

C.2 方法提要

试样经高氯酸溶解后,在硝酸介质中,磷酸根与钼酸铵生成磷钼酸铵沉淀,过滤后用氢氧化钠标准溶液溶解磷钼酸铵沉淀,过量的氢氧化钠标准溶液以酚酞为指示剂,用硝酸标准溶液返滴定过量的氢氧化钠标准溶液,直到粉红色刚刚消失为终点($\text{pH}\approx 8$)。

C.3 试剂与材料

无特殊说明,本标准中试验所用水均指达到 GB/T 6682 中三级水要求,试验所用试剂均为分析纯。

C.3.1 高氯酸, ρ 1.76 g/mL

优级纯。

C.3.2 硝酸钾溶液, 20 g/L

将 20 g 分析纯硝酸钾溶于水,并加水定容至 1 L,摇匀。

C.3.3 钼酸铵溶液, 70 g/L

将 A 溶液(70 g 钼酸铵溶于 53 mL 氨水和 267 mL 水中制成)慢慢地倾入 B 溶液(267 mL 硝酸与 400 mL 水混匀而成)中,摇匀,冷却,加水定容至 1 L,静置 12 h。

C.3.4 硝酸标准溶液

浓度:0.1 mol/L。

C.3.5 氢氧化钠标准溶液

浓度:0.1 mol/L。

C.3.6 邻苯二甲酸氢钾

基准试剂。

C.3.7 氨水

ρ 1.76 g/mL。

C.3.8 酚酞指示剂,1%

称取 1 g 酚酞指示剂,溶于 100 mL 95%的无水乙醇中。

C.3.9 盐酸羟胺,10%

称取 10 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 水中。

C.4 仪器与设备

C.4.1 电加热板

工作范围:10 °C~300 °C。

C.4.2 电子天平

感量:0.000 1 g。

C.4.3 酸碱滴定管及配套装置

符合 GB/T 12805 中 A 类标准。

C.5 分析步骤

C.5.1 *f* 值的确定

称取邻苯二甲酸氢钾(见 C.3.6)0.100 0 g~0.200 0 g 于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 煮沸并冷却的水,溶解后,加入 2 滴酚酞(见 C.3.8)作指示剂,用氢氧化钠标准溶液(见 C.3.5)滴定至粉红色即为终点。*f* 值的计算公式见式(C.1):

$$f = \frac{c_{\text{NaOH}} \times 1.347}{1\ 000} = \frac{M_2 m}{M_3 V_1} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

f ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液相当的以克表示的磷的质量;

*c*_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

*M*₂ ——(1/23 P)磷的摩尔质量,为 1.347 g/mol;

m ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

*M*₃ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,为 204.2 g/mol;

*V*₁ ——消耗的氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

C.5.2 *K* 值的确定

准确移取 20 mL 氢氧化钠标准溶液(见 C.3.5),滴加 2 滴酚酞指示剂(见 C.3.8),用硝酸标准溶液(见 C.3.4)滴定至粉红色消失为终点,消耗体积记录为 *V_K*。*K* 值的计算公式见式(C.2):

$$K = \frac{V_{\text{NaOH}}}{V_K} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

K ——1 体积硝酸标准溶液相当于氢氧化钠标准溶液的体积系数;

V_{NaOH} ——移取的氢氧化钠标准溶液体积,为 20 mL;

V_K ——滴定氢氧化钠标准溶液消耗的硝酸标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

C.5.3 空白试验

与试样同时进行,加入试剂、水均来源相同。

C.5.4 试样量

称取 1.000 g±0.005 g(精确到 0.000 1 g)试样于 100 mL 烧杯中。

C.5.5 滴定

C.5.5.1 在称取试样的烧杯中加入 10 mL 高氯酸(见 C.3.1),置于低温电炉上加热至完全溶解,取下冷却后加水定容至 100 mL 容量瓶中,待用。

C.5.5.2 用移液管移取 10 mL 上述溶液于 500 mL 锥形瓶中,用氨水(见 C.3.7)中和至有氢氧化物沉淀出现,再用硝酸标准溶液(见 C.3.4)中和至氢氧化物沉淀刚好消失,加入 5 mL 过量的硝酸标准溶液(见 C.3.4)。

