

ICS 71.040.50

CCS G04

# 团 体 标 准

T/CSAE xx—20xx

## 固体电解质比表面积测定 气体吸附 BET 法

Determination of specific surface area of solid electrolyte—Gas adsorption using the BET 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

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—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、定义与符号 .....	1
术语和定义 .....	1
符号 .....	1
3 仪器和试剂 .....	1
2.1 仪器设备 .....	1
2.2 试剂或材料 .....	1
3.14 环境条件 .....	1
3.2	
5 比表面积测试 .....	2
取样 .....	2
5.1 测试过程 .....	2
5.2 静态容量法测试 .....	2
5.3 动态色谱法测试 .....	2
5.4	
6 结果处理 .....	2
6.1 数据处理 .....	3
6.2 数据有效性判断 .....	3
7 试验报告 .....	3
参 考 文 献 .....	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：

# 固体电解质比表面积测定 气体吸附 BET 法

## 1 范围

本文件描述了一种测定固体电解质比表面积的测试过程、结果处理与试验报告。

本文件适用于用气体吸附BET法进行固体电解质比表面积的测定，尤其是环境敏感型固体电解质比表面积的测定。

## 2 术语、定义与符号

### 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 2.1

##### 2.1.1

**惰性环境 inert atmosphere**

氧含量（O<sub>2</sub>）不高于 0.1 ppm、水含量（H<sub>2</sub>O）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。

R<sup>2</sup>：比表面积测试结果线性回归系数。

C：比表面积测试吸附常数。

## 3 仪器和试剂

### 仪器设备

3.1.1 比表面积测试仪：具备多点 BET 比表面积测试功能，全自动比表面积测试仪通常包含脱气站与冷却浴容器，通常用于容量法测试；

3.1.2 气相色谱仪：配备导热检测器，用于气相色谱法测试；

3.1.3 惰性气体手套箱：H<sub>2</sub>O 不高于 0.1 ppm，O<sub>2</sub> 不高于 0.1 ppm；

3.1.4 分析天平：量程不低于 2 g，精度 0.0001 g（0.1 mg），置于手套箱内或干燥间；

3.1.5 筛网：不锈钢材质，孔径根据样品粒径选择（如 100 目、200 目）。

### 试剂或材料

3.2.1 吸附质气体：高纯氮气（N<sub>2</sub>，纯度不低于 99.999%）或高纯氩气（Ar，纯度不低于 99.999%）。

3.2.2 体积校正气体：高纯氦气（He，纯度不低于 99.999%），用于体积校正。

3.2.3 冷却剂：通常选用液氮（沸点 77.36 K）或液氩（沸点 87.27 K），根据吸附质选择。

## 4 环境条件

除另有规定外，各项试验应在下列条件下进行：

a) 试验室环境温度：22℃±5℃；

b) 所有涉及样品暴露的操作（称量、装管、封口、转移）应在惰性环境中完成；

c) 比表面仪主机及脱气站宜置于干燥洁净室（露点宜不高于-40℃）或相对湿度不高于40%的干燥清洁的测试间内；

d) 液氮补充应及时，防止挥发导致温度波动。

## 5 比表面积测试

### 取样

#### 5.1.1 取样环境

5.1 取样应在满足惰性环境的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

取样应确保均匀，若样品存在团聚，可在手套箱内使用合适筛网轻柔过筛，避免机械破碎改变原始颗粒形貌。取样前对样品管进行称重，质量宜精确到0.0001g。取样量宜介于样品球泡管容积的三分之一至三分之二。将样品缓慢装入预称重的样品管底部，避免扬散。进行称重，计算出样品质量。将样品管密封，备用。

#### 5.2 测试过程

##### 5.2.1 脱气

将样品管安装至脱气站，抽真空至不高于10Pa。根据供应商提供的脱气时间与脱气温度进行设定，也可参考表1进行。

表1 硫化物与卤化物脱气设定参考

电解质类型	脱气温度（℃）	脱气时间（h）
硫化物	60~120	≥2
卤化物	60~100	≥2

5.3

脱气结束后，在真空状态下冷却至室温，并进行保护气体充填。

### 静态容量法测试

5.4 将脱气完成的样品管转移至分析站，插入装有冷却介质的杜瓦罐中，确保浸没深度一致。宜用高纯N<sub>2</sub>或Ar作为吸附质，He作为体积校正气体行体积校正。至少采集5个吸附点，记录下各压力点下的吸附量。测试完毕后，样品管会自动填充一定量的氮气，确保管内压力与大气压相近并让样品管升温至室温。测试完的样品宜回收至专门器皿内。

### 动态色谱法测试

将脱气完成的样品管转移至分析站，插入装有冷却介质的杜瓦罐中，将吸附气体与载气以一定比例混合后通过样品管或色谱柱，推荐使用高纯N<sub>2</sub>或Ar作为吸附质，He作为载气。通过吸附气体的减少产生吸附峰，移开冷却介质后由于气体脱附产生脱附峰，通过热传导检测器检测气体的色谱峰，计算出气体吸附量。测试完的样品应该倒到专门的回收器皿内。

## 6 结果处理

## 数据处理

根据被吸附气体的量与相对压力值依据参考文献[1]中公式(1)计算该点的比表面积,采用多点法测试时可选择多个不同相对压力值条件下进行吸附,根据线性回归进行拟合得出多点法的比表面积值,通常建议选择不低于5个测试点。

建议至少测量两个平行样,平行样的比表面积测量值误差不宜超过5%。

### 6.1 数据有效性判断

比表面积测定结果的有效性应同时满足以下条件:

- a) 线性回归的相关系数 $R_2$ 不低于 0.999;
  - b) 吸附常数 $C$ 的取值应在 10 ~ 300 范围内;
  - 6.2 c) 拟合所用的相对压力区间应位于 0.05~0.30 之间,且该区间内至少包含5个有效吸附数据点。
- 若上述任一条件未满足,该次测试结果视为无效,应检查样品脱气条件、仪器状态及测试参数,并重新进行测定。

## 7 试验报告

试验报告应至少包含以下内容:

- 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) 仪器型号与吸附质种类;
  - e) 样品质量、脱气温度与时间;
  - f) 测试点数、BET 拟合图;
  - g) 比表面积测定结果(注明平行样数量及平均值);
  - i) 试验日期、地点及操作人员。
-

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 19587-2017 气体吸附BET法测定固态物质比表面积