C.5.5.3 一边摇动锥形瓶一边缓缓加入 75 mL 钼酸铵溶液(见 C.3.3),振荡 2 min~3 min,沉淀放置 4 h 以上。

C.5.5.4 用密滤纸加入纸浆过滤,先用硝酸标准溶液(见 C.3.4)洗涤锥形瓶和沉淀 2 次~3 次,再用硝酸钾溶液(见 C.3.2)将锥形瓶和沉淀均洗至中性。

C.5.5.5 将沉淀和滤纸一起移入原锥形瓶中,加入 30 mL 煮沸并冷却的水,小心摇荡锥形瓶,使滤纸碎成浆状,保证沉淀与滤纸完全分离。

C.5.5.6 在锥形瓶中滴加氢氧化钠标准溶液(见 C.3.5)使黄色沉淀完全溶解,再加 5 mL~10 mL 过量氢氧化钠标准溶液(见 C.3.5),记录消耗氢氧化钠总量为 V_2 ,稍停片刻,再加入 2 滴酚酞指示剂(见 C.3.8),用硝酸标准溶液(见 C.3.4)回滴至溶液由红色变为无色为终点,记录体积为 V_3 。

注 1: 如试样中有钒(V)存在,可加入少量盐酸羟胺将钒(V)还原为钒(IV)。

注 2: 用 20 g/L 硝酸钾(C.3.2)洗涤沉淀至中性必须检查,用试管接取 20 滴滤液,加 1 滴~2 滴酚酞指示剂,滴入 1 滴氢氧化钠标准溶液(见 C.3.5)应呈红色。

C.6 结果计算与数据处理

以质量分数表示的磷含量,结果保留小数点后两位,计算公式见式(C.3):

$$w_p = \frac{[(V_2 - V_3K) - (V_4 - V_5K)]f}{m(1 - w_c) \times \frac{10}{100}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(C.3)$$

式中:

w_p ——样品中磷的质量分数;

V_2 ——试样加入氢氧化钠标准溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定试样中过量氢氧化钠标准溶液所消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

K ——硝酸标准溶液换算成氢氧化钠标准溶液体积的系数;

V_4 ——空白加入氢氧化钠标准溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定空白中过量氢氧化钠标准溶液所消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

f ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液相当的以克表示的磷的质量;

m ——移取试样的质量,单位为克(g);

w_c ——试样中碳元素的质量分数。

C.7 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、测试时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等;
- b) 分析结果及表示方法;
- c) 在测定中观察到的异常现象;
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 D
(规范性附录)
晶体结构的测定方法

D.1 适用范围

本附录适用于 X 射线衍射仪测试试样的晶体结构。

D.2 方法提要

把晶体看作是由许多平行的原子面堆积而成, X 射线照射到原子面, 所有原子的散射波在原子面的反射方向上相位相同, 是干涉加强的方向, 由于 X 射线可穿透进入内部使内部原子成为散射波源, 衍射线被看成是许多平行原子面反射的反射波振幅叠加的结果, 干涉加强的条件是晶体中任意相邻的原子面上的原子散射波在原子面反射方向的相位差为 2π 的整数倍, 或光程差等于波长的整数倍。从图 D.1 可看出干涉加强的条件为: $2d \sin\theta = n\lambda$, 式中 n 为整数, 称为反射级数, θ 为入射线与反射面的夹角, 称为掠射角, 2θ 称为衍射角, 上式称为布拉格方程。X 射线在不同的原子面上衍射, 在衍射图谱中表现为不同衍射角位置的衍射线, X 射线衍射仪自动记录炭复合磷酸铁锂正极材料在 $10^\circ \sim 90^\circ$ 范围内衍射线图形, 将所获得的衍射图谱与磷酸铁锂 X 射线粉末衍射标准图谱对照, 可分析出炭复合磷酸铁锂正极材料的结构。

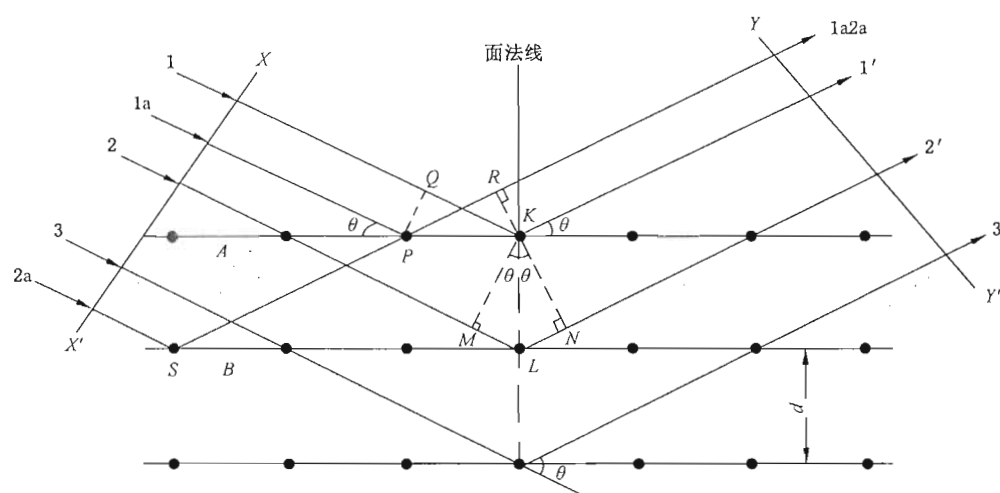


图 D.1 X 射线衍射原理图

D.3 仪器与设备

D.3.1 玛瑙研钵。

D.3.2 标准筛(筛孔直径为 0.074 mm)。

D.3.3 X 射线衍射仪(铜靶)。

D.4 试样制备

D.4.1 所有试样全部通过筛孔直径为 0.074 mm 的标准筛网。

D.4.2 将玛瑙研钵研磨均匀的样品加入到样品架的凹槽内,用玻璃片压紧、抹平。

D.5 分析步骤

将样品架放置在 X 射线衍射仪的测试平台上。设定扫描的起始角为 10° 、结束角为 90° 、步长 0.013,扫描方式为连续扫描,然后开始测试,仪器自动记录测试所得的衍射图谱。

D.6 数据处理

将测试所得的衍射图谱中的衍射峰峰位及强度与 JCPDS(01-077-0179)标准图谱中相应的衍射峰峰位、强度进行对照分析,得到样品的结构信息。

D.7 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、测试时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等;
- b) 分析结果及表示方法,包括衍射图谱及用于对照分析的标准图谱或标准图谱编号;
- c) 在测定中观察到的异常现象;
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附 录 E
(规范性附录)
铁离子溶出率的测定方法

E.1 适用范围

本附录适用于电感耦合等离子体发射光谱法测试试样在水中铁离子的溶出率。

E.2 方法提要

将试样分散于水中,可溶性铁盐溶解,利用电感耦合等离子体发射光谱仪对溶解于水中铁离子含量进行测试。

E.3 试剂及材料

无特殊说明,本标准中试验所用水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

E.3.1 滤纸

中速或慢速滤纸。

E.3.2 盐酸

ρ 1.19 g/mL。

E.3.3 氩气

体积分数不低于 99.999%。

E.3.4 铁标准溶液

浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$,为国家有证标准样品,可保存 1 年。

E.3.5 储备标准溶液的配制

取 5.00 mL 铁标准溶液(见 E.3.4)于 100 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 盐酸(见 E.3.2),稀释至刻度,摇匀,配制成铁离子浓度为 50.00 $\mu\text{g/mL}$ 的储备标准溶液。

E.3.6 系列标准溶液的配制

分别准确量取铁离子的储备标准溶液(见 E.3.5)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 置于 5 个 100 mL 容量瓶中,各加入 2.00 mL 盐酸,用水稀释至刻度,摇匀,配制成铁离子浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标样空白及系列标准溶液,待测溶液中离子含量应在所作的标准曲线范围之内。

E.4 仪器与设备

E.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

E.4.2 电子天平(感量为:0.000 1 g)。

E.5 分析步骤

E.5.1 测定次数

取两个样品进行平行样测试,取其算术平均值。

E.5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

E.5.3 标准曲线

线性相关系数 $\geq 0.999\ 5$ 。

E.5.4 待测样品溶液制备

称取 $5.0\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ (精确到 $0.000\ 1\text{ g}$) 试样于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,密封,静置 6 h 后,过滤定容后摇匀,待测。若样品溶液浓度超过工作曲线范围,则需要进行稀释(参考储备标准溶液的配制操作方法进行稀释),以确保待测样品溶液浓度在标准曲线以内。

E.6 测试

在仪器运行稳定后,按照表 E.1 条件,将标样空白、系列标准溶液(见 E.3.6)依次进样测试,绘制标准曲线,然后再将试样空白及待测样品溶液(见 E.5.4)以同样的方法测定,扣除空白进行结果校正。

表 E.1 铁的测定参数

| 工作条件 | 参 数 |
|---|-------------------|
| 波长/nm | 238.204 或 259.940 |
| 等离子体流量/(L/min) | 15.0 |
| 辅助流量/(L/min) | 0.2 |
| 雾化器流量/(L/min) | 0.8 |
| 射频功率/W | 1 300 |
| 试样流量/(mL/min) | 1.5 |
| 测量时间/s | 30 |
| 重复次数 | 3 |
| 观测方向 | 轴向 |
| 注:测定时,应根据不同仪器对上述参数作适当的调整,以达到铁离子的最佳测定条件。 | |

附录 F

(规范性附录)

首次库仑效率、首次可逆比容量、倍率性能的测定方法

F.1 适用范围

本附录适用于电池测试系统测试试样的首次库仑效率、首次可逆比容量、倍率性能。

F.2 方法提要

以金属锂为负极、试样极片为正极,组装模拟电池或扣式电池,在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下使用电池测试系统进行测试,测试出模拟电池或扣式电池首次可逆比容量(嵌锂)、首次库仑效率,并根据不同倍率放电电流下的放电比容量(嵌锂)计算倍率性能。

F.3 试剂及材料

F.3.1 导电剂

乙炔黑或等同性能导电炭黑。

F.3.2 溶剂

N-甲基吡咯烷酮(NMP),电子级。

F.3.3 粘结剂溶液,5%

将 $5.000\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ (精确到 0.000 1 g)聚偏氟乙烯(PVDF)粉末溶解于 $95.000\text{ g}\pm 0.005\text{ g}$ (精确到 0.000 1 g)*N*-甲基吡咯烷酮(见 F.3.2)中得到 5% 的粘结剂溶液。建议聚偏氟乙烯分子量在 110 万左右。

F.3.4 金属锂片或锂带

应符合电池级锂的要求。

F.3.5 铝箔

铝箔厚度为 $20\text{ }\mu\text{m}$ 。

F.3.6 集流体

镍网或等同性能集流体。

F.3.7 隔膜

PE-PP 复合膜或等同性能隔膜,厚度为 $20\text{ }\mu\text{m}$ 。

F.3.8 电解液

1 mol/L LiPF_6 的 EC(碳酸乙烯酯)/DMC(碳酸二甲酯)(EC 与 DMC 体积比为 1:1)电解液或等同性能电解液。

F.4 仪器与设备

F.4.1 电池测试系统

电流精度:0.1%RD+0.1%FS;电压精度:0.1%RD+0.1%FS 或等同性能测试仪。

F.4.2 模拟电池或扣式电池

封闭体系、聚四氟乙烯材质或等同性能的电池模具(如扣式电池等)。

F.4.3 手套箱

一个标准大气压,99.999%的惰性气体, $\text{H}_2\text{O} \leq 3 \text{ mg/kg}$ 、 $\text{O}_2 \leq 3 \text{ mg/kg}$ 或等同性能手套箱。

F.4.4 真空干燥箱

真空度 $< 100 \text{ Pa}$,控温范围 $20 \text{ }^\circ\text{C} \sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$ 或等同性能干燥箱。

F.4.5 鼓风干燥箱

控温范围 $20 \text{ }^\circ\text{C} \sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$ 或等同性能干燥箱。

F.4.6 干燥器

相对湿度 $< 25\%$ 或等同性能干燥器。

F.4.7 电子天平

感量为 0.0001 g 及感量为 0.00001 g 电子天平各一台,或等同性能仪器。

F.4.8 搅拌器

3000 r/min 或等同性能搅拌器。

F.4.9 涂布器

涂布间隙 $300 \text{ } \mu\text{m}$ 或等同性能涂布器。

F.5 试样的制备

F.5.1 试样极片在干燥环境下制备,温度: $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$,相对湿度 $\leq 35\%$ 。

F.5.2 将试样和导电剂(见 F.3.1)放入烘箱中,在 $120 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘烤 4 h 后,转到在干燥器皿内冷却。然后,按试样、粘结剂(见 F.3.3)、导电剂(见 F.3.1)质量比为 90:5:5 的比例称取 $9.000 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ (精确到 0.0001 g)试样和 $0.500 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ (精确到 0.0001 g)导电剂(见 F.3.1)。

F.5.3 将试样和导电剂(见 F.3.1)加入 50 mL 小烧杯中,然后加入粘结剂溶液(见 F.3.3) $10.000 \text{ g} \pm$

0.025 g(精确到 0.000 1 g),搅拌器搅拌成膏状。

F.5.4 用 300 μm 涂膜涂布器(见 F.4.9)将膏状物均匀地涂在铝箔(见 F.3.5)上,然后放入鼓风干燥箱(见 F.4.5)中在 100 °C 干燥 8 h,或者等同性能的涂布方式获得单面面密度为 100 g/m²~150 g/m² 的极片。

F.5.5 干燥后极片进行压片(极片压实密度 1.5 g/cm³~2.0 g/cm³),裁成一定形状的电极(长方形带状、条状或圆形等),用电子天平(见 F.4.7)(感量:0.000 01 g)进行称量后,放入真空干燥箱(见 F.4.4)(温度:100 °C,真空度:<1 000 Pa)中干燥 8 h,制得工作电极。

F.5.6 在氩气气氛手套箱(见 F.4.3)中,将金属锂片(见 F.3.4)压制到镍网(见 F.3.6)(或其他同等性能的集流体)末端,制成对电极(或者直接以金属锂为对电极)。

F.5.7 以上步骤制成的工作电极为正极、对电极为负极组装成试验电池。

F.6 分析步骤

将组装好的试验电池在电池测试系统上(见 F.4.1)进行充放电测试。首次可逆比容量和首次库仑效率的测试条件如下:充放电倍率为 0.1 C,电压范围为 2.5 V~3.9 V。倍率性能的测试条件如下:充放电倍率分别为 0.1 C 和 1 C,电压范围为 2.5 V~3.9 V。

F.7 结果计算与数据处理

F.7.1 首次可逆比容量和首次库仑效率

试样的首次充电比容量、首次可逆比容量和首次库仑效率计算公式见式(F.1)、式(F.2)和式(F.3):

$$Q_{0.1,cha} = C_{0.1,cha} / m \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

$$Q_{0.1,dis} = C_{0.1,dis} / m \quad \dots\dots\dots (F.2)$$

$$E_{0.1} = Q_{0.1,dis} / Q_{0.1,cha} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (F.3)$$

式中:

$Q_{0.1,cha}$ ——以 0.1 C 倍率电流充放电时首次充电比容量,单位为毫安时每克(mA·h/g);

$C_{0.1,cha}$ ——以 0.1 C 倍率电流充放电时首次充电容量,单位为毫安时(mA·h);

m ——活性物质质量,单位为克(g);

$Q_{0.1,dis}$ ——以 0.1 C 倍率电流充放电时首次可逆比容量,单位为毫安时每克(mA·h/g);

$C_{0.1,dis}$ ——以 0.1 C 倍率电流充放电时首次可逆容量,单位为毫安时(mA·h);

$E_{0.1}$ ——首次库仑效率。

F.7.2 倍率性能

试样的倍率性能计算公式见式(F.4):

$$E_1 = Q_{1C} / Q_{0.1C} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (F.4)$$

式中:

E_1 ——1 C 倍率电流充放电时相对于 0.1 C 倍率电流充放电的可逆比容量容量保存率;

Q_{1C} ——以 1 C 倍率电流充放电时首次可逆比容量,单位为毫安时每克(mA·h/g);

$Q_{0.1C}$ ——以 0.1 C 倍率电流充放电时首次可逆比容量,单位为毫安时每克(mA·h/g)。

F.8 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、测试时间、测试地点、试验使用仪器型号及测试人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 G
(规范性附录)
电导率的测定方法

G.1 适用范围

本附录规定了电导率的两种测定方法:电化学阻抗谱法和四探针法,其中四探针法为仲裁方法。

G.2 电化学阻抗谱法

G.2.1 方法提要

用已知压片面积的压片模具把粉末试样压成圆柱状,用电化学工作站对圆柱状试样的电阻进行测试,然后利用欧姆定律计算出材料电导率。

G.2.2 仪器与设备

G.2.2.1 压片机(含压片面积为 0.785 cm² 压片模具):压力 20 kN。

G.2.2.2 数显高度仪。

G.2.2.3 电子天平(感量:0.000 1 g)。

G.2.2.4 三电极模具。

G.2.2.5 电化学工作站。

G.2.3 试样的制备

G.2.3.1 预先将压片模具(见 G.2.2.1)清理干净,放在数显高度仪(见 G.2.2.2)上,清零。

G.2.3.2 称量磷酸铁锂粉末试样 0.600 g±0.001 g(精确到 0.000 1 g),倒入压片模具(见 G.2.2.1)中,在压力为 20 kN 的条件下保持 30 s。

G.2.3.3 在高度仪(见 G.2.2.2)上测量压后模具高度,并记录高度值,取出已经压成圆柱状试样,待测。

G.2.4 分析步骤

将制备好的试样固定于三电极模具(见 G.2.2.4)内,电化学工作站(见 G.2.2.5)进行交流阻抗测试。设定振幅为 5 mV、频率为 1 000 Hz。

G.2.5 结果计算与数据处理

试样的电导率按式(G.1)计算:

$$\sigma = \frac{h}{S \times R} \dots\dots\dots(G.1)$$

式中:

σ ——电导率,单位为西门子每厘米(S/cm);

h ——压片高度,单位为厘米(cm);

S ——压片模具面积,单位为平方厘米(cm²);

R ——电化学工作站测试结果横坐标读数的绝对值,单位为欧姆(Ω)。

G.3 四探针法

G.3.1 方法提要

在探针间距可视为半无穷大的均匀样品上,用4根等间距配置的探针扎在半导体表面上,并且4根探针的针尖在同一直线上、间距相等,由恒流源给外侧的两根探针提供一个适当小的电流 I ,然后测量出中间两根探针之间的电压 V ,就可以准确求出试样电阻率。

G.3.2 仪器与设备

G.3.2.1 电阻率测试主体(含探头活塞和模腔塔):压力8 kN,压片面积为3.142 cm²。

G.3.2.2 电阻率测试仪。

G.3.2.3 电子天平(感量:0.000 1 g)。

G.3.3 试样的制备

G.3.3.1 将电导率测试主体和电阻率测试仪连接好。

G.3.3.2 预先将探头活塞和模腔塔清理干净待用。

G.3.3.3 用称量纸准确称量磷酸铁锂粉末试样2.501 0 g~2.509 9 g,小心倒入模腔塔中,注意不要粘壁或逸出,将试样均匀摊平并稍加用力敲击模腔塔两侧使粘在内壁上的少量样品落入底部。

G.3.4 分析步骤

G.3.4.1 打开电导率测试主体和电阻率测试仪电源开关,预热30 min。

G.3.4.2 电导率测试主体的压力表、高度尺归零。

G.3.4.3 将制备好的试样及模腔塔锁紧在固定支架中。

G.3.4.4 打开测试软件,电压限值选择10 V,压力设置为8 kN,并输入试样质量、样品名称等信息。

G.3.4.5 点击开始按钮,缓慢匀速施压至8 kN。

G.3.4.6 待电阻读数稳定后,读取高度值并输入测试软件相应的方框中。

G.3.4.7 点击确认。

G.3.4.8 测试软件自动计算试样电导率。

G.4 试验报告

应至少包含以下内容:

- a) 生产批号、日期、时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等;
- b) 分析结果及表示方法;
- c) 在测定中观察到的异常现象;
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。